

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

Mémoire

Présenté par : *M. BERRADJ Omar*, ingénieur d'état ENP

Pour l'Obtention du Diplôme de **Magister en Génie Chimique**

**CONTRIBUTION A LA REALISATION ET A LA MISE EN ŒUVRE
D'UN EXTRACTEUR D'HUILES ESSENTIELLES
PAR
ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU**

Soutenu le 07 Juin 2006 devant le jury composé de :

M. C.E CHITOUR	Professeur ENP	Président
M ^{elle} C. BOUTEKEDJIRET	Professeur ENP	Examineur
M ^{me} R.DERRICHE	Maître de conférences ENP	Examineur
M ^{me} F.MEZIANI	Chargée de cours ENP	Examineur
M ^{me} S.CHARCHARI	Professeur ENP	Rapporteur
M. E-H BENYOUSSEF	Maître de conférences ENP	Rapporteur

ENP- 10, Avenue Hacén Badi- El Harrach-Alger

Le capital historique essentiel qu'il faut garder et transmettre aux nouvelles générations pour que le pays puisse refaire son histoire, c'est les valeurs et l'âme d'un croyant de Dieu : la valeur suprême.

Malek BENNABI

Le monde laisse tomber et mourir tout ce qui n'est que l'égoïsme, tout ce qui ne représente pas pour le genre humain une vertu ou une idée.

Victor HUGO

Dédicaces

*Je dédie ce travail à tous ceux et celles qui font de leurs mieux pour
éclairer le chemin aux autres*

Remerciements

Ce travail a été réalisé au département de génie chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique sous la direction de Monsieur E.H.BENYOUSSEF, maître de conférences à l'ENP, et Madame S.SHARCHARI, professeur à l'ENP.

Je tiens à remercier Monsieur BENYOUSSEF et Madame CHARCHARI pour m'avoir confié ce sujet et pour leurs aides.

Je remercie également Monsieur C.E CHITOUR, professeur à l'ENP, pour m'avoir fait l'honneur de présider les travaux du jury.

J'exprime mes respects à M^{lle} C. BOUTEKEDJIRET professeur à l'EN, M^{me} F. MEZIANI chargée de cours à l'ENP et M^{me} R.DERRICHE maître de conférences à l'ENP, pour avoir accepté de faire partie de ce jury.

Mes remerciements pour les enseignants du Département de Génie Chimique et pour tous ceux qui ont contribué à ma formation scientifique et culturelle.

Liste des figures

Figure 1 : Vue d'ensemble de <i>Coriandrum sativum</i> L.....	5
Figure 2 : Graines de coriandre utilisées dans cette étude.....	10
Figure 3 : Installation d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau.....	17
Figure 4: Limite de l'engorgement pour une colonne à garnissage	22
Figure 5: Schématisation de l'équilibre hydrodynamique d'un plateau	24
Figure 6 : Colonne d'extraction classique.....	41
Figure 7 : Extracteur à plaque plane.....	43
Figure 8 : Montage d'entraînement à la vapeur avec un extracteur à plaque plane.....	45
Figure 9 : Extracteur à plaque conique.....	47
Figure 10: Schéma du dispositif expérimental de l'entraînement à la vapeur d'eau en utilisant l'extracteur à plaque conique.....	62
Figure 11 : Evolution du rendement en HE en fonction de la durée d'extraction.....	64
Figure 12 : Schéma du dispositif expérimental d'hydrodiffusion en utilisant l'extracteur à plaque conique.....	66
Figure 13: L'évolution du rendement en HE en fonction de la durée d'extraction et pour les deux masses des graines.....	68

Figure 14 : l'évolution du rendement en entraînement à la vapeur d'eau et en hydrodiffusion pour des charge de 130g.....69

Figure 15 : l'évolution du rendement en entraînement à la vapeur d'eau et en hydrodiffusion pour des charge de 65g.....70

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique de l'huile essentielle de <i>Coriandrum sativum</i> L de différentes origines obtenue par entraînement à la vapeur d'eau.....	8
Tableau 2 : Conductivité calorifique λ	30
Tableau 3 : Quelques nombres adimensionnels.....	31
Tableau 4 : Les différentes observations et valeurs de débit de distillat à 22° C avant le revêtement de la colonne.....	50
Tableau 5 : Comparaison des deux essais d'entraînement à la vapeur d'eau à deux températures extérieures différentes.....	51
Tableau 6 : Les constatations faites avec et sans engorgement.....	58
Tableau 7 : Débits de vapeur.....	59
Tableau 8 : Rendement en huile essentielle pour des masses de graines de 65 et 130grammes.....	63
Tableau 9: Rendement en huile essentielle pour les deux masses en hydrodiffusion.....	67

SOMMAIRE

Pages

RESUMES

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....1

CHAPITRE I : LA MATIERE VEGETALE : LA CORIANDRE

I.1 Historique.....	2
I.2 Description botanique.....	3
I.3 Ecologie et culture.....	6
I.4 Utilisation et vertus.....	7
I.5 Huile essentielle de <i>Coriandrum sativum</i> L.....	7
I.6 Matière végétale utilisée.....	10

CHAPITRE II : TECHNIQUES D'EXTRACTION DES HUILES

ESSENTIELLES

II.1 Introduction.....	11
II.2 La distillation.....	11
II.2.1 Théorie de la distillation.....	11
II.2.2 Modes de distillation.....	14
II.2.2.1 Distillation à l'eau ou hydrodistillation.....	14
II.2.2.2 Distillation mixte.....	15
II.2.2.3 Distillation à la vapeur ou entraînement à la vapeur.....	15
II.2.2.3.1 Définition.....	15
II.2.2.3.2 Principe.....	15
II.2.2.3.3 Modes de récupération.....	15
II.2.2.3.4 Appareillage.....	16

II.2.2.3.5 Le rendement.....	17
II.3. Hydrodiffusion.....	18

CHAPITRE III : TECHNOLOGIE DES DISTRIBUTEURS DE VAPEUR

III.I. Introduction.....	19
III.2 Distributeurs de vapeur.....	19
III.2.1 Gestion des flux liquide et vapeur.....	19
III.2.2 Perte de charge subie par la vapeur.....	20
III.2.3 Engorgement.....	21
III.2.4 Point de pleurage.....	23

CHAPITRE IV : GENERALITES SUR LE TRANSFERT DE CHALEUR

IV.1 Introduction.....	25
IV.2 Mécanismes de transfert de chaleur.....	25
IV.2.1 Conduction.....	25
IV.2.2 Convection.....	27
IV.2.3 Rayonnement.....	28
IV.3 Formulation des mécanismes de transfert de chaleur.....	28
IV.3.1 Conduction thermique.....	28
IV.3.2 Convection thermique.....	31
IV.3.2.1 Détermination des coefficients d'échange de chaleur par convection naturelle.....	31
IV.3.3 Rayonnement thermique.....	34
VI.4 Transmission de chaleur par conduction et convection pour des structures composites cylindriques.....	34
IV.5 Etude du calorifuge.....	36
IV.5.1 Déperditions de la conduite avant isolation.....	37
IV.5.2 Déperdition de la conduite après isolation.....	38
IV.5.3 Etude économique.....	38
IV.6 Caractéristiques de la vapeur d'eau.....	39
VI.6.1 Pression de vapeur saturante de l'eau.....	40
IV.6.2 Chaleur de vaporisation.....	40
IV.6.2.1 Chaleur d'échauffement.....	41
IV.6.2.2 Chaleur latente de vaporisation.....	41

CHAPITRE V : CONCEPTION ET REALISATION DE L'EXTRACTEUR

V.1. Introduction.....	42
V.2. Essais préliminaires pour la mise en évidence de l'engorgement.....	42
V.3. Conception et réalisation.....	43
V.4 Manipulations.....	45
V.4.1 observations.....	47
V.4.2 propositions.....	47
V.4.2.1 Calcul de nombre d'orifices.....	49

CHAPITRE VI : ECOULEMENT DE LA VAPEUR DANS L'EXTRACTEUR

VI.1 Le débit de vapeur.....	51
VI.1.1 Influence de la hauteur du lit de la matière végétale.....	51
VI.1.2 Influence de la température ambiante sur le débit de distillat.....	52
VI.1.3 Influence du calorifugeage.....	53
VI.1.3.1 Perte de la colonne avant isolation.....	53
VI.1.3.2 Perte de la colonne après isolation.....	58
VI.2 Evaluation des débits liquide et vapeur.....	60

CHAPITRE VII : MISE EN ŒUVRE DE L'EXTRACTEUR

VII.1 Introduction.....	62
VII.2 Entraînement à la vapeur d'eau.....	62
VII.2.1 mode opératoire.....	62
VII.2.2 Résultats et discussions.....	64
VII.2.2.1 Le rendement en huile essentielle.....	64
VII.3 Hydrodiffusion.....	66
VII.3.1 mode opératoire.....	66
VII.3.2 Résultats et discussions.....	68
VII.3.2.1 Le rendement en huile essentielle.....	68
VII.3.3 Influence du procédé sur le rendement.....	70

CONCLUSION GENERALE.....	72
---------------------------------	-----------

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	74
---	-----------

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

De nos jours, une activité économique considérable se développe tant pour les arômes artificiels que naturels, et la recherche d'une production élevée et qualitative pose le problème de perfectionnement de matériels et de mise en oeuvre de procédés d'extraction plus efficaces.

Dans ce contexte nous avons entrepris la conception, la réalisation et la mise en oeuvre d'un appareil d'extraction des huiles essentielles à l'échelle laboratoire, permettant d'effectuer aussi bien l'entraînement à la vapeur d'eau que l'hydrodiffusion.

Cet appareil en verre a offert la possibilité d'observer la circulation des flux de vapeur et de condensât, d'agir sur les paramètres du procédé et sur la conception même de l'extracteur afin d'assurer un contact intime entre la vapeur et le lit de matière végétale, d'éviter le phénomène d'engorgement, et par conséquent, d'améliorer le rendement en huile essentielle.

L'ensemble des essais d'extraction ont été effectués sur les graines de coriandre (*Coriandrum sativum* L.)

CHAPITRE I

LA MATIERE VEGETALE : LA CORIANDRE

I.1 Historique

La coriandre est l'une des premières plantes aromatiques utilisées par l'homme notamment en Inde, en Egypte et en Chine où l'on utilise depuis le V^{ème} siècle.

A la fin de l'âge de Bronze (1400 avant notre ère), elle était entreposée dans les palais de la Grèce antique et utilisée en médecine en Egypte, on en retrouve même la trace dans les tombes des pharaons. A cette même époque, l'utilisation de la coriandre s'est propagée en Europe de l'ouest jusqu'en Angleterre et fut importée, un peu plus tard, en Amérique, au Pérou et au Mexique [1].

Les anglais l'ont nommé « Dizzicorn » parce que consommée en grande quantité, la coriandre produit des étourdissements et a un effet narcotique sur l'organisme. D'autres noms, selon les lieux de végétation lui ont été attribués :

En Europe :

- France : persil chinois, Persil arabe, Cerfeuil chinois, punaise male.
- Allemagne : Koriander, Wanzenkümmel, Chinesische Petersilie, Indische Petersilie (herb).
- Angleterre : Coriander, Chinese parsley, Indian parsley (herb).
- Espagne : Coriandro, Cilantro - portugais : Coentro - italien : Coriandolo.
- Hollande : Ketoembar, Koriander.
- Russie : Koriandr (fruits), Kinza (herb), Kishnets

En Afrique :

- Arabe : Kuzbara, Kazbarah

En Asie/Océanie :

- Chine : Yansui, Husui (pour les fruits), hucai, xiangsui, xiangcai.
- Hindi: Dhania (fruits), Hara dhania (herb).
- Indonésie: Ketumbar (fruits), Daun ketumbar (herb).
- Japon: Koyendoro, Koendoro (herb).
- Laos: Phak hom pom (herb).
- Malais : Ketumbar (fruits), Daun ketumbar (herb).
- Phillipine : Ketumbar.
- Sanskrit: Dhaniyaka.
- Singhalais : Kotthamallie.
- Srilanka : Kothamalli.
- Thaïlande : Pak chi met (herb), Mellet pak chi (fruits).
- Vietnam : Rau ngo, Mui (herb), Ngo (herb)

A l'époque du Moyen âge, la Coriandre a donnée naissance à deux théories. La première était basée sur une superstition qui consistait en l'éloignement des démons grâce à un jet d'une poignée de coriandre, la seconde prônait le côté aphrodisiaque de la plante.

Durant l'époque Médiévale et de Renaissance, les graines de coriandre entrent dans la composition des recettes culinaires et de médicaments.

Au XIX^{ème} siècle, la coriandre prend un certain recul, mais durant la seconde guerre mondiale alors que plusieurs produits bruts étaient rationnés, on créa le « Sugar Drops » soit la graine enrobée de sucre blanc ou rose que l'on jetait à l'époque du carnaval. C'est l'origine des confettis et le retour triomphal de la coriandre [2].

I.2 Description botanique [1]

Différentes variétés de coriandre ont été décrites:

- *Coriandrum sativum* L: atteignant 60cm de hauteur, à fleurs blanches en été, la feuille est large et dentelée à odeur forte, comestible à 100%, les graines sont blondes, grosses, ovales, douces et fruitées.

- *Coriandrum sativum* "Cilantro": elle a des fleurs blanchâtres.
- *Coriandrum sativum* "Morocco" : 70 cm de hauteur, à fleurs rosées, elle est appréciée pour les graines petites, sombres, à saveurs piquantes.
- *Coriandrum sativum* var. *microcarpum* : cultivé en Russie et Europe centrale, sa graine de diamètre inférieur à 3mm, est plus riche en huile essentielle que les autres variétés.

La **Coriandre** ou *Coriandrum sativum* L, objet de cette étude (**figure 1**), est une plante annuelle, herbacée et rustique à tige fortement ramifiée, jusqu'à 60 cm de haut [1]. Elle est de la famille des **Apiacées**, comme le persil, la carotte, le cumin.

Ses feuilles sont fines et délicates, lobées, rattachées à une tige rameuse mince et fragile qui deviennent de plus en plus découpées en remontant vers le haut de la tige. Les feuilles du bas sont plus larges et renferment un arôme plus puissant [3].



Figure 1 : Vue d'ensemble de *Coriandrum sativum* L.

Les fleurs éclosent en été, de juin à septembre, en petites ombelles blanches, teintées de rose et groupées en ombelles composées, pour donner dans le mois qui suit leur éclosion, des fruits glabres présentant des akènes [4]. Ces derniers sont globuleux et striés appelés, "**schizocarpes**", de couleur brun jaunâtre à brun clair à l'état sec [5]

Lorsque le fruit est à sa maturité, une mince couche externe du péricarpe se détache. L'odeur de la drogue devient alors suave et la saveur piquante, aromatique et agréable se fait ressentir rappelant en plus doux celle de l'anis [6]. Cette odeur s'accroît lorsqu'on écrase la graine, qui laisse échapper l'huile de **coriandrol** ou **linalol**. Son accumulation est achevée quand le fruit est mûr. [7,8]

I.3 Ecologie et culture

Cette herbe culinaire se développe facilement dans un sol moyen à sec, nécessitant un emplacement chaud et ensoleillé, tout comme pour l'aneth ou le cerfeuil [6]

La coriandre est cultivée surtout en méditerranée (France, Egypte, Maroc), en Inde, en Europe de l'Est et en Amérique centrale [2].

La Russie est le plus grand producteur de coriandre dans le monde, plus de 100 tonnes en 1994, suivie de la Yougoslavie, l'Inde, l'Egypte, le Maroc, la Turquie, la Roumanie, l'Afrique du sud et la Polynésie, [9]. En Algérie, on la retrouve essentiellement vers l'est du pays, dans les montagnes de Kabylie, Boumerdès, Béjaïa et Sétif. Néanmoins, sa production est régionale et reste très limitée à l'utilisation culinaire [10].

Il faut semer les graines en automne à exposition chaude ou au printemps, en lignes espacées de 25cm, si l'on veut que la plante résiste tout l'hiver. Les ombelles sont coupées en début de maturité. Les sommités pleines de graines sont récoltées au moment où elles passent du vert au brun clair. On les suspend alors, dans un endroit aéré pour que les graines mûrissent et on les conserve au sec dans des enveloppes hermétiquement fermées. [6]

I.4 Utilisation et vertus

La coriandre est très utilisée en cuisine mais seulement les graines sont utilisées pour parfumer les cornichons, sauces, salades, légumes aux grecques, choucroute etc. [11].

Avec cette plante aromatique, un petit plat se transforme en chef d'oeuvre, elle relève une simple salade, un bon ragoût devient délicieux par le parfum qu'elle dégage.

Et pour ses vertus médicinales, la coriandre est [1] :

- Stimulante et tonique
- Très bonne pour système digestif : évite flatulences, apéritive, favorise la sécrétion des sucs gastriques, contre certaines coliques, stomatique, carminative, digestive
- Cataplasmes de graines contre articulations douloureuses et les rhumatismes
- Contre les névralgies
- Aphrodisiaque
- Sédatif (graines)
- Antibactérienne
- Contre l'ulcération de la peau, et muqueuses

I.5 Huile essentielle de *Coriandrum sativum* L

La partie de la plante, la plus sujette à l'extraction, étant le fruit de coriandre à l'état sec, son extraction donne un meilleur rendement en huile essentielle (>1%) avec comme principal constituant le linalol (58 à 70%), par contre l'extraction des feuilles se fait rarement. Des feuilles, on extrait 0.1% d'huile essentielle, très différente de la précédente, qui contient principalement un mélange d'aldéhydes, dont le nonanal qui donne à l'huile une odeur caractéristique d'herbe [12]. La biosynthèse des constituants de l'huile essentielle du fruit se fait dans des sortes de canaux, selon Lukyanov et Mokhanova, cité par Guenter [13], qui prétendent qu'il existerait deux types dans le fruit : les uns sont périphériques et disparaissent lorsque le fruit est mûr, alors que les autres sont internes et apparaissent au cours de la maturation.

Selon Hotin, cité par Guenter [13], si les fruits mûrissent dans une atmosphère humide, les canaux périphériques persistent et la quantité d'huile essentielle augmente, mais au dépend de la qualité.

Les résultats des nombreuses études, menées sur la composition chimique des huiles essentielles des graines de *Coriandrum sativum L.* sont regroupés dans le **tableau 1**.

Tableau 1 : Composition chimique de l'huile essentielle de *Coriandrum sativum L.* de différentes origines obtenue par entraînement à la vapeur d'eau.

<i>Composés identifiés</i>	<i>Teneur %</i>				
	Algérie [14]	[15]	[16]	[17]	[18]
α -pinène	0.1	7.3	3.9	3.46	3.60
Camphène	/	0.7	0.7	0.68	0.87
β -pinène	/	0.5	0.4	0.72	0.28
Sabinène	/	0.4	0.4	0.10	0.17
Myrcène	0.2	0.7	0.9	0.41	1.35
p-cymène	0.2	Traces	2.1	3.89	1.70
Limonène	/	1.8	1.6	6.20	1.90
γ -terpinène	0.6	8.5	6.9	2.72	4.70
1,8-cinéol	0.1	/	/	/	/
Tepinolène	/	Traces	/	0.25	/
Linalol	70.2	68.0	70.0	69.33	69.10
Camphre	1.8	3.7	7.7	4.12	5.20
Tepinène4-ol	0.5	2.3	/	/	0.28
α -terpinéol	0.3	0.5	0.5	0.33	0.59
Octanal	2.2	/	0.4	/	/
Dodécane	0.5	/	/	/	/
Géranol	/	1.4	0.8	1.06	0.90
Acétate de géranyle	1.6	/	2.3	1.01	4.70
Dodécanal	0.5	/	/	/	/
β -caryophyllène	0.2	/	/	/	/
α -humulène	0.8	/	/	/	/
Nérolidol	0.5	/	/	/	/
Acide myristique	5.9	/	/	/	/
<i>Traces: teneur inférieure à 0.1%</i>					

Ces travaux s'accordent sur le fait que le constituant majoritaire des huiles essentielles est le linalol, représentant environ 70%, accompagné de monoterpènes et leurs dérivés oxygénés en plus faible proportion.

La norme NF. T 75-205 Août 1991, décrit les spécifications physiques, organoleptiques, chimiques et chromatographiques de l'huile essentielle de fruit de coriandre obtenue par distillation à la vapeur d'eau, destinée au contrôle de sa qualité [19].

- Aspect : liquide mobile, limpide
- Couleur : incolore à jaune pâle
- Odeur : caractéristique, épicée et rappelant celle du linalol
- Densité d_{20}^{20} :

Minimum :....0.862

Maximum :....0.878

- Indice de réfraction à 20°C :

Minimum :....1.4620

Maximum :....1.4700

- Pouvoir rotatoire à 20°C :

Compris entre +7° et +18°

- Indice d'acide :

Maximum 30

- Teneur en linalol par chromatographie en phase gazeuse :

Minimum.....68%

I.6 Matière végétale utilisée

L'ensemble de nos travaux ont été effectués sur un lot de graines entières de coriandre achetées sur le marché local (**figure2**) provenant de la région de Sétif, dans l'Est algérien. Ce choix est du d'une part à la disponibilité de la coriandre, d'autre part aux travaux effectués sur cette matière végétale, ce qui facilite la comparaison en cas de besoin.



Figure 2 : Graines de coriandre utilisées dans cette étude

Au préalable, un échantillonnage du lot des graines a été effectué par la méthode d'usage [20] afin de préparer des échantillons représentatifs du lot mère. Ces échantillons ont été conservés à l'abri de la lumière, dans les mêmes conditions de température et d'humidité.

CHAPITRE II

TECHNIQUES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES

II.1 Introduction

Pour extraire les huiles essentielles contenant la majeure partie des arômes d'une plante, plusieurs techniques sont utilisées. Le choix du procédé dépend de différents facteurs, tels que, la norme industrielle, la localisation histologique des composés aromatiques dans le végétal, etc. Parmi ces techniques, on peut citer: l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydro-distillation, l'hydrodiffusion [21].

Deux de ces méthodes sont utilisées dans notre travail : l'entraînement à la vapeur d'eau ou distillation à la vapeur d'eau et l'hydro diffusion.

II.2 La distillation

II.2.1 Théorie de la distillation

La distillation peut-être définie comme " un procédé de séparation des composés d'un mélange de deux ou plusieurs liquides basé sur la différence de leurs pressions de vapeurs". Dans le cas de la distillation des huiles essentielles, celle- ci est habituellement menée de deux manières : récupération et fractionnement.

La première opération, c'est la séparation de l'huile dans sa globalité à partir de la matière dans laquelle elle se trouve, tandis que la deuxième est appliquée à la séparation d'un composé à partir du mélange constituant l'huile. Bien que les huiles essentielles sont des mélanges fort complexe de plusieurs constituants, il n'est souvent pas nécessaire de les traiter comme des système multi composés. En effet, la distillation des huiles essentielles s'effectuant habituellement à petite échelle garantit l'application des méthodes continues, et de ce fait, la théorie des mélanges binaires semble convenir pour expliquer le phénomène. En général, deux types de distillation sont à envisager selon le critère de miscibilité :

1. Distillation de mélange de liquide non miscibles, formant ainsi deux phases. Cette distillation s'applique à une rectification ou fractionnement des huiles essentielles, et mieux encore pour extraire les huiles volatiles de plantes aromatiques, par entraînement à la vapeur.
2. Distillation de mélanges de liquides miscible en toutes proportions et formant alors une seule phase liquide.

La différence de comportement entre les deux types de distillation peut s'expliquer en considérant le phénomène lors de l'ébullition.

Dans le cas des mélanges de liquides complètement miscibles formant une seule phase liquide et homogène, les constituants obéissent à la loi de RAOULT :

$$P_i = P_i^\circ X_i \quad (1)$$

Où :

P_i = Pression partielle de constituant i ,

P_i° = Pression de saturation de constituant i ,

X_i = Fraction molaire du constituant i en phase liquide.

En d'autres termes, d'après la loi de DALTON, la pression de vapeur de la solution est la somme des pressions partielles de tous les constituants :

$$P = \sum_i P_i \quad (2)$$

Dans le cas d'un mélange homogène tel que les huiles essentielles en l'assimilant à un mélange binaire de liquides (corps purs) non miscibles, l'application de la règle des phases conduit à un système univariant. En effet, plusieurs substances de points d'ébullition voisins apparaîtront dans le distillat avec des proportions différentes, alors que d'autres substances présentant des différences marquées de points d'ébullition peuvent s'observer dans le distillat avec des proportions quasi identiques. Ces anomalies sont principalement dues à la diversité des structures chimiques de la réactivité des constituants de l'huile essentielle.

La règle d'hydrodistillation des substances volatiles insolubles dans l'eau telles que les huiles essentielles peut-être exprimée comme suit [22] :

Dans un mélange, la pression de vapeur de l'ensemble est la somme des pressions partielles de chaque constituant

$$P = p_a + p_b + p_c + \dots + p_n \quad (3)$$

A l'ébullition cette somme est égale à la pression du milieu extérieur, le plus souvent la pression atmosphérique. Pour un mélange binaire A et Eau (E) on a :

$$P = p_a + p_e \quad (4)$$

Dans un gaz ou une vapeur d'un mélange idéal, la pression propre d'un constituant est proportionnelle au nombre de moles $P = \frac{nRT}{V}$ (5)

Donc:

$$\frac{n_a}{n_e} = \frac{p_a}{p_e} \quad (6)$$

Le nombre de mole est le rapport de la masse de composé à la masse molaire M de celui-ci :

$$n_a = \frac{m_a}{M_a} \quad (7)$$

$$\frac{n_a}{n_e} = \frac{m_a M_e}{M_a m_e} \quad \text{ou} \quad \frac{m_a}{m_e} = \frac{n_a M_a}{n_e M_e} \quad (8)$$

Donc, en remplaçant le rapport des nombres de mole par le rapport des pressions on aura :

$$\frac{m_a}{m_e} = \frac{p_a M_a}{p_e M_e} \quad (9)$$

On voit ici l'intérêt qu'apporte l'eau comme agent entraînement, le rapport des masses entraînées est égal au rapport du nombre de moles entraîné multiplié par le rapport des masses molaires.

L'eau avec une faible masse molaire, égale à 18, permet une forte amélioration du rapport du nombre de moles pour tous les composés de forte masse molaire.

En rappelant par ailleurs que la somme ($p_a + p_e$) est égale à la pression extérieure $p(1)$, il sera possible, lors de la distillation, de modifier partiellement ce rapport huile / eau dans le condensât en changeant la pression de travail, la température de l'appareil s'ajuste automatiquement à celle d'ébullition du mélange [23].

Pour vaporiser complètement l'eau, il faut lui communiquer :

1. de la chaleur sensible qui élèvera sa température jusqu'à température d'ébullition (q_{sens}).
2. de la chaleur latente qui transforme l'eau en vapeur sans modification de température (q_{lat}).
3. la quantité de chaleur nécessaire pour la vaporisation de l'eau est donc :

$$q_{tot} = q_{sens} + q_{lat} = \lambda$$

REGNAULT [24] : a donné une formule qui permet de calculer la quantité de chaleur contenue dans un kilogramme de vapeur λ en Kcal / Kg

$$\lambda = 606 + 0.305 \theta \quad (10)$$

Où : θ est la température d'ébullition en °C à une pression donnée.

La formule de REGNAULT n'est pas valable dans toute l'étendue des pressions, elle n'est vérifiée que pour les valeurs de pression au dessous de 200 N / cm².

II.2.2 Modes de distillation

Il est communément admis que l'eau ou la vapeur détruit la structure des cellules végétales, libère les molécules contenues et entraîne les plus volatiles en les séparant du substrat cellulosique de la cellule. Les parties insolubles dans l'eau de condensation sont décantées pour donner l'huile surnageante [22]. Dans l'industrie des huiles essentielles une terminologie distingue trois types de distillation [24]:

1. Distillation à l'eau ou hydrodistillation
2. Distillation mixte
3. Distillation à la vapeur ou entraînement à la vapeur

II.2.2.1 Distillation à l'eau ou hydrodistillation

La matière à distiller est en contact direct avec l'eau bouillante. Elle peut soit flotter, soit être complètement immergée ; cela dépendra de sa densité et /ou de la qualité de matière de la charge.

II.2.2.2 Distillation mixte

Dans ce cas de distillation, la matière végétale est en contact direct avec l'eau de l'appareil distillatoire et avec la vapeur. Cette dernière produite par une génératrice de vapeur. Ceci peut présenter un avantage, notamment pour les huiles possédant une certaine fragilité thermique de ses constituants, puisque la vapeur arrive au contact de la matière est totalement saturée donc humide et de surcroît n'est jamais surchauffée [23].

II.2.2.3 Distillation à la vapeur ou entraînement à la vapeur

II.2.2.3.1 Définition

Dit parfois "distillation à la vapeur", l'entraînement est une méthode de séparation et/ou de purification, fondée sur les équilibres de changement d'état liquide/vapeur, sans rectification, et le plus souvent, en présence de vapeur d'eau.

Elle est applicable aux composés peu ou pas solubles dans l'eau [22].

II.2.2.3.2 Principe

La distillation par entraînement à la vapeur d'eau est un procédé qui a été inventé au 10ème siècle par Ibn Sina, connu en Occident sous le nom d'Avicenne. Depuis ce temps, les procédés techniques ont fortement évolué, mais le principe de base reste le même [25].

L'entraînement à la vapeur d'eau est basé sur le fait que la plupart des composés odorants volatils contenus dans les végétaux sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau, du fait de leur point d'ébullition relativement bas et de leur caractère hydrophobe. Ils ne sont donc ni retenus par et dans les bio polymères de la plante, ni solubilisés dans l'eau. Pour ce faire, la plante ou organe de la plante est placé dans un alambic, traversé par un courant de vapeur d'eau. [26,27].

II.2.2.3.3 Modes de récupération

La récupération d'huiles essentielles à partir des cellules de la plante durant l'entraînement à la vapeur, peut s'effectuer de deux manières : soit par osmose, soit par diffusion libre, selon le degré de division de la charge végétale.

L'osmose, procédé de diffusion spontanée selon lequel un solvant passe de la solution la moins concentrée vers la plus concentrée à travers une membrane semi-perméable, prend un sens spécifique qui a été décrit par VON RECHEMBERG et GUENTHER [28] comme suit :

"A la température d'ébullition de l'eau, une partie de l'huile volatile, par osmose traverse la membrane cellulaire. La solution résultante huile-eau, exerçant une pression osmotique, s'infiltrera à son tour, à travers les pores élargis de la paroi cellulaire gonflée et atteindra finalement la surface externe d'où l'huile sera vaporisée et entraînée par la vapeur d'eau ascendante".

Ce processus se poursuivra jusqu'à ce que toutes les substances aient été extraites des glandes et entraînées par la vapeur, et après condensation dans un serpentin refroidi par un courant d'eau froide. Un séparateur ou essencier recueille eau et huile et permet de retirer cette dernière par différence de densité.

II.2.2.3.4 Appareillage

Le schéma d'une installation d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau est présentée à la **figure 3** [29].

Dans l'alambic, la matière végétale est traversée par de la vapeur d'eau. Le mélange des vapeurs d'eau et d'huile essentielle est condensé dans un serpentin maintenu au froid. Le liquide recueilli se compose d'huile essentielle et d'eau. Les deux liquides sont séparés par différence de densité dans un appareil appelé séparateur ou essencier. L'huile essentielle est en effet plus légère que l'eau et surnage à la surface de l'eau [25].

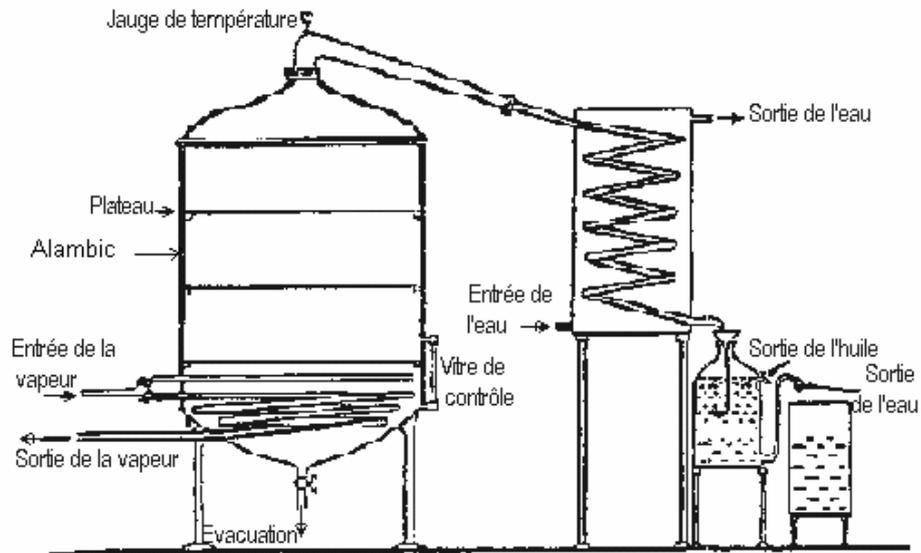


Figure 3 : Installation d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau

La distillation à la vapeur offre une bonne qualité d'huile essentielle. Elle doit cependant s'effectuer à basse pression. De plus, l'opération doit durer suffisamment longtemps pour recueillir le maximum d'huile essentielle [22].

II.2.2.3.5 Le rendement

Il est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue et la masse de matière végétale traitée.

$$R_{HE} = \frac{g}{G} \times 100$$

Avec :

g : masse de l'HE (g).

G : masse de la matière végétale traitée (g).

R_{HE} : rendement en huile essentielle (%).

Par exemple, pour *une tonne* de plante fraîche, on obtiendra :

- 20Kg d'huiles essentielles pour l'Eucalyptus
- 10Kg d'huiles essentielles pour la lavande
- 3Kg d'huiles essentielles pour la Marjolaine
- 1Kg d'huiles essentielles pour le Thym
- 200grammes d'huiles Essentielles pour la Camomille
- 3grammes d'huiles essentielles pour la Rose de Damas.

Pour la coriandre, la production est [1] :

- Graines
 - <1% d'huile essentielle
- Feuilles
 - 0.1% d'huile essentielle

II.3. Hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est un procédé d'extraction basé sur les mêmes principes que la distillation par la vapeur d'eau. La vapeur est introduite au dessus de la matière végétale et va se déplacer en flux descendant à travers celle-ci [30].

A la sortie de l'extracteur, les vapeurs d'eau et d'huile, ainsi que les eaux de condensation sont refroidis, condensées et récupérées.

L'huile est séparée par extraction à l'éther diéthylique.

CHAPITRE III

TECHNOLOGIE DES DISTRIBUTEURS DE VAPEUR

III.1 Introduction

La distillation est certainement l'opération unitaire la plus utilisée dans l'industrie chimique et l'industrie pétrolière. Son fonctionnement consiste à mettre en contact une vapeur et un liquide circulant à contre-courant de manière à effectuer une séparation entre les constituants présents dans la charge grâce à un transfert de matière, dont la force motrice dépend d'une part des différences de concentration, d'autre part des équilibres liquide vapeur [31].

L'industrie moderne met en œuvre la technique d'écoulement des fluides au sein des milieux granulaires dans de nombreuses applications : filtration d'un liquide contenant des particules solides en suspension à travers les pores du gâteau, réactions chimiques où le fluide réactionnel traverse un lit de catalyseur, contacts liquide vapeur à travers les garnissages de colonnes de distillation ou d'absorption [32].

Pour extraire les huiles essentielles de la coriandre, les graines de cette dernière sont placées dans une colonne en lit fixe, traversées par un courant de vapeur.

III.2 Distributeurs de vapeur

Dans le cas de la distillation, on cherche avec les plateaux à créer localement une retenue de liquide grâce à un barrage coupant le flux liquide et à y faire barboter la vapeur montant dans la colonne. Pour ce faire, il est nécessaire de percer des trous dans le plateau de manière à laisser passer la vapeur [31]. Alors que dans notre cas, on s'intéresse à évacuer la totalité du flux liquide, ainsi minimiser sa rétention.

III.2.1 Gestion des flux liquide et vapeur

Le flux vapeur monte verticalement dans la colonne ; il traverse le distributeur grâce aux orifices prévus pour cet effet et barbote dans le liquide éventuellement retenu sur le distributeur.

La traversée par la vapeur, du plateau et de la couche liquide, provoque une perte de charge (h_p) qui est, bien sûr, fonction des débits liquide et vapeur, des propriétés physiques

des deux phases et des caractéristiques dimensionnelles du plateau. Elle est la somme de la perte de charge subie lors de passage au travers des orifices du plateau (perforation) et de la hauteur de liquide clair (h_{cl}) présent sur le plateau.

L'écoulement du liquide sur le plateau, pour sa part, est dépendant de la géométrie du distributeur, mais également de la perte de charge provoquée par les obstacles (orifices) et les échappements de vapeur [31].

III.2.2 Perte de charge subie par la vapeur

Dans notre conception, on cherche à assurer une circulation libre des flux vapeur et liquide des condensations dans la colonne d'extraction. Pour cela, on étudie la variation de la perte de charge en fonction de débit vapeur.

Le calcul de perte de charge subie par la vapeur est décomposé en deux éléments

1- La perte de charge due à la circulation dans l'orifice [33]

Malgré la simplicité géométrique des plateaux perforés, il existe un grand nombre d'équations d'orifices permettant le calcul de la perte de charge à travers les trous. Celle de Hughmark et O'Connell semble la meilleur : la perte de charge à sec (ΔP) d'un plateau perforé s'écrit :

$$\Delta p = \frac{1}{2k_0^2} U_{go}^2 \rho_g (1 - P_{or}^2) \quad (11)$$

Avec :

K_0 : coefficient d'orifice,

U_{go} : vitesse du gaz dans le trou, $U_{G0} = \text{débit vapeur} / \text{surface d'un trou}$.

Por : porosité du plateau.

Le coefficient d'orifice a été mis sous forme algébrique par Economopoulos :

$$10^3 K_0 = 880,6 - 67,7 (d/e) + 7,32 (d/e)^2 - 0,338 (d/e)^3$$

Avec :

d : diamètre d'un trou,

e : épaisseur du plateau.

2- La perte de charge due au traversé du lit des graines [32].

Lorsqu'un gaz traverse un lit fixe avec une perte de charge suffisamment grande pour ne plus pouvoir négliger l'invariance de la masse spécifique ρ , le calcul effectué par LEVA dans le cas d'un écoulement isotherme à la température absolue T conduit à l'expression homogène :

$$P_1^2 - P_2^2 = \frac{2ZRTG^2}{M \left[\ln \left(\frac{\rho_1}{\rho_2} \right) + f^* \frac{((1-\varepsilon)/\varphi_s)^{d+1} L}{\varepsilon^3 D_p} \right]} \quad (12)$$

Avec :

1 et 2 : Indices se réfèrent respectivement à l'entrée et à la sortie.

Z : facteur de compressibilité.

R : constante des gaz parfaits.

M : poids moléculaire du gaz.

f^* : coefficient de friction modifié : $f^* = 200(D_p G / \mu)^{-1}$

G : vitesse massique : $U_0 \rho$ mesurée dans la section libre au-dessous du lit.

D_p : diamètre moyen des particules du lit.

μ : viscosité du gaz.

φ_s : facteur de forme, forme sphérique $\varphi_s = 1$.

ε : coefficient de vide : c'est le rapport du volume des interstices au volume total du lit.

d = 1 pour un tube.

III.2.3 Engorgement

Pour qu'une colonne fonctionne normalement, il est nécessaire de maîtriser deux paramètres, à savoir, la vitesse de la phase vapeur et le débit liquide, de telle façon à assurer un écoulement régulier des deux phases. De mauvais choix peuvent provoquer des dysfonctionnements de type hydraulique, comme l'étranglement qui provoquerait une accumulation du liquide sur le distributeur de vapeur.

Il n'existe aucune corrélation précise permettant de déterminer les conditions du début d'engorgement d'une colonne à garnissage en fonction des débits liquide et vapeur et des caractéristiques géométrique du lit. Nous citerons toutefois une corrélation due à SCHERWOOD [32] qui est la suivante:

$$\frac{aU_o^2}{g\varepsilon^3} \left(\frac{\rho_g}{\rho_l} \right) \left(\frac{\mu_l}{\mu_e} \right)^{0.2} = f \frac{L}{G} \sqrt{\frac{\rho_g}{\rho_l}} \quad (13)$$

Avec :

a : surface du garnissage par unité de volume = $(1 - \varepsilon)/L$;

u_0 : vitesse du gaz dans la section libre sous le lit ;

g : accélération de la pesanteur ;

μ_e : viscosité de l'eau à 15°C, environ 1 cPo ;

L et G : débits massiques de liquide et de vapeur ;

g et l : indices relatifs à la vapeur et au liquide.

ε : coefficient de vide, c'est le rapport du volume des interstices au volume total du lit.

Pour les conditions d'engorgement avec des couple de fluide très différenciés, Sherwood obtient des points suffisamment groupés pour tracer une courbe moyenne présentée à la **figure 4** et au-dessous de laquelle il faut travailler pour éviter l'engorgement.

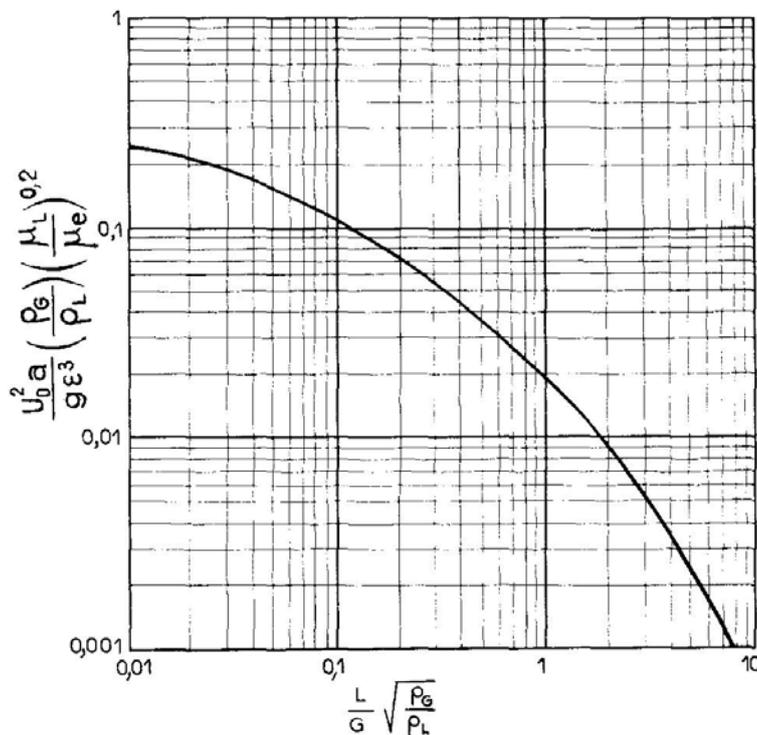


Figure 4 : Limite de l'engorgement pour une colonne à garnissage.

III.2.4 Point de pleurage

Les plateaux perforés sont, par nature, non étanches ; il existe toujours une légère fuite de liquide.

A un débit vapeur plus élevé, la vitesse d'éjection au travers des orifices de l'aire active augmente et entraîne un accroissement de la hauteur de liquide sur les plateaux provoquant l'engorgement et/ou un accroissement de la perte de charge pouvant induire à la saturation des déversoirs.

A un débit vapeur faible, la poussée hydrostatique n'étant plus suffisante, le liquide s'écoule au travers les trous proches de l'entrée du plateau, en filets continus, pendant que la vapeur passe à travers les trous voisins de la sortie. On dit que le plateau ne se charge pas. Cette fuite, ou pleurage est extrêmement néfaste pour la distillation, dont l'apparition correspond à la condition suivante : perte de charge de la vapeur au travers de l'aire active (les trous) est faible pour équilibrer la pression statique du liquide sur les trous.

Par contre, elle assure un entraînement à la vapeur sans accumulation du liquide condensé sur le distributeur de vapeur dans notre cas, où on veut extraire les huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau.

De nombreuses corrélations ont été proposées pour la détermination du point de pleurage. Locket, à partir de résultats expérimentaux, en particuliers ceux de F.R.I (Fractionation Research Inc.) aux Etats-Unis, a établi la corrélation [33] :

$$Fr_o = 0,68 \pm 0,12$$

Fr_o étant le nombre de Froude dans les trous :

$$Fr_o = U_{go} \sqrt{\frac{\rho_g}{\rho_l g h_c}}$$

Avec h_c : hauteur de liquide clair sur le plateau en m.

Le pleurage (indiqué par l'indice w pour weeping) peut être calculé par la relation de Lockett et Banik :

$$\frac{q_w}{N_o S_o} = 0,02 Fr_o^{-1} - 0,03 \quad (14)$$

Avec :

q_w : débit de pleurage (fuite) en m^3/s ,

$N_o S_o$: surface totales des trous.

Pour les plateaux perforés, la fuite de liquide, appelée le « le pleurage », doit rester en dessous d'un certain débit acceptable. Les conditions pour que ce pleurage soit minimum [31] sont :

$$h_o + h_\sigma \geq (h + h_{od}) \left[0,125 + 2,33 \left(\frac{S_o}{S} - 1 \right) \right] + 0,7 \quad (15)$$

Avec:

h_o : perte de charge due à la circulation dans l'orifice en cm de liquide,

h_σ : correspond à la pression capillaire et se calcule comme suit :

$$h_\sigma = \frac{4,09\sigma}{\rho_l d_o}$$

d_o : diamettre du trou,

σ : tension interfaciale en dyn/cm ($5 < \sigma < 80$; pour $\sigma > 25$ dyn/cm, les auteurs recommandes de prendre $\sigma = 25$),

h : hauteur du barrage de sortie,

h_{od} : hauteur de liquide au dessus du déversoir en cm et se calcule comme suit :

$$h_{od} = 66,4 \left(\frac{L}{L_d} \right)^{2/3}$$

L : débit liquide en m^3/s , L_d : longueur du déversoir en m,

S_o : surface du trou, S : surface totale du distributeur.

La **figure 5**, présente le schéma d'un plateau en équilibre hydrodynamique.

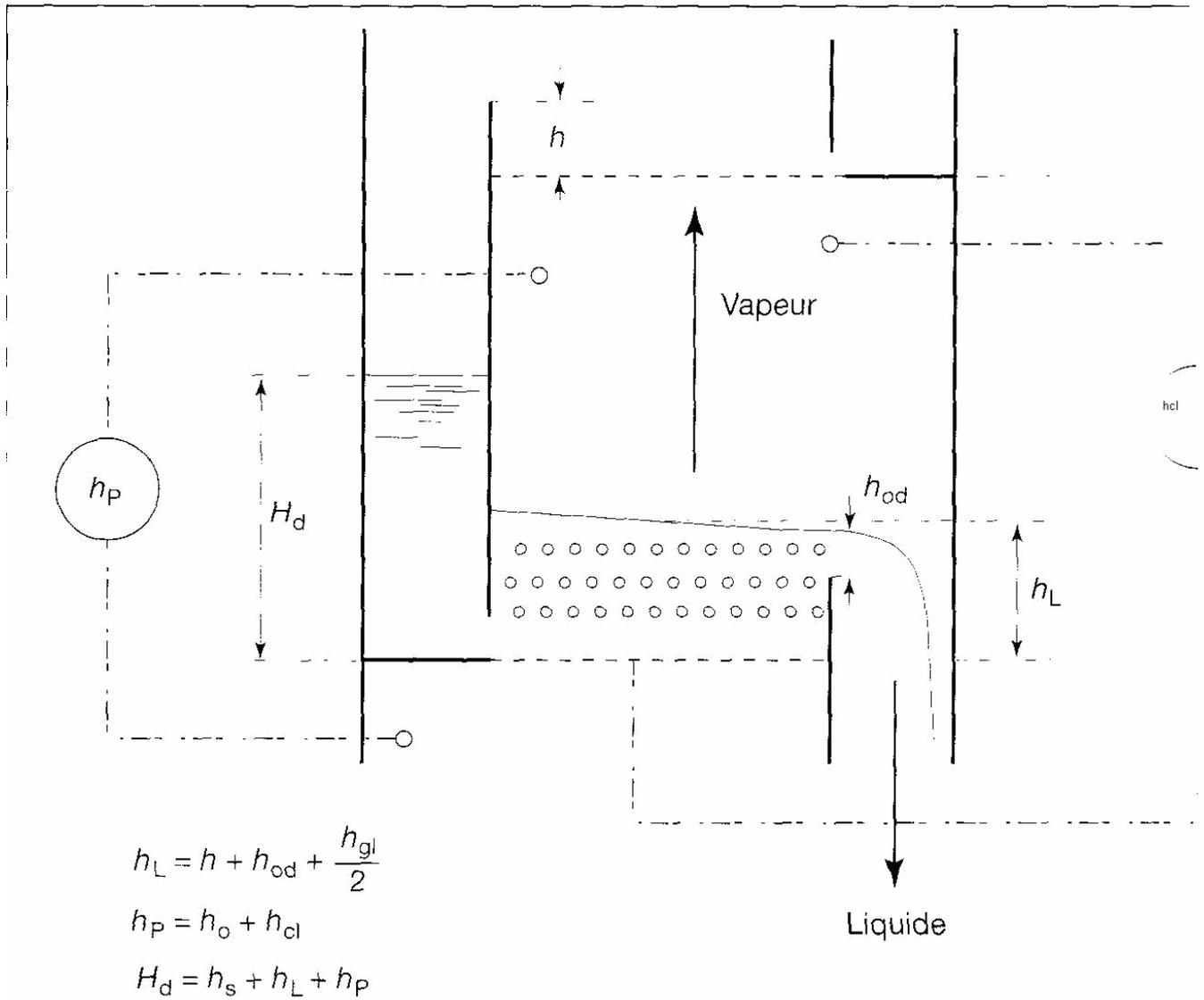


Figure 5 : Schématisation de l'équilibre hydrodynamique d'un plateau.

CHAPITRE IV

GENERALITES SUR LE TRANSFERT DE CHALEUR

IV.1 Introduction

Le transfert d'énergie a lieu chaque fois qu'un gradient de température existe à l'intérieur d'un système. Il intervient également entre deux systèmes ayant des températures différentes, et cela quel que soit le milieu, même vide, qui les sépare.

Le processus par lequel le transfert de l'énergie s'effectue est désigné par le terme " transmission de chaleur" [34].

IV.2 Mécanismes de transfert de chaleur

La littérature traitant du transfert de chaleur reconnaît généralement trois modes de transmission de chaleur : conduction, convection et rayonnement, qui peuvent avoir lieu séparément ou simultanément. C'est donc à l'ingénieur de faire des hypothèses simplificatrices selon le mode dominant afin de résoudre le problème posé.

IV.2.1 Conduction

La conduction thermique est la propagation de la chaleur, de molécule à molécule, dans un corps ou dans plusieurs corps contigus, sans qu'il y ait mouvement du milieu ou que ce mouvement intervienne dans la transmission.

Ce mode de transmission caractérise essentiellement les transferts de chaleur dans les solides ou entre corps solides contigus. La conduction intervient également dans les liquides et les gaz mais, sauf dans le cas des liquides très visqueux ou des gaz emprisonnés dans des matériaux poreux, son effet est marginal par rapport à celui de la convection [35].

Applications

Le transfert de chaleur par conduction caractérise tous les transferts de chaleur qui s'effectuent dans les parois séparant deux corps à des températures différentes. C'est le cas des surfaces d'échange des échangeurs de chaleur, mais c'est aussi celui des murs et vitrages d'un bâtiment, des cuves contenant des liquides chauds ou froids, des parois des fours, etc. [35].

IV.2.2 Convection

La convection est un mode de transfert de chaleur qui se produit uniquement au sein des milieux fluides. Elle apparaît lorsqu'un fluide, liquide ou gaz, est en mouvement et présente des inhomogénéités spatiales de température. La convection intervient en particulier dans les échanges thermiques entre une paroi et un fluide en mouvement. Alors que la conduction peut être considérée comme un transfert d'énergie par des mouvements microscopiques, la convection est un transport d'énergie dû à des mouvements macroscopiques.

On distingue deux formes de convection :

- convection libre.
- convection forcée.

La distinction se faisant sur l'origine du mouvement permettant le transfert d'énergie d'une région de l'espace à une autre.

Lorsque ce mouvement est dû à l'action simultanée des différences de température qui existent dans le milieu et d'un champ de forces massiques, on dit qu'il y a convection libre ou naturelle.

Lorsque le fluide est mis en mouvement par une pompe, un ventilateur ou tout autre moyen mécanique, on dit qu'il y a convection forcée [34].

Applications [35]

Les applications du transfert de chaleur par convection sont beaucoup trop nombreuses pour que l'on puisse envisager de les citer toutes. Elles interviennent chaque fois que l'on chauffe ou que l'on refroidit un liquide ou un gaz, qu'il s'agisse de faire bouillir de l'eau dans une casserole, du radiateur de chauffage central, du radiateur associé au moteur d'une voiture ou de l'échangeur dans un procédé, évaporateur ou condenseur.

La convection s'applique même si la surface d'échange n'est pas matérialisée par une paroi, ce qui est le cas des condenseurs par mélange ou des réfrigérant atmosphériques, voir des sècheurs à air chaud.

IV.2.3 Rayonnement

Le rayonnement est le mécanisme par lequel la chaleur se transmet d'un corps à haute température vers un autre à basse température, lorsque ces corps sont séparés dans l'espace ou même lorsqu'un vide existe entre eux [36].

Le transfert thermique s'effectue par des vibrations électromagnétiques qui se propagent en ligne droite sans aucun support de matière [35].

Applications [35]

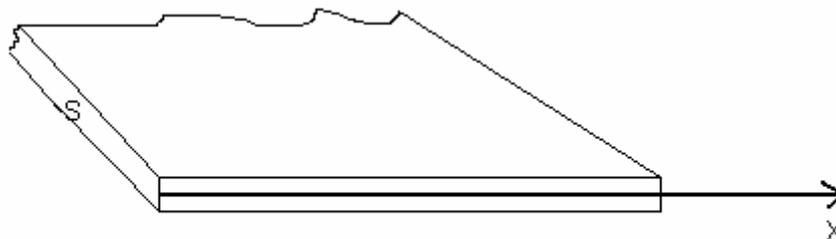
Les applications principales concernent :

- le séchage (papiers, cartons, textiles, etc.) ;
- la cuisson (teintures, apprêts, enductions...) ;
- le chauffage (avant formage de matériaux divers, traitements thermiques, soudage, chauffage de poste de travail...) ;
- les polymérisations (encres, revêtements, emballages...) ;
- la stérilisation (flacons pharmaceutiques, produits alimentaires divers...).

IV.3 Formulation des mécanismes de transfert de chaleur

IV.3.1 Conduction thermique

Considérons un solide homogène dans lequel règne un gradient de température suivant une direction x .



Si on désigne par S une portion de surface perpendiculaire à la direction x , la quantité de chaleur $d\Phi$ traversant la surface S pendant un temps dt est donnée par la loi de FOURIER [36] :

$$\frac{d\phi}{dt} = -\lambda S \frac{dT}{dx} \quad (16)$$

λ étant le coefficient de conductivité qui dépend du corps physique considéré ainsi que de la pression et de la température.

dT / dx le gradient de température au point x .

$d\Phi / dt$ est appelé flux thermique.

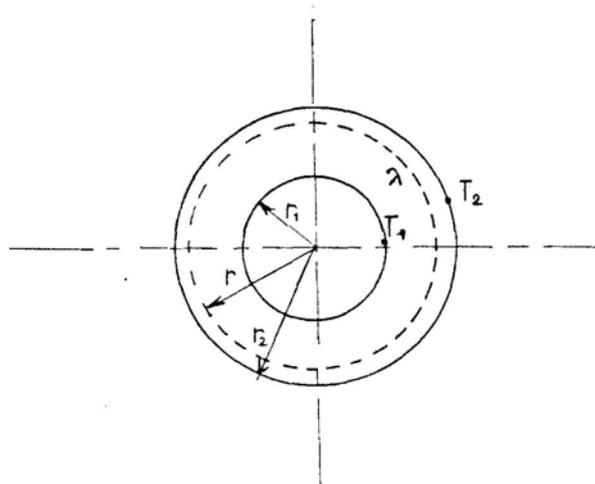
Le signe $-$ caractérise le fait que l'écoulement de chaleur s'effectue dans le sens des températures décroissantes, du chaud vers le froid.

En régime permanent, le flux est constant, l'équation (16) peut alors s'écrire :

$$\phi = -\lambda S \frac{dT}{dx} \quad (17)$$

Pour une géométrie cylindrique, la loi de FOURIER s'écrit :

$$\phi = -\lambda S \frac{dT}{dx} \quad (17')$$



Dans ce cas, le flux de chaleur est radial et est perpendiculaire à la surface cylindrique S , de rayon r et de longueur L .

Pour un cylindre creux, l'aire est une fonction du rayon et de la longueur :

$$S = 2\pi r L$$

Le flux de chaleur par conduction peut s'exprimer sous la forme :

$$\Phi = - 2 \pi \lambda r L \, dT / dr$$

En séparant les variables et en intégrant entre T_1 pour r_1 et T_2 pour r_2 , on obtient:

$$T_2 - T_1 = (\Phi / 2\pi\lambda L) \ln (r_1 / r_2)$$

Ainsi, pour une surface cylindrique, le flux thermique s'écrit de la façon suivante :

$$\phi = \frac{2\pi\lambda L(T_1 - T_2)}{\ln(r_2 / r_1)} \quad (18)$$

L'équation (18) montre que le flux de chaleur radial est proportionnel à la longueur L du cylindre, à la conductivité thermique λ , à la différence entre les températures des surfaces intérieure et extérieure ($T_1 - T_2$), et, inversement proportionnel au logarithme naturel du rapport des rayons extérieur et intérieur r_2 / r_1 . Elle peut s'écrire aussi :

$$\phi = \frac{\lambda(S_2 - S_1)}{\ln(S_2 / S_1)} \frac{T_1 - T_2}{e} \quad (18')$$

Avec:

$e = (r_2 - r_1)$ épaisseur du cylindre

S_1 surface intérieur

S_2 surface extérieur

Le **tableau 2** montre les différences auxquelles on peut s'attendre dans l'aptitude à conduire la chaleur de matières utilisées techniquement [37].

Tableau 2 : Conductivité calorifique λ .

Matière	λ (Kcal / m .h .°C)
Cuivre	300
Aluminium	200 – 170
Fer	50 – 30
Pierres naturelles	2.0 – 1.5
Béton dense	1.7 – 0.8
Béton poreux	0.7 – 0.3
Verre	0.70
Air	0.022
Laine de verre (T = 50° C)	0.037

IV.3.2 Convection thermique

Le flux thermique de chaleur transmis par convection entre une surface et un fluide peut être évalué par la relation :

$$\phi = hS\Delta T$$

(19)

Dans laquelle :

h: représente le coefficient d'échange de chaleur par convection.

S : l'aire de la surface de transmission de chaleur.

ΔT : la différence entre la température de la surface et celle du fluide loin de la surface.

La relation (19) a été établie par le savant anglais Isaac NEWTON [38].

IV.3.2.1 Détermination des coefficients d'échange de chaleur par convection naturelle

La détermination du flux thermique par convection nécessite la connaissance de la valeur du coefficient h . celui-ci dépend des conditions expérimentales et tout particulièrement :

- Des caractéristiques géométriques de la paroi (forme, rugosité).
- Des caractéristiques du fluide (masse volumique, viscosité, chaleur spécifique. Ces grandeurs sont dépendantes de la nature du fluide mais aussi de la température.
- De l'écoulement du fluide (vitesse, régime laminaire et turbulent).
- De la définition de la température extérieure (il s'agit souvent d'une température moyenne, quelquefois d'une température minimale ou maximale) [34].

LORENZ publia, pour la première fois, en 1881, une étude fondamentale sur les facteurs mis en jeu dans la convection naturelle.

Les résultats expérimentaux concernant ce mode de transmission de chaleur peuvent être traduits par une équation de la forme :

$$Nu = f(Gr) g(Pr)$$

Où f et g sont des fonctions et Nu , Gr et Pr des nombres adimensionnels [39].

Le **tableau 3** ci-dessus indique quelques sans dimension rencontrés tant en écoulement qu'en transferts thermiques [34].

Tableau 3 : Quelques nombres adimensionnels.

Nombre	Interprétation	Remarques
REYNOLDS $R = \rho u L / \mu$	Rapport des forces d'inertie aux forces de viscosité	
NUSSELT $Nu = hL / \lambda$	Rapport de la quantité de chaleur échangée par convection à une quantité de chaleur échangée par conduction	Plus Nu est grand plus la convection l'emporte sur la conduction
PRANDTL $Pr = \mu C_p / \lambda$	Rapport de la diffusivité matière à la diffusivité thermique	Caractérise la distribution des vitesses par rapport à la distribution de la température
GRASHOF $Gr = \beta g \rho^2 L^3 \Delta T / \mu^2$	Forces ascensionnelles multipliées par les forces d'inertie et divisées par les forces de viscosité à la puissance 2	Remplace le nombre de Reynolds en convection naturelle

Avec :

ρ : masse volumique du fluide considéré.

g : accélération de la pesanteur.

β : coefficient de dilatation thermique.

C_p : chaleur massique à pression constante.

μ : viscosité dynamique.

L : hauteur de la paroi verticale.

u : vitesse du fluide.

L'équation de LORENZ est de la forme :

$$Nu = c (Gr \cdot Pr)^n \quad (20)$$

c et n étant des constantes.

Pour des plaques verticales et des cylindres verticaux, McADAMS [39] recommande les équations suivantes :

En régime turbulent :
$$Nu = 0.13 (Gr \cdot Pr)^{1/3} \quad (21)$$

En régime laminaire : $Nu = 0.59 (Gr \cdot Pr)^{1/4}$ (22)

L'écoulement est laminaire jusqu'à une valeur du produit des nombres de Grashof et de Prandtl ($Gr \cdot Pr$) égale à 10^8 , et devient tout à fait turbulent pour un produit de ces nombres supérieur à 10^9 .

IV.3.3 Rayonnement thermique

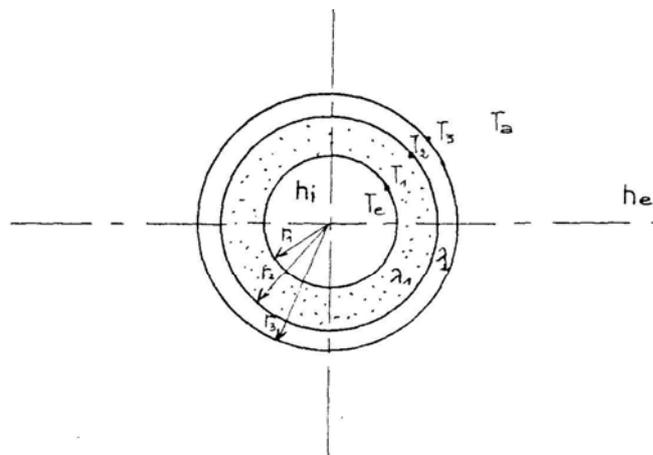
Considérons le cas de deux plans parallèles de même surface S , maintenus à des températures T_1 et T_2 et ayant respectivement pour émissivités E_1 et E_2 . La chaleur transmise par rayonnement est donnée par [38] :

$$\phi = \delta S \frac{T_1^4 - T_2^4}{1/E_1 - 1/E_2 - 1} \quad (23)$$

δ étant la constante de Stefan-Boltzman.

VI.4 Transmission de chaleur par conduction et convection pour des structures composites cylindriques

Considérons un cylindre de longueur L composé de deux couches de matériaux différents [38], dont les conductivités thermiques sont λ_1 et λ_2 respectivement :



En régime permanent, le flux de chaleur à travers chaque couche est le même.

Le flux de chaleur échangé par convection entre le fluide chaud et la surface intérieure s'écrit :

$$\Phi = 2 \pi r_1 L h_i (T_e - T_1) = (T_e - T_1) / R_1$$

Avec :

T_e : température du fluide intérieur.

T_1 : température de la paroi interne de la première couche.

T_2 : température de la paroi externe de la première couche.

T_3 : température de la paroi externe de la deuxième couche.

T_a : température ambiante.

R_1 : la résistance thermique relative au transfert de chaleur par convection de la surface interne.

L'échange de chaleur effectué par conduction à travers la paroi du cylindre intérieur s'écrit :

$$\Phi = 2 \pi \lambda_1 L (T_1 - T_2) / \ln (r_2 / r_1) = (T_1 - T_2) / R_2$$

Avec :

R_2 : la résistance thermique relative au transfert de chaleur par conduction à travers le cylindre intérieur.

Le même flux à travers le cylindre extérieur, s'écrit :

$$\Phi = 2 \pi \lambda_2 L (T_2 - T_3) / \ln (r_3 / r_2) = (T_2 - T_3) / R_3$$

Avec :

R_3 : la résistance thermique relative au transfert de chaleur par conduction à travers le cylindre extérieur.

La surface extérieure échange de la chaleur par convection avec le fluide froid :

$$\Phi = 2 \pi r_3 L h_e (T_3 - T_a) = (T_3 - T_a) / R_4$$

Avec :

R_4 : la résistance thermique relative au transfert de chaleur par convection de la surface externe.

Ainsi, le flux de chaleur traversant radialement deux cylindres concentriques, peut être écrit en fonction des résistances thermiques des différentes sections sous la forme :

$$\phi = \frac{T_e - T_1}{R_1} = \frac{T_1 - T_2}{R_2} = \frac{T_2 - T_3}{R_3} = \frac{T_3 - T_a}{R_4} \quad (24)$$

Après quelques transformations, l'équation (21) se réduit à :

$$T_e - T_a = \Phi (R_1 + R_2 + R_3 + R_4)$$

Le flux thermique traversant radialement deux cylindres concentriques s'écrit alors :

$$\phi = \frac{T_e - T_a}{\frac{1}{2\pi r_1 L h_1} + \frac{\ln(r_2 / r_1)}{2\pi \lambda_1} + \frac{\ln(r_3 / r_2)}{2\pi \lambda_2 L} + \frac{1}{2\pi r_3 L h_e}} \quad (25)$$

IV.5 Etude du calorifuge

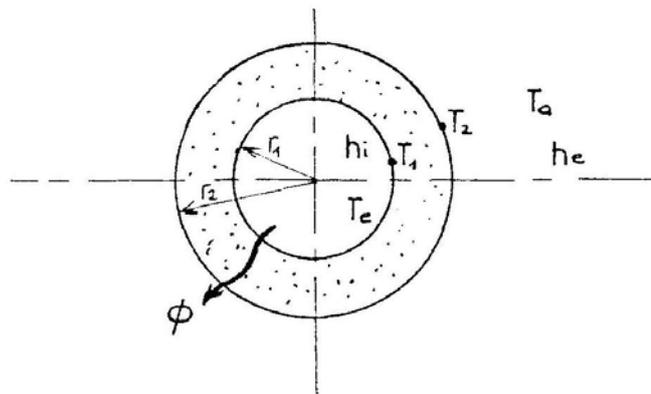
Le calorifuge a pour rôle de réduire les pertes thermiques, mais il arrive que l'addition d'une couche isolante à la surface extérieure d'une conduite ne réduit pas toujours le transfert de chaleur.

En effet, nous avons vu que le flux thermique s'écoulant radialement à travers un cylindre creux est inversement proportionnel au logarithme népérien du rayon extérieur, et que la quantité de chaleur dissipée de la surface extérieure est directement proportionnelle à ce rayon.

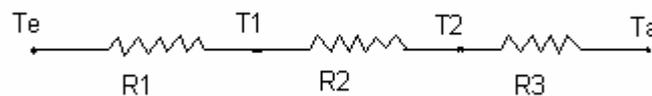
Ainsi un accroissement de ce dernier augmente la résistance thermique due à la conduction suivant une fonction logarithmique, et, en même temps, diminue linéairement, avec le rayon extérieur, la résistance thermique de la surface extérieure [36].

IV.5.1 Déperditions de la conduite avant isolation

Considérant une canalisation cylindrique non isolée de rayon intérieur r_1 , de rayon extérieur r_2 , de conductivité thermique λ_1 , dans laquelle circule un fluide à une température supposée uniforme T_e . le milieu ambiant est à la température T_a .



On appellera T_1 et T_2 les températures des parois intérieure et extérieure, h_i et h_e les coefficients d'échanges thermiques superficiels intérieur et extérieur supposés constants et indépendants des températures.



En tenant compte des équations (18) et (19), le flux thermique par mètre linéaire de conduite, traversant radialement cette conduite s'écrit :

$$\phi = \frac{T_e - T_a}{R} = 2\pi \frac{T_e - T_a}{\frac{1}{r_1 h_i} + \frac{\ln(r_2 / r_1)}{\lambda_1} + \frac{1}{r_2 h_e}}$$

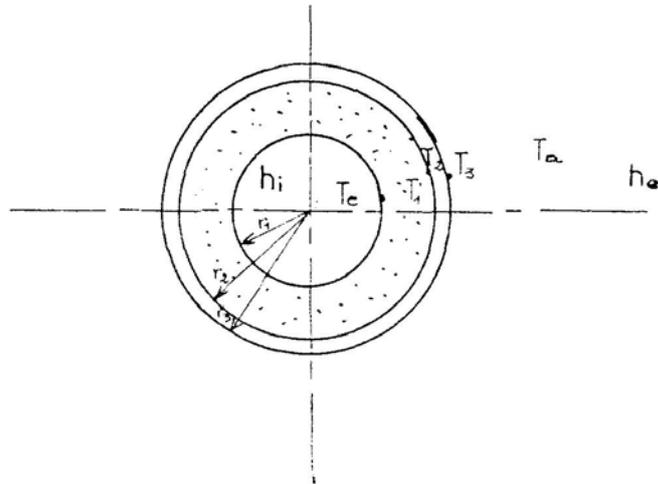
Avec :

R : la résistance totale interposée entre les surfaces de températures respectives T_e

Et T_a .

IV.5.2 Déperdition de la conduite après isolation [34]

Nous décidons d'isoler cette conduite à l'aide d'un matériau de conductivité thermique λ_2 disposé en une couche de rayon extérieur r_3 .



Le flux de chaleur traversant cette conduite est donné par l'équation (25) vue précédemment

$$\phi' = \frac{T_e - T_a}{\frac{1}{2\pi r_1 L h_i} + \frac{\ln(r_2 / r_1)}{2\pi \lambda_1} + \frac{\ln(r_3 / r_2)}{2\pi \lambda_2 L} + \frac{1}{2\pi r_3 L h_e}}$$

La résistance thermique, dans ce cas, s'écrit :

$$R' = \frac{1}{2} \pi \left[\frac{1}{r_1 h_i} + \frac{\ln(r_2 / r_1)}{\lambda_1} + \frac{\ln(r_3 / r_2)}{\lambda_2} + \frac{1}{r_3 h_e} \right]$$

IV.5.3 Etude économique

Pour mettre en évidence le rôle de l'isolant, le flux Φ' peut s'écrire :

$$\phi' = \frac{T_e - T_a}{R'} = \frac{T_e - T_a}{R + \Delta R}$$

ΔR correspond à l'augmentation de résistance thermique obtenue par l'adjonction de la coquille isolante :

$$\Delta R = \frac{1}{2} \pi \left(\frac{1}{r_3 h_e} - \frac{1}{r_2 h_e} + \frac{\ln(r_3 / r_2)}{\lambda_2} \right)$$

L'économie qui peut être réalisée par cette isolation est proportionnelle à la puissance économisée ($\Phi - \Phi'$).

$$\phi - \phi' = T_e - T_a \frac{\Delta R}{R(R + \Delta R)}$$

Pour déterminer le calorifuge, on étudie les variations de ΔR en fonction de r_3 . Sa dérivée par rapport à r_3 est :

$$\frac{d\Delta R}{dr_3} = \frac{1}{2} \pi \lambda_2 \left(\frac{-\lambda_2}{r_3^2 h_e} + \frac{1}{r_3} \right)$$

Elle peut s'annuler pour $r_3 = \frac{\lambda_2}{h_e}$, ce qui signifie que, pour cette valeur de r_3 , la courbe de variation de la résistance thermique en fonction de l'épaisseur de l'isolant passe par un minimum. Par conséquent, lorsqu'on commence à faire croître r_3 , la conduite se trouve bien isolée.

Physiquement, cela s'explique de la façon suivante : si r_3 augmente, l'épaisseur d'isolant augmente, mais aussi la surface d'échange extérieure, ce qui a tendance à diminuer l'effet de l'isolation.

IV.6 Caractéristiques de la vapeur d'eau

De fait de son usage répandu, dû principalement à la disponibilité de l'eau en grandes quantités, donc au prix de revient relativement peu élevé qui en résulte, les procédés de production de la vapeur ainsi que les propriétés physiques de celle-ci ont été extensivement étudiés ; c'est ainsi que des tables et des diagrammes donnant les paramètres essentiels de la vapeur d'eau ont été établis [40].

VI.6.1 Pression de vapeur saturante de l'eau

Considérons une certaine masse d'eau prise à une température de $T^{\circ}\text{C}$ ($T < T_s$) et à une pression P_s maintenue constante. En fournissant de la chaleur, la température de l'eau augmente graduellement jusqu'à une valeur T_s , appelée température de saturation où le liquide commence à se vaporiser. De ce fait, la pression P_s est appelée pression de vapeur saturante.

Dans le cas où P_s est la pression atmosphérique, l'eau à laquelle on amène de la chaleur commence à se vaporiser à 100°C . Si la vapeur est soumise à une pression supérieure ou inférieure, la température de vaporisation augmente ou diminue [41].

IV.6.2 Chaleur de vaporisation

Le phénomène de vaporisation à une pression déterminée est le résultat d'une double opération :

1. Echauffement de l'eau de $T^{\circ}\text{C}$ à la température T_s correspondant à celle où se produit la vaporisation sous la pression envisagée. La quantité de chaleur " q " nécessaire pour produire cette opération, est appelée "chaleur d'échauffement" de l'eau. C'est une chaleur sensible (car elle provoque l'augmentation de la température de l'eau rendue "sensible" par le thermomètre).

2. Vaporisation de l'eau à la température T_s correspondant à la pression envisagée, c'est-à-dire changement d'état physique de l'eau passant de l'état liquide à l'état vapeur. La quantité de chaleur " r " nécessaire pour produire cette vaporisation est appelée "chaleur de vaporisation". C'est une chaleur latente (car elle n'est pas mise en évidence par le thermomètre).

Il en résulte que la chaleur totale de vaporisation " Q " est la somme de la chaleur d'échauffement et de la chaleur latente de vaporisation :

$$Q = q + r \quad (26)$$

IV.6.2.1 Chaleur d'échauffement

Pour amener un gramme d'eau d'une température T_a à une température de saturation T_s , nous devons lui fournir une quantité de chaleur q donnée par la formule :

$$q = \int_{T_a}^{T_s} C_p dT \quad (27)$$

Avec :

C_p : la chaleur spécifique de l'eau à pression constante.

La chaleur spécifique C_p varie très peu avec la température de sorte que l'erreur commise est faible en considérant C_p constant.

L'intégration de l'équation (27) nous donne :

$$q = C_p (T_s - T_a) \quad (28)$$

IV.6.2.2 Chaleur latente de vaporisation

La chaleur latente de vaporisation est la chaleur à fournir à une masse de 1gramme de liquide pris à l'état (P_s, T_s) pour la transformer totalement en vapeur à la même pression P_s et à la même température T_s .

Elle est reliée à la température de saturation T_s comprise entre 0 et 200° C par la formule empirique suivante :

$$r = 597,5 - 0,592 T_s \quad (29)$$

r est la chaleur latente de vaporisation en Calories / grammes (Cal/g).

T_s étant exprimée en ° C.

Pendant toute la durée de vaporisation, la température reste constante et est la même aussi bien pour l'eau entrain de bouillir que pour la vapeur déjà séparée.

Une augmentation de l'apport de chaleur accélère la vaporisation mais n'élève pas la température. Lorsque toute l'eau est vaporisée, on a de la vapeur saturée d'ont le volume est bien au-dessous du volume de la masse d'eau qui la produit.

CHAPITRE V

CONCEPTION DE L'EXTRACTEUR

V.1 Introduction

La mise en œuvre de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau dans les montages de laboratoire pose un problème d'engorgement et d'écoulements libres des phases liquide et vapeur. En effet, les condensations, le long du lit de matière végétale, donnent naissance à un flux liquide descendant qui empêche l'écoulement de la vapeur ascendante.

Dans le but de contribuer à la résolution de ce problème, nous avons tenté de concevoir, de réaliser et de mettre en œuvre un dispositif dans lequel la vapeur n'est pas empêchée dans son ascension par les eaux de condensation.

V.2 Essais préliminaires pour la mise en évidence de l'engorgement

Nous avons commencé par mener des essais préliminaires sur une colonne d'extraction simple (**figure 6**) dans le but de mettre en évidence ce problème d'engorgement et de faire des constatations qui vont nous aider dans la conception de l'extracteur.

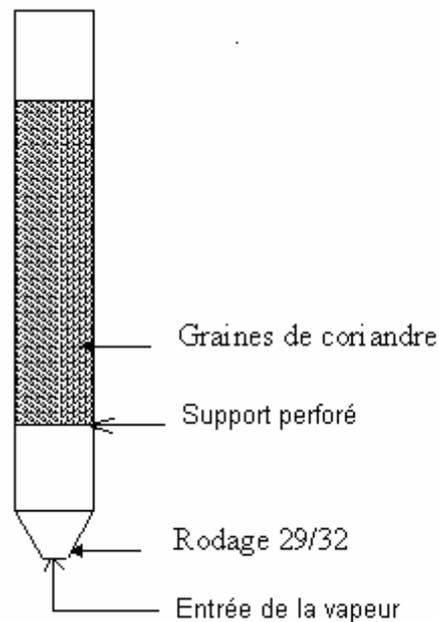


Figure 6: Colonne d'extraction classique

Constatations :

Les constatations suivantes ont été faites au cours de l'extraction :

- Durant la première heure d'extraction, la vapeur traverse le lit végétal sans aucune contrainte, tout le liquide condensé retourne dans le ballon chaudière.
- Après la première heure, nous constatons une accumulation du liquide en bas de colonne qui est empêché de retourner dans le ballon par les vapeurs ascendantes. Il est clair que, dans ces conditions, le procédé n'est pas de l'entraînement à la vapeur pur.

V.3 Conception et réalisation

Compte tenu des constatations faites lors des essais préliminaires, nous avons pensé qu'il serait intéressant d'injecter la vapeur à un niveau supérieur à celui du retour du liquide dans le ballon.

Nous avons conçu et réalisé un extracteur (**figure 7**), constitué d'une colonne en verre de 71mm de diamètre et de 283mm de hauteur, et une plaque perforée qui sert de support pour la matière végétale et de distributeur de vapeur.

Après l'avoir schématisé, nous l'avons réalisé au niveau de l'entreprise du verre ENAVA située à Thenia (50Km à l'Est d'Alger).

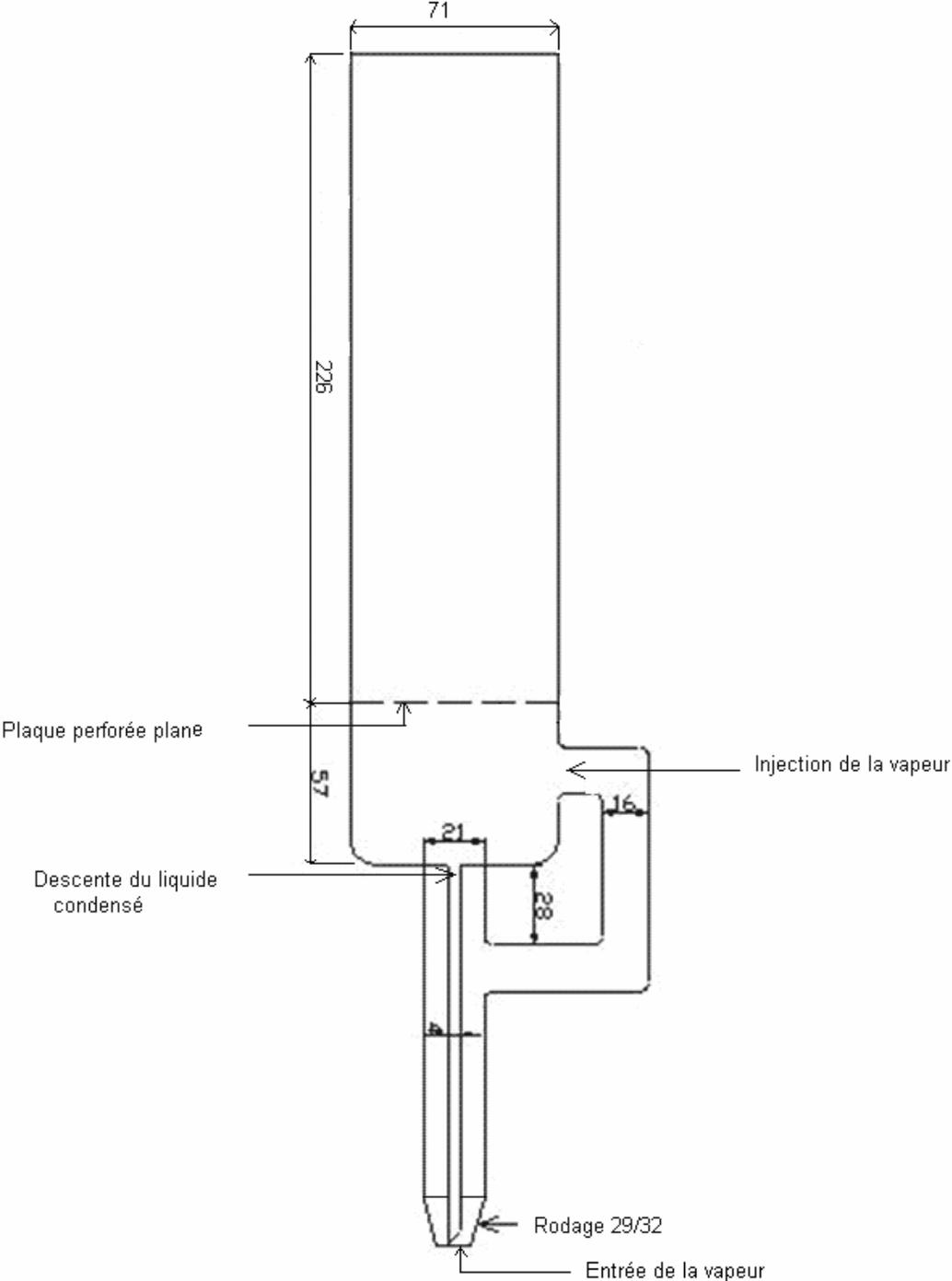


Figure 7 : Extracteur à plaque plane

V.4 Manipulations

Après avoir apporté cette première modification, nous avons effectué des manipulations d'entraînement à la vapeur d'eau pour vérifier son fonctionnement. Le schéma de principe est donné par la **figure 8**.

Avec ce dispositif où l'extracteur est muni d'une plaque perforée plane comme support de matière végétale et distributeur de vapeur, nous avons mené des essais sur une durée de trois heures.

Mode opératoire

Pour effectuer ces essais d'extraction des huiles essentielles, la matière végétale est introduite dans la colonne en lit fixe. La vapeur produite dans le ballon de chauffage traverse les graines de coriandre en entraînant avec elle les huiles essentielles. Chargée de ces dernières, elle passe dans le réfrigérant où elle est condensée. Le distillat est récupéré dans un flacon de recette. L'huile essentielle est ensuite séparée des eaux de distillation par extraction liquide-liquide au moyen de l'éther diéthylique.

Après évaporation de l'éther, la masse de l'huile essentielle est évaluée par pesée.

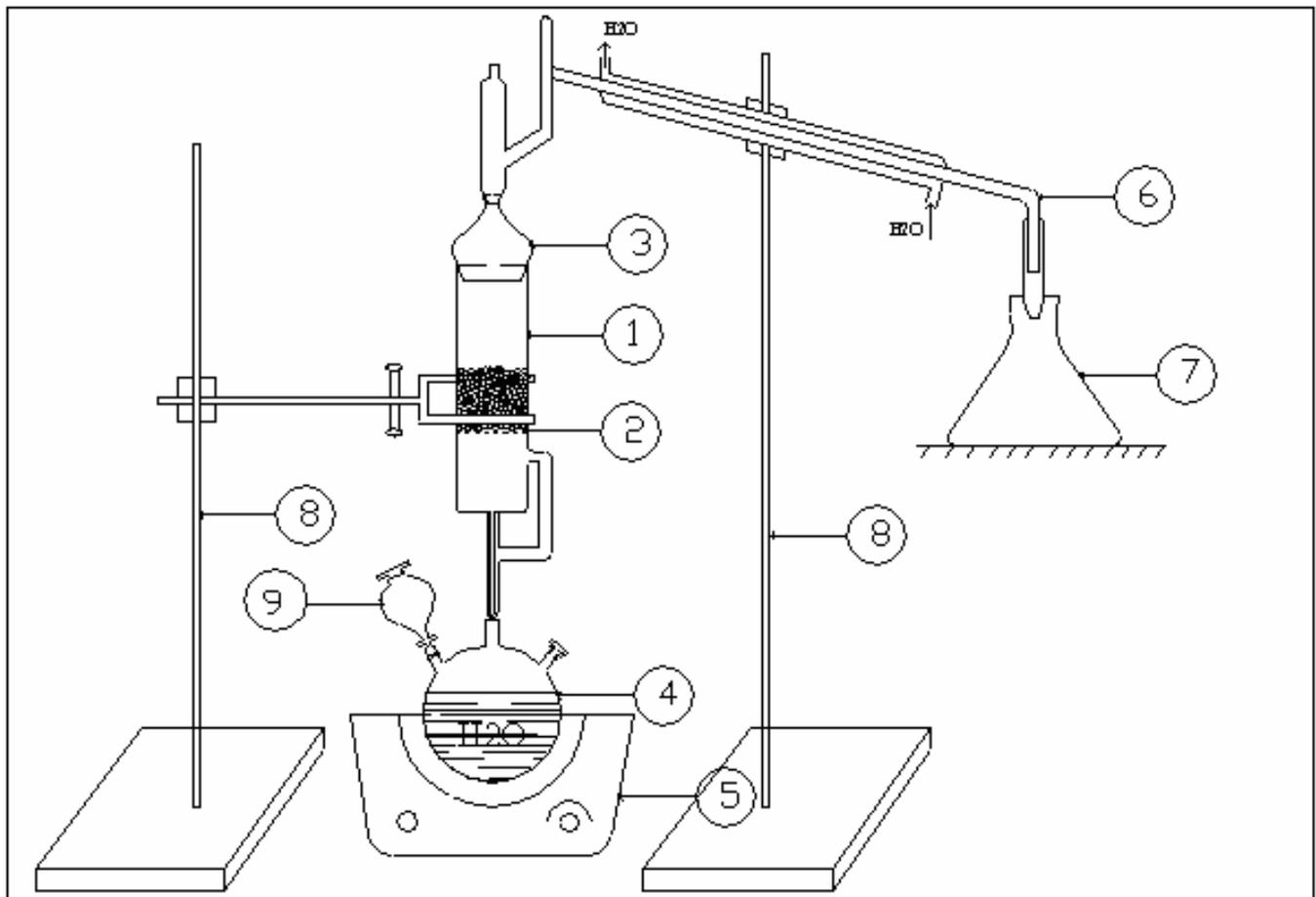


Figure 8 : Montage d'entraînement à la vapeur avec un extracteur à plaque plane

1. Extracteur contenant les graines de coriandre
2. Distributeur de vapeur
3. Réducteur.
4. Ballon contenant de l'eau ou source de vapeur.
5. Chauffage ou source de chaleur.
6. Réfrigérant ou condenseur des vapeurs.
7. Récipient de recette du distillat.
8. Support
9. Alimentation en eau du ballon de chauffage.

V.4.1 Observations

Durant la première heure d'extraction, les flux liquide descendant et vapeur ascendante circulent sans contraintes le long du lit de matière végétale. Après une heure de traitement, nous avons constaté une accumulation du liquide au dessus du distributeur de vapeur. Donc les modifications apportées n'ont pas résolu le problème d'engorgement.

La question qui se pose est pourquoi le phénomène d'engorgement n'apparaît pas au début de l'opération. En réalité le débit liquide est variable durant l'extraction ; au début de l'extraction ce n'est pas la totalité des eaux condensées le long du lit de matière végétale qui s'écoulent vers le ballon, mais une partie est absorbée par les graines, une fois ces dernières sont saturées en eau, la quasi-totalité des eaux de condensations retourne dans le ballon.

L'augmentation du débit liquide pour un débit vapeur donné est à l'origine du phénomène d'engorgement et par conséquent on assiste à une distillation mixte au lieu d'un entraînement à la vapeur.

V.4.2 Propositions

Ces observations nous ont conduit à envisager une deuxième modification de l'appareil.

En réalité, avec la plaque plane, la vapeur est introduite en dessous de la plaque, mais l'engorgement est apparu au dessus de la plaque. Ainsi nous avons pensé qu'une forme conique perforée comme support de la matière végétale et distributeur de vapeur, placée de telle sorte que le sommet du cône se trouve à un niveau inférieur par rapport au niveau d'introduction de la vapeur comme le montre le schéma de la **figure 9**, permettrait d'évacuer les eaux de condensation par gravité.

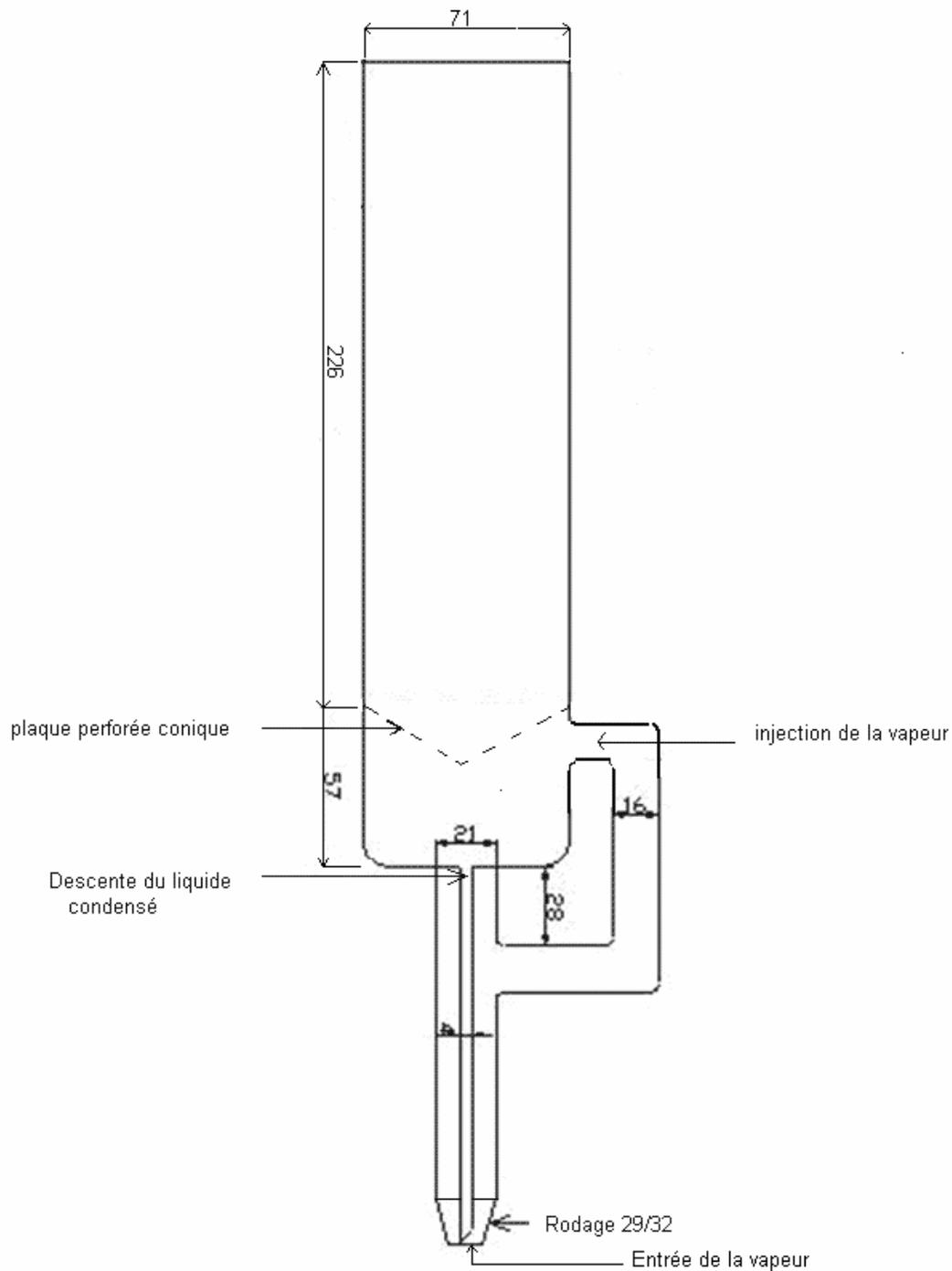


Figure 9 : Extracteur à plaque conique

Cette nouvelle plaque conique comporte environ une centaine d'orifice de 2mm de diamètre, ce qui représente un vide d'environ 8%.

Cette fraction de vide nous paraît faible, mais des contraintes de réalisation ne nous ont permis d'augmenter le nombre de trous dans le distributeur de vapeur.

Une série d'essais a permis d'apprécier l'efficacité de la modification apportée en effectuant en premier lieu des mesures de débit de distillat.

V.4.2.1 Calcul de nombre d'orifices

Avec cet extracteur, on cherche à éviter l'accumulation du liquide des condensations sur la plaque de distribution de vapeur, ou faciliter sa fuite à travers les trous de cette dernière. Elle est d'autant plus importante que le débit de vapeur est faible. On peut estimer les conditions pour que ce pleurage soit élevé en utilisant l'équation (15) :

$$h_o + h_\sigma \geq (h + h_{od}) \left[0,125 + 2,33 \left(\frac{S_o}{S} - 1 \right) \right] + 0,7, \text{ corrélation utilisée pour annuler le pleurage}$$

dans le cas de la distillation.

Donc on se met dans les conditions suivantes :

$$h_o + h_\sigma < (h + h_{od}) [0,125 + 2,33 (S_o/S - 0,1)] + 0,7$$

Avec:

h_o : perte de charge due à la circulation de l vapeur dans l'orifice en cm de liquide

h_σ : pression capillaire: la vapeur ne barbote pas dans le liquide, donc on peut la négliger.

$$h_{od} = 66,4 (L / L_d)^{2/3}$$

h_{od} : hauteur de liquide au dessus du déversoir : pas d'accumulation de liquide sur la plaque de distribution.

h : hauteur du barrage de sortie : négligeable.(on s'intéresse seulement à la vapeur).

D'où :

La condition peut se réduire à :

$$h_o < [0,125 + 2,33 (S_o/S - 0,1)] + 0,7$$

$$h_o < [0,125 + 2,33 (S_o/S - 0,1)] + 0,7$$

$$h_o < 0,125 + 2,33 [(4\pi d_o^2 / \pi D^2) - 0,1] + 0,7$$

D: diamètre de la colonne, $D = 71\text{mm} = 7,1\text{cm}$.

$$h_o < 0,18 d_o^2 + 0,59$$

Pour pouvoir estimer le nombre des trous, nous allons utiliser l'équation (11) de perte de charge dans les orifices : $\Delta P = [1 / (2K_0^2)] U_{g0}^2 \rho_g (1 - \text{Por}^2)$

On remarque bien que l'augmentation de nombre de trous joue en faveur de la diminution de perte de charge. Le diamètre aussi, mais nous sommes conditionnés par le diamètre des graines de coriandre qui varie entre 3 et 4mm. Pour pouvoir retenir ces graines sur la plaque de distribution de vapeur, nous avons fixé les perforations à 2mm.

On aura donc: $[1/(2K_0^2)] U_{g0}^2 \rho_g (1-\text{Por}^2) < 0,18 d_0^2 + 0,59$

Avec:

$$K_0 = [880,6 - 67,7 (d_0/e) + 7,32 (d_0/e)^2 - 0,338 (d_0/e)^3] / 10^3,$$

$$d_0 = 2\text{mm} = 0,2\text{cm},$$

$$U_{g0} = 4U_g / \pi d_0^2,$$

$$U_g = 3\text{ml} / \text{mn} = 0,05 \text{ cm}^3/\text{s},$$

$$\text{Por} = N_0 S_0 / S = N_0 d_0^2 / D^2$$

N_0 : nombre des trous.

$$\rho_g = 0,578 \text{ g/cm}^3,$$

$$e = 1\text{mm}.$$

Ce qui donne:

$$N_0 > 685 \text{ trous.}$$

Soit un taux de vide d'environ 50% qui est nettement supérieur à 8% dans le cas de notre réalisation.

Un bon fonctionnement de l'extracteur (circulation libre des débits vapeur et liquide) peut être assuré en minimisant les pertes de charge qui sont proportionnelles au débit vapeur et inversement proportionnelles au nombre des trous et à leur diamètre. Un compromis est toujours à rechercher parmi ces paramètres.

CHAPITRE VI

ÉCOULEMENT DE LA VAPEUR DANS L'EXTRACTEUR

VI.1 Le débit de vapeur

L'engorgement dans la colonne est fonction des débits de vapeur et de liquide qui dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau ne sont pas indépendants. En effet, la quantité de vapeur produite est accessible et contrôlable expérimentalement ; alors que le débit liquide est fonction du débit vapeur et de conditions de travail (température ambiante et surface d'échange de chaleur).

VI.1.1 Influence de la hauteur du lit de la matière végétale

Afin d'évaluer l'influence de la hauteur du lit de matière végétale sur le débit de distillat, nous nous sommes proposés d'effectuer des essais avec l'extracteur rempli de graines, soit une masse de substrat végétal de 130 grammes et à moitié rempli avec une masse de graines de 65 grammes et ce pour différentes puissances de chauffe et une température ambiante de 22° C.

Dans le **tableau 4**, nous consignons les différentes observations et valeurs de débit de distillat.

Tableau 4 : Les différentes observations et valeurs de débit de distillat à 22° C avant le revêtement de la colonne.

Puissance de chauffe	m = 65g		m = 130g	
	Observations	Débit (ml/mn)	Observations	Débit (ml/mn)
1/4 de la puissance maximale	Pas de vapeur	0	Pas de vapeur	0
1/2 de la puissance maximale	Pas de vapeur	0	Pas de vapeur	0
3/4 de la puissance maximale	Circulation normale des flux vapeur et liquide (pas d'engorgement)	1.52	Circulation normale des flux vapeur et liquide (pas d'engorgement)	1.37
Puissance maximale	Accumulation graduelle du liquide en bas de la colonne (il y a engorgement)	5.14	Accumulation graduelle du liquide en bas de la colonne (il y a engorgement)	4.95

A la lumière des résultats obtenus, nous pouvons dire que la hauteur du lit de matière végétale n'a pratiquement aucune influence sur le débit de distillat.

VI.1.2 Influence de la température ambiante sur le débit de distillat

Comme la température extérieure influence considérablement la condensation des vapeurs et par conséquent le débit liquide, nous avons réalisé deux essais dans les mêmes conditions à des périodes différentes où la température extérieure était de 22° C dans le premier cas et 7° C dans le second cas. Pour chaque essai nous avons utilisé 130grammes de graines et différentes puissances de chauffe.

Tableau 5 : Comparaison des deux essais d'entraînement à la vapeur d'eau à deux températures extérieures différentes.

Puissance de chauffe	T _{ext} = 22° C		T _{ext} = 7° C	
	Observations	Débit (ml/mn)	Observations	Débit (ml/mn)
1/4 de la puissance maximale	Pas de vapeur	0	Pas de vapeur	0
1/2 de la puissance maximale	Pas de vapeur	0	Pas de vapeur	0
3/4 de la puissance maximale	Circulation normale des flux vapeur et liquide (pas d'engorgement)	1.37	Toute la vapeur se condense au niveau de la colonne (pas de distillat)	0
Puissance maximale	Accumulation graduelle du liquide en bas de la colonne (il y a engorgement)	4.95	Toute la vapeur se condense au niveau de la colonne (pas de distillat)	0

Ces résultats montrent que la variation de la température ambiante influence considérablement les conditions de fonctionnement de l'extracteur. Etant donné que ce paramètre n'est pas contrôlable et dans un souci de reproductibilité des conditions opératoires,

nous nous sommes proposés d'isoler thermiquement l'extracteur en utilisant un revêtement de sa surface extérieure en laine de verre de 2cm d'épaisseur.

VI.1.3 Influence du calorifugeage

VI.1.3.1 Perte de la colonne avant isolation

En régime permanent, le flux de chaleur échangé par convection à l'intérieur de la colonne est le même que celui traversant sa paroi et aussi égale à celui perdu à travers la surface extérieur de la colonne.

La paroi interne de la colonne d'extraction étant en contact direct avec la vapeur d'eau, l'échange de chaleur s'effectue donc par convection.

Le flux de chaleur Φ_1 échangé par convection s'écrit (19) :

$$\Phi_1 = h_i S_i (T_e - T_1)$$

Avec :

h_i : coefficient de transfert de chaleur par convection entre l'air et la surface extérieur de la colonne.

S_i : surface interne de la transmission de chaleur.

T_e : température de la vapeur dans la colonne.

T_1 : température de la paroi interne de la colonne.

Le coefficient de transfert de chaleur par convection dans la vapeur h_i peut être obtenu en utilisant les corrélations vues dans les généralités sur le transfert de chaleur.

A la température $T_e = 100^\circ \text{C}$, les tables donnent les propriétés physiques de la vapeur d'eau suivantes [36] :

$$\rho_i = 0,6 \text{ Kg} / \text{m}^3.$$

$$\mu_i = 13,2 \cdot 10^{-6} \text{ N} \cdot \text{S} / \text{m}^2.$$

$$\beta_i = 7,49 \cdot 10^{-4} \text{ 1/K}.$$

$$\lambda_i = 0,025 \text{ W} / \text{m.K}.$$

$$C_{p_i} = 0,447 \text{ Kcal} / \text{Kg} \cdot ^\circ \text{C}.$$

Ces valeurs nous permettent de calculer les nombres de Grashof et Prandtl :

$$Gr = L_p^3 \rho_i^2 g \beta_i (T_i - T_1) / \mu_i^2$$

Avec :

$$L_p = 226 \text{ mm (hauteur maximale du lit.)}$$

$$T_i = 100^\circ \text{ C.}$$

T_1 : inconnue.

$$Gr = (226 \cdot 10^{-3} \times 0,6^2)^3 \times 9,81 \times 7,49 \cdot 10^{-4} (T_e - T_1) / (13,2 \cdot 10^{-6})^2$$

$$Gr = 2,15 \cdot 10^6 (T_e - T_1)$$

$$Pr = \mu_i C_{p_i} / \lambda_i$$

$$Pr = 13,2 \cdot 10^{-6} \times 0,447 \cdot 10^3 \times 4,18 / 0,025$$

$$Pr = 0,99$$

D'où :

$$Gr \cdot Pr = 2,15 \cdot 10^6 (T_e - T_1) \times 0,99$$

$$\mathbf{Gr \cdot Pr = 2,13 \cdot 10^6 (T_e - T_1)}$$

Comme le produit (**Gr . Pr**) est inférieur à 10^8 et que le corps de la colonne est cylindrique, nous appliquons la relation (22) :

$$Nu = 0,59 (Gr \cdot Pr)^{1/4}$$

$$N = h_i L_p / \lambda_i$$

D'où :

$$h_i = (\lambda_i / L_p) \cdot 0,59 (Gr \cdot Pr)^{1/4}$$

$$h_i = (0,025 / 226 \cdot 10^{-3}) \cdot 0,59 \cdot [2,13 \cdot 10^6 (T_e - T_1)]^{1/4}$$

$$\mathbf{h_i = 2,49 (T_e - T_1)^{1/4}}$$

Donc, le flux de chaleur échangé s'écrit:

$$\Phi_1 = 2,49 S_i (T_e - T_1)^{5/4}$$

Avec :

$$S = 2 \pi r_1 L_p$$

$$S = 2 \pi \times 35,5 \cdot 10^{-3} \times 226 \cdot 10^{-3}$$

$$S = 504 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$$

D'où :

$$\Phi_1 = 2,49 \times 504 \cdot 10^{-4} (T_e - T_1)^{5/4}$$

$$\Phi_1 = 0,13 (T_e - T_1)^{5/4}$$

Le flux de chaleur Φ_2 échangé par conduction à travers la paroi de la colonne, est donné par la formule (18) :

$$\Phi_2 = 2 \pi \lambda_1 L_p (T_1 - T_2) / \ln (r_2 / r_1)$$

Avec :

λ_1 : conductivité thermique de la paroi en verre, égale à 0,81 W / m.K.

r_2 : rayon externe de la colonne, égal à 36,5mm.

r_1 : rayon interne de la colonne, égal à 35,5mm.

La température T_2 n'est pas connue.

D'où :

$$\Phi_2 = 2 \pi \times 0,81 \times 226 \cdot 10^{-3} (T_1 - T_2) / \ln (36,5/35,5)$$

$$\Phi_2 = 41,40 (T_1 - T_2)$$

La face externe de la colonne étant exposée à l'air, l'échange de chaleur s'effectue donc par convection et par rayonnement.

Le flux de chaleur Φ_3 échangé par convection s'écrit :

$$\Phi_3 = h_e S_e (T_2 - T_a)$$

Avec :

h_e : coefficient de transfert de chaleur par convection entre l'air et la surface extérieure de la colonne.

S_e : surface extérieure de la transmission de chaleur.

T_2 : température de la paroi extérieure.

T_a : température ambiante.

Le coefficient de transfert de chaleur par convection dans le fluide extérieur (air) h peut être obtenu en utilisant les corrélations vues dans les généralités sur le transfert de chaleur.

A la température ambiante $T_a = 7^\circ \text{C}$, les tables donnent les propriétés physiques de l'air suivantes [36] :

$$\rho_a = 1,261 \text{ Kg} / \text{m}^3.$$

$$\mu_a = 17,65 \cdot 10^{-6} \text{ N} \cdot \text{s} / \text{m}^2.$$

$$\beta_a = 3,4 \cdot 10^{-3} \text{ 1/K}.$$

$$\lambda_a = 0,025 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}.$$

$$C_{p_a} = 0,240 \text{ Kcal} / \text{Kg} \cdot ^\circ \text{C}.$$

Ces valeurs nous permettent de calculer les nombres de Grashof et Prandtl :

$$\text{Gr} = L_p^3 \rho_a^2 g \beta_a (T_2 - T_a) / \mu_a$$

$$\text{Gr} = (226 \cdot 10^{-3})^3 \times 1,261^2 \times 9,81 \times 3,4 \cdot 10^{-3} (T_2 - T_a) / (17,65 \cdot 10^{-6})^2$$

$$\text{Gr} = 3,2 \cdot 10^6 (T_2 - T_a)$$

$$\text{Pr} = \mu_a C_p / \lambda_a$$

$$\text{Pr} = 17,65 \cdot 10^{-6} \times 0,240 \cdot 10^3 \times 4,18 / 0,025$$

$$\text{Pr} = 0,71$$

D'où :

$$\text{Gr} \cdot \text{Pr} = 3,2 \cdot 10^6 (T_2 - T_a) \times 0,71$$

$$\mathbf{Gr \cdot Pr} = 2,27 \cdot 10^6 (T_2 - T_a)$$

Comme le produit (**Gr . Pr**) est inférieur à 10^9 et que le corps de la colonne est cylindrique, nous appliquons la relation (22) :

$$\text{Nu} = 0,59 (\text{Gr} \cdot \text{Pr})^{1/4}$$

$$N = h_e L_p / \lambda_a$$

D'où :

$$h_e = (\lambda_a / L_p) \cdot 0,59 (\text{Gr} \cdot \text{Pr})^{1/4}$$

D'où :

$$h_e = (\lambda_a / L_p) \cdot 0,59 (\text{Gr} \cdot \text{Pr})^{1/4}$$

$$h_e = (0,025 / 226 \cdot 10^{-3}) \cdot 0,59 \cdot (2,27 \cdot 10^6 (T_2 - T_a))^{1/4}$$

$$h_e = 2,53 (T_2 - T_a)^{1/4}$$

Donc, le flux perdu à travers la surface externe de la colonne est:

$$\Phi_3 = h_a S_e (T_2 - T_a)$$

$$\Phi_3 = 2,53 \cdot S_e (T_2 - T_a)^{5/4}$$

Avec :

$$S = 2 \pi r_2 L_p$$

$$S = 2 \pi \times 36,5 \cdot 10^{-3} \times 226 \cdot 10^{-3}$$

$$S = 518 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$$

On aura:

$$\Phi_3 = 2,53 \times 518 \cdot 10^{-4} (T_2 - T_a)^{5/4}$$

$$\Phi_3 = 0,13 (T_2 - T_a)^{5/4}$$

Calcul de flux

Nous avons le système d'équation suivant :

$$\Phi_1 = 0,13 (T_e - T_1)^{5/4}$$

$$\Phi_2 = 41,40 (T_1 - T_2)$$

$$\Phi_3 = 0,13 (T_2 - T_a)^{5/4}$$

En régime permanent, le flux de chaleur à travers chaque couche est le même ($\Phi_1 = \Phi_2 = \Phi_3$).

Après la résolution de ce système, avec $T_e = 100^\circ \text{C}$ et $T_a = 7^\circ \text{C}$, on trouve :

$$T_2 = 53^\circ \text{C}.$$

$$T_1 = 53,4^\circ \text{C}.$$

$$\Phi = \Phi_1 = \Phi_2 = \Phi_3 = 15,5 \text{ W} = 3,7 \text{ cal/s}$$

IV.1.3.2 Perte de la colonne après isolation

Le flux de chaleur Φ_3' à travers le calorifuge entourant la colonne cylindrique, s'écrit :

$$\Phi_3' = 2 \pi \lambda_c L_p (T_2' - T_3') / \ln(r_3/r_2)$$

Avec :

λ_c : la conductivité thermique du calorifuge (Laine du verre), elle est de 0.043 W/m.K à 50° C.

L_p : la longueur du calorifuge.

T_2' : la température interne du calorifuge.

T_3' : la température externe du calorifuge.

r_2 : le rayon interne du calorifuge, égal au rayon de la colonne r_p .

r_3 : le rayon externe du calorifuge, égal à $r_1 + e$.

e : l'épaisseur du calorifuge, égale à 20 mm.

D'où :

$$\Phi_3' = 2 \pi 0.043 \times 226.10^{-3} (T_2' - T_3') / \ln(55,5/35,5)$$

$$\Phi_3' = 0,13 (T_2' - T_3')$$

Le flux échangé par convection à l'intérieure de la colonne est :

$$\Phi_1' = 0,13 (T_e - T_1')^{5/4}$$

Le flux échangé par conduction à travers la colonne est :

$$\Phi_2' = 41,40 (T_1' - T_2')$$

Le flux échangé par convection à l'extérieur du calorifuge est :

$$\Phi_4' = 0,20 (T_3' - T_a)^{5/4}$$

Calcul de flux

Nous avons le système d'équation suivant :

$$\Phi_1' = 0,13 (T_e - T_1')^{5/4}$$

$$\Phi_2' = 41,40 (T_1' - T_2')$$

$$\Phi_3' = 0,13 (T_2' - T_3')$$

$$\Phi_4' = 0,20 (T_3' - T_a)^{5/4}$$

En régime permanent, le flux de chaleur à travers chaque couche est le même ($\Phi_1' = \Phi_2' = \Phi_3' = \Phi_4'$).

Après la résolution de ce système, avec $T_e = 100^\circ \text{C}$ et $T_a = 7^\circ \text{C}$, on trouve :

$$T_3' = 23,5^\circ \text{C}.$$

$$T_2' = 74,7^\circ \text{C}.$$

$$T_1' = 74,86^\circ \text{C}.$$

$$\Phi' = \Phi_1' = \Phi_2' = \Phi_3' = \Phi_4' = 6,65 \text{ W} = 1,59 \text{ cal/s}$$

La puissance économisée par cette isolation est :

$$\Phi - \Phi' = 15,5 - 6,65$$

$$\Phi - \Phi' = 8,85 \text{ W} = 2,12 \text{ cal/s} \text{ ou } 43\%.$$

Dans le tableau suivant nous avons porté les résultats des essais réalisés avec des masses de 130grammes et 65grammes ; une température extérieure de 7°C avec et sans calorifugeage.

Tableau 6 : Les constatations faites avec et sans calorifugeage.

Puissance de Chauffe	Constatations sans calorifugeage		Constatations avec calorifugeage	
	m = 65g	m = 130g	m = 65g	m = 130g
1/4 de la puissance maximale	Pas de vapeur	Pas de vapeur	Pas de vapeur	Pas de vapeur
1/2 de la puissance maximale	Pas de vapeur	Pas de vapeur	Pas de vapeur	Pas de vapeur
3/4 de la puissance maximale	Pas de distillat	Pas de distillat	Circulation normale des flux vapeur et liquide (pas d'engorgement) Débit = 0.97 ml/mn	Circulation normale des flux vapeur et liquide (pas d'engorgement) Débit = 0.89 ml/mn
Puissance maximale	Pas de distillat	Pas de distillat	Accumulation graduelle du liquide en bas de la colonne (c'est l'engorgement)	Accumulation graduelle du liquide en bas de la colonne (c'est l'engorgement)

VI.2 Evaluation des débits liquide et vapeur

Afin de déterminer la fraction de vapeur qui se condense dans l'extracteur pour une puissance de chauffe optimale à savoir 3/4 de puissance maximale, nous avons effectué les mesures de débits de distillat dans les cas suivant :

- Le ballon est relié directement au réfrigérant : le débit mesuré est assimilé à la quantité totale de vapeur produite.
- Le ballon est relié à l'extracteur qui lui est relié au réfrigérant; ce qui permet de mesurer la quantité de vapeur ayant traversé l'extracteur vide.
- L'essai est identique au précédent sauf que l'extracteur contient 65grammes de graines ; ce qui permet de mesurer le débit de vapeur ayant traversé l'extracteur contenant le substrat végétal.

Les résultats obtenus sont reportés dans le **tableau 7** :

Tableau 7 : Débits de vapeur.

Montage	Débit du distillat (ml/mn)	Débit moyen du distillat (ml/mn)	Flux de chaleur corespondant (cal /s)
Ballon d'eau + Réfrigérant (la vapeur produite)	2.98 3.04 3.08	3.03	26,90
Ballon d'eau + Extracteur + Réfrigérant	0.99 1.02 1.04	1.02	9,15
Ballon d'eau + Extracteur + Réfrigérant + m (65g)	0.86 1.00 1.04	0.97	8,70

Exemple de calcul de la capacité calorifique

Pour un débit du distillat (eau liquide) de 3,03 ml /mn, la relation (29) donne

$$r = 597,5 - 0,592 T_s$$

$$r = [597,5 - 0,592 \times 100]3,03/60$$

$$r = 26,9 \text{ cal/s}$$

Les résultats obtenus par expériences montrent que seulement 1/3 de la vapeur produite arrive à traverser l'extracteur, et que le lit de matière végétale n'a pratiquement pas d'influence sur le débit de vapeur.

La vapeur condensée (2/3 de la vapeur produite) doit être accompagnée par un dégagement de 17,93 cal/s. En faisant le calcul, la chaleur perdue à travers la partie de la colonne calorifugée est $\Phi' = 1,59 \text{ cal/s}$.

Donc, une grande quantité de chaleur est perdue avant la rentrée dans le lit de la matière végétale, à travers les parois non calorifugées est aussi favorisée par les pertes de charges.

Il semblerait, que la plus grande perte de charge dans notre cas se situe au niveau du distributeur et qu'elle est négligeable le long de la colonne d'extraction

A notre avis, les condensations sont importantes et qu'il serait intéressant d'envisager des solutions pour réduire les condensations comme le calorifugeage de toute la colonne et l'utilisation d'un ruban chauffant entre l'extracteur et le calorifugeage, avec l'augmentation de nombre de perforation dans la plaque de distribution..

CHAPITRE VII

MISE EN ŒUVRE DE
L'EXTRACTEUR

VII.1 Introduction

Après la conception et la réalisation de l'extracteur à plaque conique, on va essayer dans cette partie du travail de le mettre en œuvre en effectuant des extractions par entraînement à la vapeur d'eau et par hydrodiffusion.

VII.2 Entraînement à la vapeur d'eau

VII.2.1 mode opératoire

L'appareillage utilisé pour extraire l'huile essentielle des graines de coriandre par entraînement à la vapeur d'eau en utilisant le nouvel extracteur, est présenté par la **figure 10**.

Le débit du vapeur est régulé en maintenant l'intensité du chauffage à 3/4 de maximal, de telle façon à assurer un entraînement à la vapeur d'eau sans engorgement dans la colonne d'extraction.

Le montage est constitué d'un ballon à trois cols, d'une capacité de deux litres, rempli à 2/3 d'eau bouillante et surmonté de l'extracteur contenant la matière végétale. La vapeur d'eau se dégageant du ballon, traverse ainsi les graines de coriandre et entraîne les constituants de l'huile essentielle qui sont condensées dans le réfrigérant, puis recueillies dans un flacon de recette.

L'huile est ensuite séparée du distillat par extraction à l'éther diéthylique et pesée après évaporation du solvant à température ambiante.

Cette façon d'opérer nous a permis de suivre l'évolution de la quantité d'huile essentielle extraite en fonction de la durée de traitement de la matière végétale.

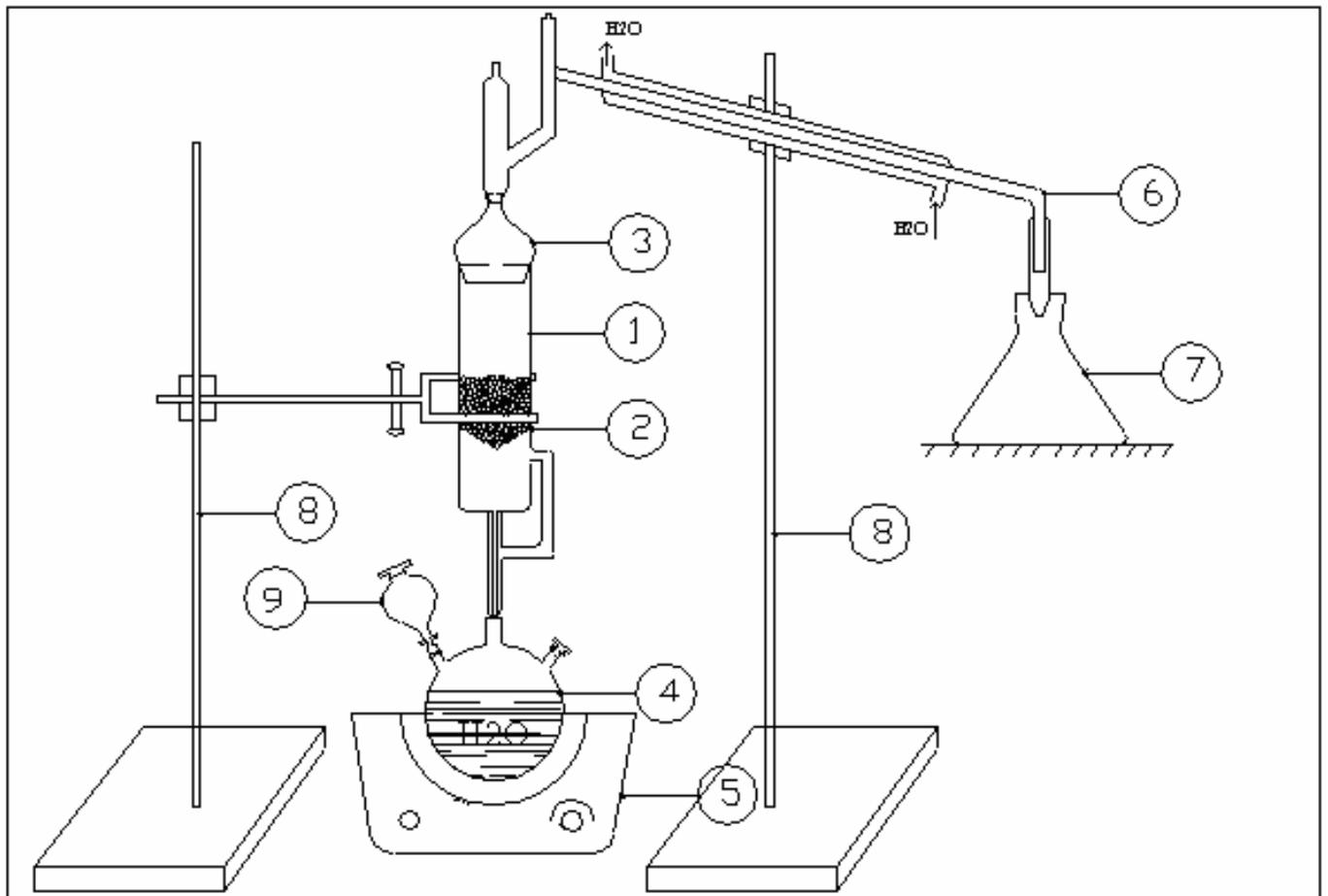


Figure 10: Schéma du dispositif expérimental de l'entraînement à la vapeur d'eau en utilisant l'extracteur à plaque conique

1. Extracteur contenant les graines de coriandre
2. Distributeur de vapeur (plaque conique)
3. Réducteur.
4. Ballon contenant de l'eau ou source de vapeur.
5. Chauffage ou source de chaleur.
6. Réfrigérant ou condenseur des vapeurs.
7. Récipient de recette du distillat.
8. Support
9. Alimentation en eau du ballon de chauffage.

VII.2.2 Résultats et discussions

VII.2.2.1 Le rendement en huile essentielle

Le rendement est défini comme le rapport de la masse d'huile essentielle récupérée et de la masse de matière végétale utilisée.

$$R_{HE}(\%) = \frac{m_{HE}}{m_{MV}} \times 100$$

Où :

m_{MV} représente la masse de matière végétale et m_{HE} la masse d'huile essentielle récupérée.

Les résultats obtenus pour des masses de 65 et 130g de matière végétale sont donnés dans le **tableau 8**.

Tableau 8 : Rendement en huile essentielle pour des masses de graines de 65 et 130grammes.

t (mn)	R _{HE} (%) pour m = 130g				R _{HE} (%) pour m = 65		
	Ess1	Ess2	Ess3	Moy	Ess1	Ess2	Moy
0	0,00	0,00	0,00	0	0,00	0,00	0
5	0,01	0,00	0,01	0,007	0,00	0,02	0,01
10	0,01	0,01	0,02	0,013	0,01	0,04	0,025
15	0,01	0,02	0,02	0,017	0,01	0,05	0,03
30	0,02	0,02	0,03	0,023	0,04	0,06	0,05
45	0,03	0,04	0,04	0,037	0,06	0,07	0,065
60	0,05	0,06	0,06	0,057	0,08	0,09	0,085
90	0,07	0,07	0,07	0,07	0,11	0,11	0,11
120	0,08	0,10	0,08	0,087	0,14	0,13	0,135
180	0,11	0,11	0,11	0,11	0,18	0,16	0,17
240	0,12	0,13	0,13	0,127	0,20	0,20	0,2
300	0,13	0,13	0,13	0,13	0,21	0,23	0,22
360	0,14	0,14	0,14	0,14	0,23	0,25	0,24

Les essais répétitifs ont été réalisés et ont permis d'estimer l'erreur expérimentale. Celle-ci a été assimilée à l'écart maximal entre les rendements obtenus lors des différents essais et évaluée à 8%.

Nous avons tracé sur les graphes de la **figure 11**, les moyennes de l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'extraction pour les deux masses utilisées.

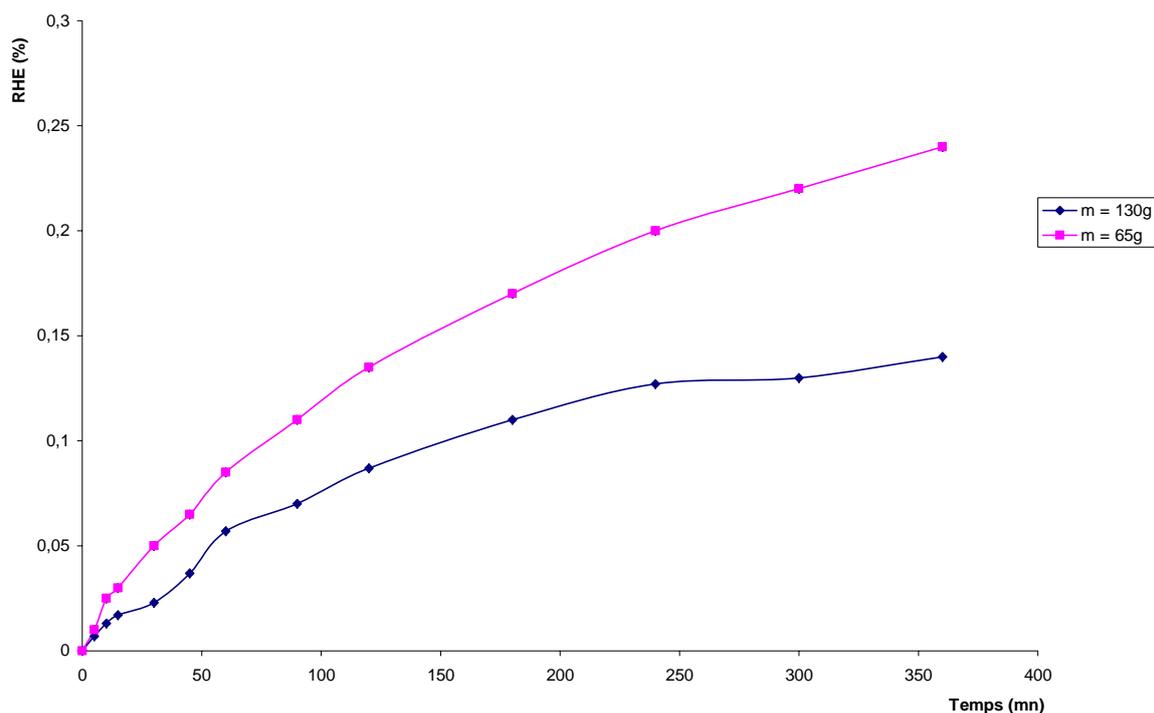


Figure 11 : Evolution du rendement en HE en fonction de la durée d'extraction.

Nous constatons que le rendement est nettement plus élevé lorsque nous traitons une masse de 65grammes (extracteur à moitié rempli) que lorsque nous traitons une masse de 130grammes de matière végétale (extracteur rempli). Cette différence serait due à notre avis au fait que dans les deux cas nous avons la même quantité de vapeur qui traverse le lit de matière végétale, mais en terme de débit spécifique (quantité de vapeur par unité de temps et unité de matière végétale), il passe du simple au double entre les masses de 130g et 65g respectivement.

Ce résultat nous laisse penser que la quantité de vapeur produite est relativement faible et influence considérablement le rendement en huile essentielle.

Etant donné que six heures d'extraction n'ont pas suffi pour épuiser le substrat végétal de son huile essentielle, ceci vient conforter l'hypothèse relative à la quantité insuffisante de vapeur produite.

Cette faible quantité de vapeur qui traverse l'extracteur pourrait être due à la géométrie du distributeur avec des orifices de faible diamètre et en nombre insuffisant.

VII.3 Hydrodiffusion

Après les expériences d'entraînement à la vapeur d'eau, et dans le but de pouvoir élargir le domaine d'utilisation de notre extracteur, des essais d'hydrodiffusion ont été effectués.

VII.3.1 Mode opératoire

L'appareillage utilisé pour extraire l'huile essentielle des graines de coriandre par hydrodiffusion avec l'extracteur à fond conique, est schématisé sur la **figure 12**.

Comme pour l'entraînement à la vapeur d'eau, le débit du vapeur est réglé en maintenant l'intensité du chauffage à 3/4 de sa valeur maximale..

Le montage est constitué presque de mêmes matériels que celui d'entraînement à la vapeur d'eau, sauf que son emplacement est de telle façon que la vapeur soit produite ci-dessus, plutôt que ci-dessous, la matière végétale.

La séparation de l'huile essentielle du distillat se fait toujours par extraction à l'éther diéthylique et après l'évaporation de ce dernier à température ambiante, on passe à la peser de l'huile essentielle restante dans le tube à essai.

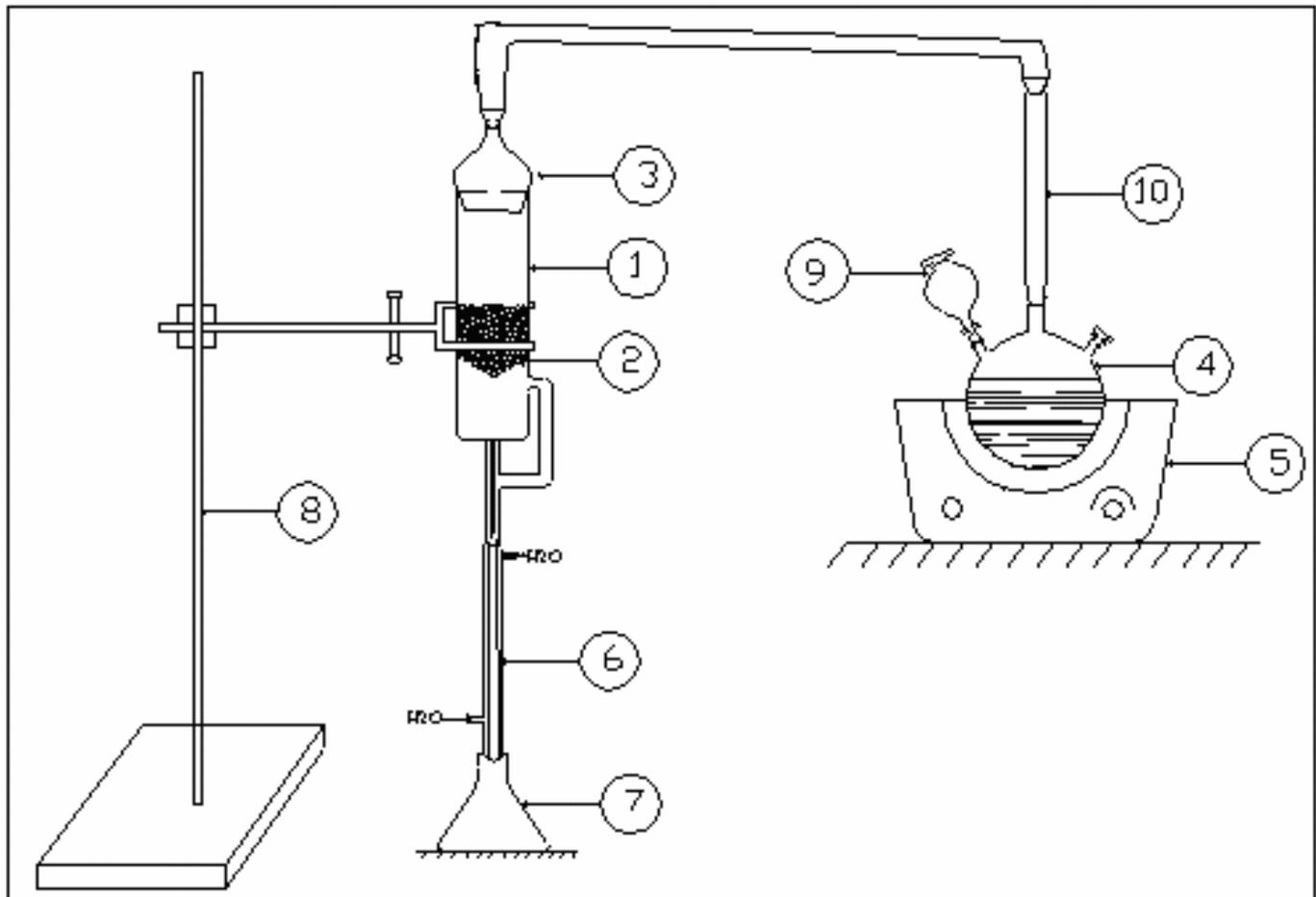


Figure 12 : Schéma du dispositif expérimental d'hydrodiffusion en utilisant l'extracteur à plaque conique

1. Extracteur contenant les graines de coriandre
2. Distributeur de vapeur (plaque conique)
3. Réducteur.
4. Ballon contenant de l'eau ou source de vapeur.
5. Chauffage ou source de chaleur.
6. Réfrigérant ou condenseur des vapeurs.
7. Récipient de recette du distillat.
8. Support
9. Alimentation en eau du ballon de chauffage.
10. Conduite de vapeur

VII.3.2 Résultats et discussions

VII.3.2.1 Le rendement en huile essentielle

Le rendement en huile essentielle est évalué de la même manière que dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau.

Les résultats obtenus pour des masses de 65 et 130g de matière végétale sont donnés dans le **tableau 9**

Tableau 9: Rendement en huile essentielle pour les deux masses en hydrodiffusion.

t (mn)	R _{HE} (%) pour m = 130g			R _{HE} (%) pour m = 65		
	Ess1	Ess2	Moy	Ess1	Ess2	Moy
0	0,00	0,00	0	0,00	0,00	0
5	0,01	0,01	0,01	0,03	0,02	0,025
10	0,01	0,02	0,015	0,06	0,04	0,05
15	0,02	0,03	0,025	0,09	0,06	0,075
30	0,03	0,03	0,03	0,12	0,10	0,11
45	0,06	0,05	0,055	0,16	0,13	0,145
60	0,08	0,07	0,075	0,20	0,17	0,185
90	0,09	0,08	0,085	0,22	0,19	0,205
120	0,11	0,10	0,105	0,24	0,21	0,225
180	0,13	0,12	0,125	0,27	0,24	0,255
240	0,14	0,15	0,145	0,31	0,26	0,285
300	0,15	0,17	0,16	0,34	0,27	0,305
360	0,16	0,18	0,17	0,36	0,29	0,325

Nous avons tracé sur les graphes de la **figure 13**, les moyennes de l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'extraction pour les deux masses utilisées.

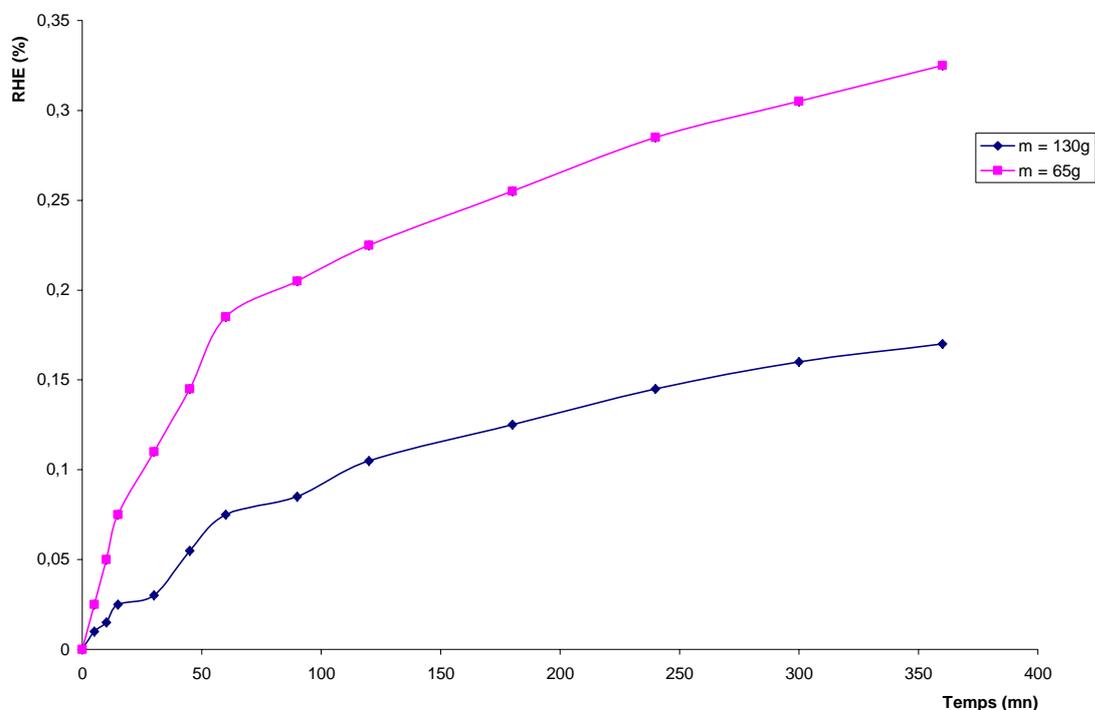


Figure 13: L'évolution du rendement en HE en fonction de la durée d'extraction et pour les deux masses des graines.

De même que pour l'entraînement à la vapeur d'eau, nous constatons que le rendement est nettement plus élevé lorsque nous traitons une masse de 65 grammes (extracteur à moitié rempli) que lorsque nous traitons une masse de 130 grammes de matière végétale (extracteur rempli). Cette différence serait due à notre avis au fait que dans les deux cas nous avons la même quantité de vapeur qui traverse le lit de matière végétale, mais en terme de débit spécifique quantité de vapeur par unité de temps et unité de matière végétale, il passe du simple au double entre les masses de 130g et 65g respectivement.

Ce résultat nous laisse penser que la quantité de vapeur produite est relativement faible et influence considérablement le rendement en huile essentielle. Un débit de vapeur plus important venant de la chaudière pourrait remédier à ce problème.

Etant donné que six heures d'extraction n'ont pas suffi pour épuiser le substrat végétal de son huile essentielle, vient conforter l'hypothèse relative à une quantité de vapeur insuffisante.

VII.3.3 Influence du procédé sur le rendement

Les rendements obtenus par les deux procédés d'extraction pour les deux masses de matière végétales sont illustrés sur les figures suivantes.

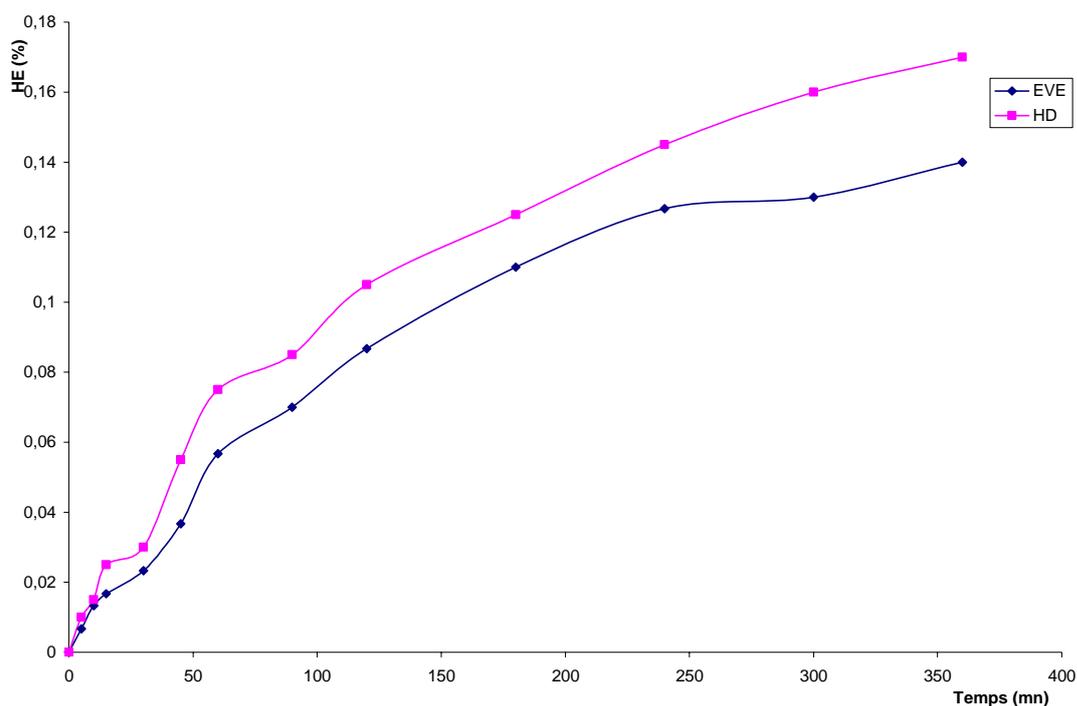


Figure 14 : l'évolution du rendement en entraînement à la vapeur d'eau et en hydrodiffusion pour des charge de 130g.

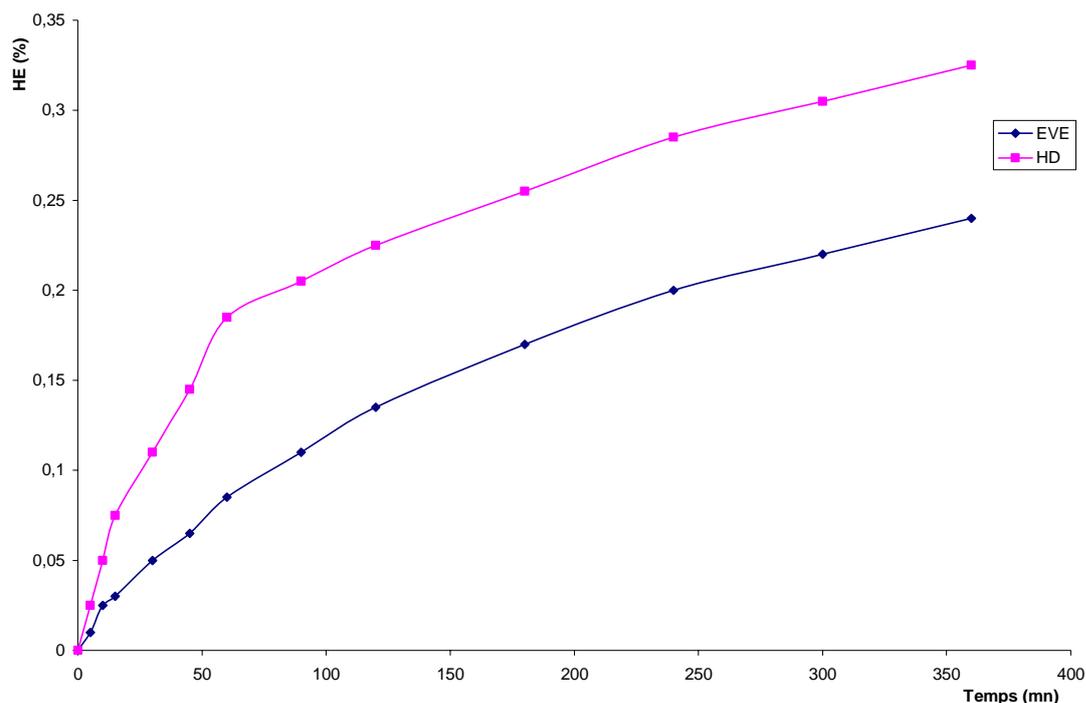


Figure 15 : l'évolution du rendement en entraînement à la vapeur d'eau et en hydrodiffusion pour des charge de 65g.

En comparant les rendements en huile essentielle obtenus par les deux procédés d'extraction, on remarque que le rendement obtenu par hydrodiffusion est supérieur à celui obtenu par entraînement à la vapeur d'eau. Ceci peut être expliqué par :

1. Le débit de la vapeur élevé qui traverse la masse végétale en hydrodiffusion (débit = 2.60 ml/mn) ; presque toute la vapeur produite par le ballon chaudière (débit = 3.03 ml/mn), contre seulement 1/3 en entraînement à la vapeur d'eau (débit = 0.97 ml/mn).
2. La différence du chemin de la vapeur extractive dans les deux cas : en entraînement, la vapeur est introduite par en dessous la matière végétale, par contre en hydrodiffusion, elle est introduite par dessus.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION

Le travail que nous avons entrepris est une contribution à la résolution du problème d'engorgement rencontré dans les montages de laboratoire lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau. Pour ce faire, nous avons conçu, réalisé et mis en œuvre un extracteur d'huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau qui permettra une circulation des flux de vapeur et de condensât sans engorgement.

Nous avons commencé par des essais préliminaires pour mettre en évidence ce phénomène d'engorgement, ensuite nous avons conçu un extracteur à plaque perforée plane avec un niveau d'injection de la vapeur supérieur à celui du retour du liquide condensé dans le ballon de chauffage. La réalisation a été faite au niveau de l'entreprise du verre ENAVA.

Après quelques manipulations, nous nous sommes rendus compte que le problème n'est pas résolu car l'engorgement se manifeste toujours.

Ces observations nous ont conduit à envisager une deuxième modification de l'appareil qui touche le support de la matière végétale qu'on a remplacé par une plaque de forme conique perforée, et placée de telle sorte que le sommet du cône se trouve à un niveau inférieur au niveau d'introduction de la vapeur afin de faciliter l'évacuation des eaux de condensation par gravité.

Comme l'engorgement dans la colonne est fonction des débits vapeur et liquide, et qui sont à leur tour fonction des conditions de travail (puissance de la chauffe, température ambiante et surface d'échange, etc.), nous avons effectué plusieurs essais sur l'écoulement de la vapeur dans l'extracteur en variant la puissance de chauffe, la hauteur du lit de la matière végétale et la température ambiante.

Ces essais nous ont mené à calorifuger la colonne d'extraction et à déterminer la puissance de chauffe optimale pour laquelle l'engorgement est évité. Aussi on a évalué les débits liquide et vapeur. La hauteur du lit n'influence pas le débit du distillat.

Pour la mise en œuvre de l'extracteur on a effectué des extractions par entraînement à la vapeur d'eau et par hydrodiffusion et pour deux masses des graines de coriandre, 130grammes (extracteur rempli) et 65grammes (extracteur à moitié rempli).

Les résultats obtenus en terme de rendement sont meilleurs avec une masse de 65grammes qu'avec une masse de 130grammes et pour les deux modes d'extractions. Cela est dû à la faible quantité de vapeur produite qui est insuffisante pour épuiser le substrat végétal durant la période d'extraction.

En comparant les deux modes d'extraction, on s'aperçoit que le rendement obtenu par hydrodiffusion est supérieur à celui obtenu par entraînement à la vapeur d'eau. Cela est prévisible de fait que la quasi-totalité de la vapeur produite traverse le lit végétal dans le cas de l'hydrodiffusion, tandis qu'un tiers seulement arrive à traverser le lit dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau.

Il serait intéressant d'envisager des solutions pour réduire les condensations le long de l'extracteur comme l'utilisation d'un ruban chauffant entre l'extracteur et le calorifugeage et augmenter au maximum le nombre de trous dans la plaque de distribution de vapeur.

Une corrélation entre les différents paramètres du procédé sur le point de fonctionnement(extraction sans engorgement), permettra de concevoir un extracteur de grande capacité et d'améliorer le rendement en huile essentielle extraite.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] http://www.toildepice.com/fr/plantes/angio_dic/opiacee/coriandrum/sativum.html
- [2] <http://www.saveurs.sympatico.ca>.
- [3] P. QUEZEL et S. SANTA, 1963, *Nouvelle flore de l'Algérie et de régions désertiques méridionale*, Ed. C.N.R.S, Tome2.
- [4] L. BEZENGER-BEAUQUESNE, M. PINKAS, 1980, *Plantes médicinales des régions tempérées*, Paris, pp232.
- [5] M.C NERDEUX, 1984, *Dictionnaire de l'agriculture*, Librairie Larousse, Paris, pp153.
- [6] E PERROT, R PARIS, 1971, *Les plantes médicinales*, Paris, Tome2, pp581-615.
- [7] BRENDANE-LECHANE, 1977, *Le pouvoir des plantes*, Hachette Réalités, pp114, pp170-173.
- [8] L CRETTI, 1981, *Les plantes aromatiques et médicinales*, Ed ATLAS, Paris, pp9, pp162.
- [9] A.L BONDONI, I MIRRAHI, 1998, *Composition and quality of essential oil of coriander from Argentina*, journal of Essent Oil Res, Vol 10, N°5, Octobre, pp282-284, .
- [10] F. AMOKRANE, 2002 « Modélisation du transfert de matière lors de l'extraction des graines de coriandre par le méthanol », Thèse de magister, Ecole Nationale Polytechnique, Alger.
- [11] <http://www.chez.com/graines/coriandr.html>
- [12] F. VERNON et H. RICHARD, 1976, *Quelques épices et aromates et leurs huiles essentielles*, Arria, Vol 2.
- [13] J. KARLSEN , B. CHINGOVA , R. ZWETKOV et A. BERHEIN , 1971, *Studies of the essential oil of the fruit of coriander sativum L. by means gaz liquid chromatographiy*, pharm, Weekblad, 106.
- [14] E.H. BENYOUSSEF, N. BEDDEK, R. BELLABES, J. BESSIERE, 2000, « Evolution des effets de certains paramètres opératoires de l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre sur le rendement en huile essentielle», Ed. Entropie, N°229, Décembre ETRPA36 (229), 1-64, pp18, 23.
- [15] L.T. POTTER et I.S. FAGERSON, 1990 *Composition of coriander leaf volatiles*, American Chemical Society, Journal of Agricultural Foud Chemistry, 38, pp2054-2056.
- [16] B.M. LAWRENCE, 1988, *Progress essential oils*, perfumer and flavorist, vol 13, pp49-50.
- [17] S. HALVA, S. HIRVI , S. MAKINEN, E. HONKANEN, 1986, *Yield and glucosinolate of Mustard seeds and volatiles oils of caraway seeds and coriander fruit*, Yield and volatile oils of coriander fruit, Agric J.Sci., Finland, pp169-172.

- [18] R.TERHEID, P.J. DE VALOIS, D. DE RIJKE, A. BEDNARCZYK, 1986 «Acids and phenols in seven spice essential oils», papier présenté au meeting ACS, New York, Avril, pp13-18.
- [19] J.L. MULTON, 1982, *Conservation et Stockage des grains et graines et produits dérivés*, Paris, Vol 1, pp470-478.
- [20] P DAGNELLE, 1981, *Principes d'expérimentation*, Ed Les presses organiques de Gembloux, A.S.B.L.
- [21] Y.R. NAVES, 1974, *Technologie des parfums naturels*, Masson, Paris.
- [22] <http://gfev.univ-tln.fr/entr vap/entrainement.htm>.
- [23] Y. BOUMGHAR, 1989, « Techniques d'extraction appliquées aux espèces forestières ; le cèdre du Djurdjura. Contribution à l'étude analytique de l'huile essentielle extraite. », Thèse de magister, Ecole Nationale Polytechnique, Alger.
- [24] S. AMOKRANE, 1990, « Extraction d'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau des aiguilles de pin d'Alger. Contribution à son étude analytique. », Projet de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique, Alger.
- [25] <http://www.Huiles Essentielles.ies labo.htm>
- [26] E. GUENTHER, 1982, *the essentials oils*, Ed. Kriger, 3 ed, Vol 1.
- [27] GILDEMEISTER et HOFFMANN, 1923, *Les huiles essentielles*, Ed. Schimmel et Cie, 2 ed Vol 1.
- [28] C. DESCORNS, 1986, «Rôle des terpènes dans le comportement des insectes», Colloque sur la chimie des terpènes.
- [29] http://www.aromalves.com/article.php3d_article=48.
- [30] <http://www.aromatherapy.essential.oils>.
- [31] P. TRAMBOUZE, 1999, *Matériels et équipement*, Ed. Technip.
- [32] P. WUITHIER, 1972, *Raffinage et génie chimique*, Ed. Technip.
- [33] Technique de l'ingénieur, Mars 2005, J2 623, Ed. Imprimerie Strasbourgeoise.
- [34] J.F. SAKADURA, 1982, *Initiation aux transferts thermiques*, Ed. Techniques et documentation, Lavoisier.
- [35] Technique de l'ingénieur, Mars 2005, J1 080, Ed. Imprimerie Strasbourgeoise.
- [36] F. KREITH, 1967, *Transmission de la chaleur et thermodynamique*, Ed. Masson, Paris.

[37] H. RIETSHEL, W. RAISS, 1974, *Traité de chauffage et de climatisation*, Ed. Bordas, Paris, Tome2.

[38] J.P. HOLMANN, 1976, *Heat transfer*, Ed. McGraw Hill.

[39] McADAMS, 1965, *Transmission de chaleur*, Ed. Dunod.

[40] R. POSITELO, 1983, *Vapeur d'eau industrielle*, Ed. Techniques et documentation, Lavoisier.

[41] F.K. NUBER, 1972, *Calcul thermique des chaudières*, Ed. Dunod.

ملخص: مساهمة في تصميم و إنجاز آلة لاستخلاص الزيوت الأساسية بطريقة التقطير ببخار الماء.

تهدف هذه الدراسة إلى تصميم و إنجاز آلة لاستخلاص الزيوت الأساسية بطريقة التقطير ببخار الماء, حيث تشتغل بإدخال البخار من الأسفل وهي الطريقة التقليدية، والانتشار المائي بإدخال البخار من الأعلى. أعطى استخلاص الزيت الأساسي لبذور الكزبرة (القصبر) بواسطة الانتشار المائي أي إدخال البخار من الأعلى مردودا أكبر.

الكلمات المفتاحية: الكزبرة، زيت أساسي، استخلاص، التقطير ببخار الماء.

Résumé : Contribution à la réalisation et à la mise en œuvre d'un extracteur d'huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau.

Ce travail porte sur la conception, la réalisation et la mise en œuvre d'un extracteur d'huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau, fonctionnant à flux de vapeur ascendant (procédé classique) et à flux de vapeur descendant (hydrodiffusion).

L'extraction de l'huile essentielle des graines de coriandre par entraînement à la vapeur d'eau et par hydrodiffusion a donné des meilleurs rendements avec un flux descendant de vapeur.

Mots clés : *Coriandrum sativum*L., huile essentielle, extraction, entraînement à la vapeur d'eau, hydrodiffusion.

Abstract: Contribution to design and to setting up of an apparatus of essential oil extraction by steam distillation.

The present work concerns the design and the setting up of an apparatus of essential oil extraction by steam distillation, working with upward steam flow (traditional process) and with downward steam flow (hydrodiffusion).

The extraction of coriandr-seeds oil by steam distillation with a downward steam flow (hydrodiffusion) produces higher yields.

Key words: Coriandr, essential oil, extraction, steam distillation, hydrodiffusion.