

M0009/93B

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

T H E S E

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Présentée par Melle DAHOUN Yamina

Ingénieur d'état E.N.P

Pour l'obtention du Diplôme de Magister en Génie Chimique

ETUDE DE L'EXTRACTION DE LA CONCRETE
D'ARTEMISIA herba - alba Asso.
(Chih)

Soutenue le 28 Juin 1993 devant le jury composé de :

R.BELABBES

Professeur E.N.P

Président

F.BENTAHAR

Maître de Conférence U.S.T.H.B

Examinateur

R.DERRICHE

Chargée de cours E.N.P

Examinateur

M.BENIDDIR

Maître Assistant E.N.P

Examinateur

S.CHARCHARI

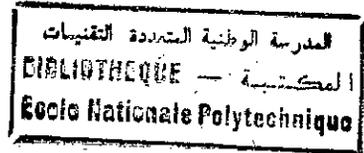
Chargée de Cours E.N.P

REPORTEUR

المدسة الوطنية المتددة التقنات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

A Ma Très Chère Mère

Avant propos



Ce travail a été réalisé au département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique sous la direction de Madame S.CHARCHARI.

C'est avec une émotion pathétique que j'adresse mes chaleureux remerciements à Madame CHARCHARI pour son aide si précieuse, ses encouragements et ses conseils bénéfiques qu'elle n'a cessé de me prodiguer.

J'exprime ma sincère reconnaissance à Monsieur le Professeur R.BELABBES pour l'honneur qu'il me fait de présider les travaux de mon jury.

Madame R.DERRICHE, Madame F.BENTAHAR et Monsieur F.BENIDDIR m'ont fait l'honneur d'examiner ce travail, qu'il me soit permis de les remercier.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur le Professeur KEDDAD de l'Institut National d'Agronomie, ainsi qu'aux Docteurs BENSLIMANI et BACHA de l'hôpital Parnet pour m'avoir autorisée l'accès dans leurs laboratoires.

Je ne saurais oublier de remercier Mademoiselle Fatima de l'I.N.A. ainsi que le personnel du Centre de Calcul de l'E.N.P pour leur gentillesse et leurs concours efficace et spontané.

Enfin, à tous mes ami(e)s, je dis merci infiniment.

Résumé

Cette étude porte sur l'extraction de la concrète d'*Artemisia herba - alba* Asso. par l'éther de pétrole :

Des observations microscopiques ont permis la localisation des entités productrices d'huiles essentielles.

L'influence de la nature du solvant, du taux d'humidité de la plante, de la vitesse d'agitation et de la température d'extraction sur le rendement en concrète a été étudiée et a permis le choix des conditions opératoires.

La description de la cinétique d'extraction a été effectuée en établissant la fonction cinétique et la fonction standard. Sur la base de l'étude cinétique, un dimensionnement d'un extracteur à vis convoyeuse a été proposé.

Une évaluation de l'activité anti - microbienne de l'huile essentielle et de la concrète a été effectuée.

Abstract

The purpose of this work consists to study the extraction of the concrete of *Artemisia herba - alba* Asso. using petroleum ether :

The analysis of microscopic observations of the vegetal material permit to see sites wich contain essential oils.

The nature of solvent, moisture contain material, rate of agitation and temperature of extraction has been studied to see their influence on the yeild of concrete.

Kinetic of extraction has been studied. We have detemined two functions : kinetic function and standard function. These functions. have been used to calculate convoyer scew extractor.

The activity anti - microbienne of essential oil and concrete has been carried.

ملخص

.....

- يتناول هذا الموضوع علمية اقتطاف ودراسة الزيت الكثيف للشيخ :
- الملاحظة المجهريه مكنتنا من مشاهدته تمرکز موقع مكان الزيوت الاساسيه
 - درستنا كذلك العوامل المؤثره على المردود وهي رطوبه النباتات ، نوعيه المذيب ، نسبة الخلط ، ودرجه حراره الاقتطاف ..
 - كما اجرينا دراسه حركيه بواسطه الداله الحركيه والداله المعياريه
 - نتاج هذه الدراسه الحركيه سمحت لنا بقياس بعد جهاز التقطير
 - اخيرا كشف نشاط الزيوت الاساسي والزيت الكثيف ضد بعض الجراثيم

	pages
<i>Introduction</i>	2
<i>Chapitre I</i>	
<u>Matière végétale : Artemisia herba - alba Asso.</u>	
I - 1 - <u>Description botanique</u>	4
I - 2 - <u>Travaux antérieurs</u>	5
<i>Chapitre II</i>	
<u>Localisation des entités productrices d'huiles essentielles</u>	
II - 1 - <u>Généralités sur les huiles essentielles</u>	8
II - 2 - <u>Observation microscopique</u>	8
II - 2 - 1 - Matériel et techniques	9
II - 2 - 2 - Résultats	9
<i>Chapitre III</i>	
<u>Extraction par solvants des végétaux</u>	
III - 1 - <u>Aperçu sur les différents procédés d'extraction</u>	15
III - 1 - 1 - L'expression	15
III - 1 - 2 - Extraction par solvant fixe	15
III - 1 - 3 - Procédés mettant en oeuvre la vapeur d'eau	16
III - 1 - 4 - Extraction par solvants volatils	17
III - 1 - 5 - Extraction au dioxyde de carbone	17
III - 2 - <u>Extraction par solvant volatil de la concrète d'Artemisia herba - alba Asso.</u>	18
III - 2 - 1 - Facteurs à considérer pour la mise en oeuvre de l'extraction de la matière végétale	19
III - 2 - 1 - 1 - Protocole opératoire	19
III - 2 - 1 - 2 - Nature du solvant	21
III - 2 - 1 - 3 - Vitesse d'agitation	22
III - 2 - 1 - 4 - Taux d'humidité	22

III - 2 - 1 - 5 - Température 23

III - 2 - 2 - Mécanisme de l'extraction 24

Chapitre IV

Cinétique de l'extraction des solides d'origine végétale

IV - 1 - <u>Fonction cinétique</u>	27
IV - 1 - 1 - Définition	27
IV - 1 - 2 - Détermination expérimentale	29
IV - 1 - 2 - 1 - Mode opératoire	30
IV - 1 - 2 - 2 - Résultats et calculs	32
IV - 1 - 3 - Exemple d'application de la fonction cinétique	38
IV - 2 - <u>Fonction standard</u>	43
IV - 2 - 1 - Aspect théorique	43
IV - 2 - 2 - Détermination expérimentale	52
IV - 2 - 3 - Exemple d'application de la fonction standard	56
IV - 3 - <u>Utilisation simultanée des fonctions cinétique et standard pour la description de la cinétique d'extraction</u>	57
IV - 4 - <u>Limites d'utilisation des fonctions cinétiques et standard</u>	58

Chapitre V

Dimensionnement d'un extracteur à vis convoyeuse

V - 1 - <u>Techniques générales</u>	63
V - 2 - <u>Exemple de calcul</u>	68
V - 2 - 1 - Formulation du problème	68
V - 2 - 2 - Bilan de matière	69
V - 2 - 2 - 1 - Fonctionnement à co - courant	69
V - 2 - 2 - 2 - Fonctionnement à contre - courant	70
V - 2 - 3 - Calculs	71
V - 2 - 3 - 1 - Débit massique de la matière végétale par unité de surface	71
V - 2 - 3 - 2 - Débit volumique de la phase liquide par unité de surface	72

V - 2 - 3 - 3 - Vitesse de déplacement de la matière végétale	72
V - 2 - 3 - 4 - Estimation du temps de séjour et de la longueur de l'extracteur	72
V - 2 - 3 - 5 - Nombre de spires de la vis convoyeuse	74
V - 2 - 3 - 6 - Vitesse de rotation de la vis convoyeuse	74
V - 3 - <u>Conclusion</u>	75

Chapitre VI

Evaluation de l'activité anti - microbienne de l'huile essentielle et de la concrète d'*Artemisia herba - alba* Asso.

VI - 1 - <u>Définitions et principes de base</u>	79
VI - 1 - 1 - Le monde des micro-organismes	79
VI - 1 - 2 - La chimiothérapie	80
VI - 1 - 3 - Epreuves de sensibilité	81
VI - 1 - 4 - Pouvoir pathogène des micro-organismes testés	82
VI - 2 - <u>Partie expérimentale</u>	86
VI - 2 - 1 - Mode opératoire	89
VI - 2 - 2 - Résultats et discussions	90
<i>Conclusion</i>	94
<i>Bibliographie</i>	97
<i>Annexes</i>	

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

La nature déverse autour de nous une incomparable et inépuisable source de remèdes à nos maux physiques : ce sont les plantes.

On ne saurait dire qu'elles aient, à la lettre, partout et toujours placé le remède à côté du mal. C'est par leur contenu, cela va de soi, qu'agissent les plantes.

Très recherchées par les industries de l'aromatization, de la parfumerie, des cosmétiques, de la pharmacie, de la chimie fine..., les essences naturelles, depuis la découverte de leurs constituants, ont connu ces dernières années un intérêt particulier de la part des chercheurs, en vue d'aménager, développer et valoriser ces ressources naturelles.

Evidemment ceci nécessite l'effort conjugué des diverses compétences parmi lesquelles celles des spécialistes en Génie Chimique n'est certainement pas à négliger.

C'est dans ce contexte, que nous proposons d'apporter une contribution à la valorisation d'une des richesses naturelles du pays : *Artemisia herba - alba Asso.* en l'occurrence, et ce par extraction et étude cinétique de la concrète à l'éther de pétrole.

La première partie s'attachera à la localisation des entités productrices d'huiles essentielles.

La seconde traitera l'influence de certains paramètres opératoires sur le rendement d'extraction.

L'étude sera poursuivie par une description cinétique du procédé entrepris en définissant et en appliquant des fonctions aisément accessibles à l'expérience : il s'agit de la fonction cinétique et de la fonction standard.

Du fait que toute valorisation suscite des investigations industrielles, nous tenterons de dimensionner un extracteur à vis convoyeuse destiné à l'extraction de la concrète d'*Artemisia herba-alba Asso.*

Enfin, dans l'espoir d'une utilisation des extraits obtenus à des fins thérapeutiques, nous évaluerons les activités bactériostatique et anti-mycotique de l'huile essentielle et de la concrète. Un terrain tout à fait vierge dans notre pays.

CHAPITRE I

MATIERE VEGETALE :

Artemisia herba - alba Asso.

Les plantes semblent avoir été semées avec profusion sur la terre, comme les étoiles dans le ciel, pour inviter l'Homme par l'attrait du plaisir et de la curiosité à l'étude de la nature.

J.J. ROUSSEAU

A l'instar des autres espèces végétales du pays, *Artemisia herba - alba* Asso. constitue une richesse naturelle non négligeable. En plus de son usage comme remède populaire, elle est appréciée pour sa richesse en matières odorantes qui sont élaborées dans diverses parties de la plante.

Avant toute extraction il est nécessaire de situer la plante du point de vue botanique.

I - 1- DESCRIPTION BOTANIQUE

Désignée sous le nom d'Armoise blanche ou Chih, *Artemisia herba - alba* Asso. est une plante aromatique spontanée appartenant à la famille des Composées (sous-famille des Tubiliflores). Le genre *Artemisia* comprend environ 400 espèces.

C'est une plante ligneuse présentant un système souterrain formé d'une racine principale pivotante avec des ramifications abondantes à la surface du sol, et d'un système aérien formé par de nombreuses tiges dressées de 30 à 80 cm de hauteur.

La feuille est une expansion latérale de la tige, de taille très réduite formée de 3 à 5 folioles par feuille. Les capitules sont formés de petites fleurs 3 à 8 fleurs serrées (1 à 1,5 mm). Le fruit est un akène comprimé [1, 2, 3].

L'espèce *Artemisia herba - alba* Asso. est une herbe très commune en Afrique du Nord et au Moyen Orient. Elle affectionne les climats secs et chauds et existe sous forme de peuplements importants dans les zones désertiques [4, 5].

Très répandue en Algérie : abondante sur les Hauts plateaux, plus rare au Sahara septentrional, elle couvre près de trois millions d'hectares [6].

La plante, objet de cette étude a été récoltée en période de floraison (Décembre 1991) dans la région des portes de fer (Bibans) près de la ville de Bordj-Bou-Arridj, dans les Hauts plateaux. Elle a été identifiée à l'herbarium du Département de Botanique de l'Institut National d'Agronomie d'Alger.

Un échantillonnage du lot, constitué des parties aériennes de la plante, a été effectué pour chaque série d'essais afin d'utiliser un échantillon représentatif pour chaque essai. Ces derniers ont été stockés à l'air libre et à l'obscurité.

I - 2 - TRAVAUX ANTERIEURS

Les travaux menés jusqu'à présent sur *Artemisia herba - alba* Asso. ont concerné son huile essentielle, obtenue par entraînement à la vapeur d'eau. Les études de la composition chimique de l'huile essentielle de la plante de Maroc, du Moyen Orient, d'Espagne et d'Algérie font état d'une diversité remarquable, dictée, entre autres, par les conditions écologiques.

Si l'extraction par solvants volatils, en tant que procédé de récupération des produits aromatiques de la plante n'a pas été étudiée, plusieurs études d'intérêt chimiotaxonomique font appel à cette technique, afin d'isoler certains constituants de la plante, tels que les lactones sesquiterpéniques ou les flavonoïdes. Les solvants les plus utilisés sont l'éther de pétrole [7], Chloroforme [8, 9], éthanol [10] et récemment l'eau [11, 12].

Largement utilisée en médecine traditionnelle, *Artemisia herba - alba* Asso. a toujours incité les chercheurs à s'intéresser à ses principes actifs.

Ainsi Khafagy et col.[7] isolent la santonine, une lactone sesquiterpénique, à laquelle est attribué l'effet vermifuge de la plante.

Plus tard Yashphe et col.[13] testent l'activité de l'huile essentielle de l'extrait méthanolique et du résidu après entraînement à la vapeur contre cinq micro-organismes. Ils rapportent que seule l'huile essentielle présente une activité grâce à un de ses constituants : santolina alcool.

Très récemment, ils publient les résultats d'une étude sur l'activité de l'huile essentielle et de chacun de ses constituants [14]. Ils trouvent que les responsables de cette activité sont les alcools présents dans l'huile (à l'exception de bornéol).

Une étude similaire a été menée par Mahmoud et col.[15]. Ils ont trouvé que l'huile essentielle présente une activité vis - à - vis de cinq micro - organismes, quant aux alcools monoterpéniques étudiés seuls, le terpinéol (quatre micro-organismes), le linalol, citronelol (trois micro-organismes respectivement) et coumarin (deux micro-organismes) se sont révélés doués d'activité anti-microbienne.

Ross et col.[16] rapportent pour la première fois l'activité fongicide de l'huile essentielle d'*Artemisia herba - alba* d'Égypte.

En étudiant le pouvoir antiseptique des huiles essentielles du thym, du romarin, d'eucalyptus et d'*Artemisia herba - alba* du Maroc, Benjilali et col.[17, 18] trouvent que les huiles du thym et d'*Artemisia herba - alba* sont les plus actives à l'encontre de 37 souches de moisissures testées.

Enfin, des travaux très récents, réalisés sur l'extrait aqueux de la plante d'Irak [11, 12] font état de son effet hypoglycémique élevé.

CHAPITRE II

**LOCALISATION DES ENTITES PRODUCTRICES
D'HUILES ESSENTIELLES**

II - 1 - GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES

Depuis l'antiquité, les parfums et les arômes furent parmi les premiers signes de reconnaissances qui marquèrent la vie des Hommes [19].

Les parfums qu'exaltent certaines plantes sont dus à la présence dans leurs cellules, de molécules volatiles, que l'on appelle "huiles essentielles".

Le terme d'"huiles essentielles" désigne des produits huileux, volatils et odorants que l'on extrait des végétaux par un processus physique.

Depuis l'avènement de la chimie organique à la fin du XIX^{ème} siècle, les huiles essentielles livrent peu à peu leurs secrets. Elles ne les ont toutefois pas encore révélés dans leur intégralité. Elles nous offrent, écrit le Docteur Taylor, de l'université d'Austin (Texas), plus de composés nouveaux que tous les chimistes du monde ne pourraient jamais en synthétiser pendant mille ans d'efforts.

On sait maintenant que ce sont des mélanges de nombreux constituants : on y trouve des terpènes et leurs dérivés oxygénés : des alcools, des aldéhydes, des esters, des cétones et des acides. Les séries aliphatique et aromatique sont aussi représentées.

Suivant le procédé d'obtention, l'âge et la partie de la plante étudiée, la saison et le lieu de la récolte, le nombre et les proportions des composants de l'huile essentielle sont assez variables.

Il importe enfin de conserver les extraits naturels dans des flacons bien bouchés et de les maintenir à l'abri de l'air et de la lumière (verres colorés) afin d'éviter leur oxydation, leur polymérisation et leur résinification [20, 21, 22].

II - 2 - OBSERVATION MICROSCOPIQUE

Chez les végétaux, les tissus sécréteurs, assurant la synthèse et l'accumulation des substances volatiles, constituent des dispositifs très différents les uns des autres représentés pour l'essentiel par des formations tantôt superficielles : dépôts exogènes (glandes épidermiques et cellules sécrétrices de l'épiderme) tantôt enfouies plus ou moins profondément dans les tissus constitutifs : dépôts endogènes (poches et canaux sécréteurs, cellules sécrétrices internes) [23].

L'extraction des secrétats à des fins industrielles consiste à faire transiter les produits recherchés de leur lieu de stockage au sein de la plante vers le milieu extérieur, puis de les récupérer par une technique appropriée.

Très accessibles, si elles sont superficielles, ces aires de stockage peuvent cependant constituer un obstacle à une extraction rapide lorsqu'elles se trouvent profondément incluses dans les tissus.

De plus et dans tous les cas, le produit recherché doit franchir, au cours de l'extraction, la ou les enveloppes limitant les zones d'accumulation.

L'huile essentielle est un des produits visés par l'extraction de la concrète (substances susceptibles d'être solubles dans l'éther de pétrole). La durée dépend de sa localisation dans la plante.

Il nous a paru intéressant de rechercher sur *Artemisia herba - alba* Asso. Les entités productrices des essences. L'observation de l'état du système sécréteur pouvait apporter en effet divers renseignements, jusqu'ici ignorés.

II - 2 - 1 - Matériels et techniques

Afin de localiser les entités productrices d'huiles essentielles d'*Artemisia herba - alba* Asso., nous avons pratiqué des observations à la loupe binoculaire, modèle Zeiss, sur différents organes de la plante fraîche : tige, feuilles, fleurs.

L'observation des coupes transversales de la tige et des prélèvements de l'épiderme a été effectuée en milieu aqueux, en utilisant un microscope photonique, modèle LEITZ WETZLAR. Le grossissement de la prise de vue est précisé sur chaque photo.

II - 2 - 2 - Résultats

En tant que produits du métabolisme secondaire, on rencontre les molécules odorantes végétales dans tous types d'organes.

Sur les photos prises lors des observations à la loupe binoculaire des feuilles et des tiges de la plante (figure 1.a), sont visibles des gouttes de l'huile déversée à la

surface. On remarque, d'autre part, que les organes observés sont recouverts d'une couche de poils, appelés poils tecteurs [24]. Ils forment une oréole autour de la tige et couvrent entièrement les feuilles. Fixés par un pied polycellulaire sur l'épiderme de la plante, les poils tecteurs se ramifient en deux branches au sommet, et forment une enveloppe protégeant l'épiderme des agressions du milieu environnant.

En observant au microscope photonique les coupes transversales de la feuille et de la tige, nous avons remarqué des formations épidermiques, situées à la racine des poils tecteurs. Nous les avons prélevées et constaté qu'elles sont constituées d'un pied court et d'une tête, enfermant plusieurs étages superposés de cellules, et recouvertes d'une membrane (figure 1 : b - c - d et e).

Cette description correspond à celle, rapportée pour les glandes sécrétrices des plantes de la famille des Composées [24], appelées poils sécréteurs, produisant l'huile essentielle qui s'accumule sous la membrane (cuticule).

La cuticule constitue donc la seule barrière entre le lieu du stockage de l'huile essentielle et le milieu extérieur.

Les observations microscopiques ont révélé le caractère exogène de la structure sécrétrice d'*Artemisia herba-alba*. Ce type de localisation de l'huile essentielle nous permet de conclure que si l'extraction par solvant doit aboutir à une concrète riche en huile essentielle, sa durée doit être relativement courte. Toutefois, la durée d'extraction des concrètes est généralement déterminée en adoptant un compromis entre le rendement en extrait et la teneur en huile essentielle.

En ce qui concerne cette étude, nous avons mené l'extraction jusqu'au moment où la concentration de la concrète dans la phase liquide ne varie plus, ce qui correspond à une durée de 4 heures.

Il faut mentionner par ailleurs que selon PERRIN et col.[23, 25], aucune rupture ou déchirure de l'enveloppe limitant les produits recherchés n'est décelable après action de l'agent extracteur (hexane), aucun pore ou perforation ne peut être mis en évidence. Cette situation a révélé que les huiles essentielles ne font que transiter au travers de cette enveloppe où les glandes présenteront un aspect très caractéristique traduisant la disparition des essences préalablement accumulées.

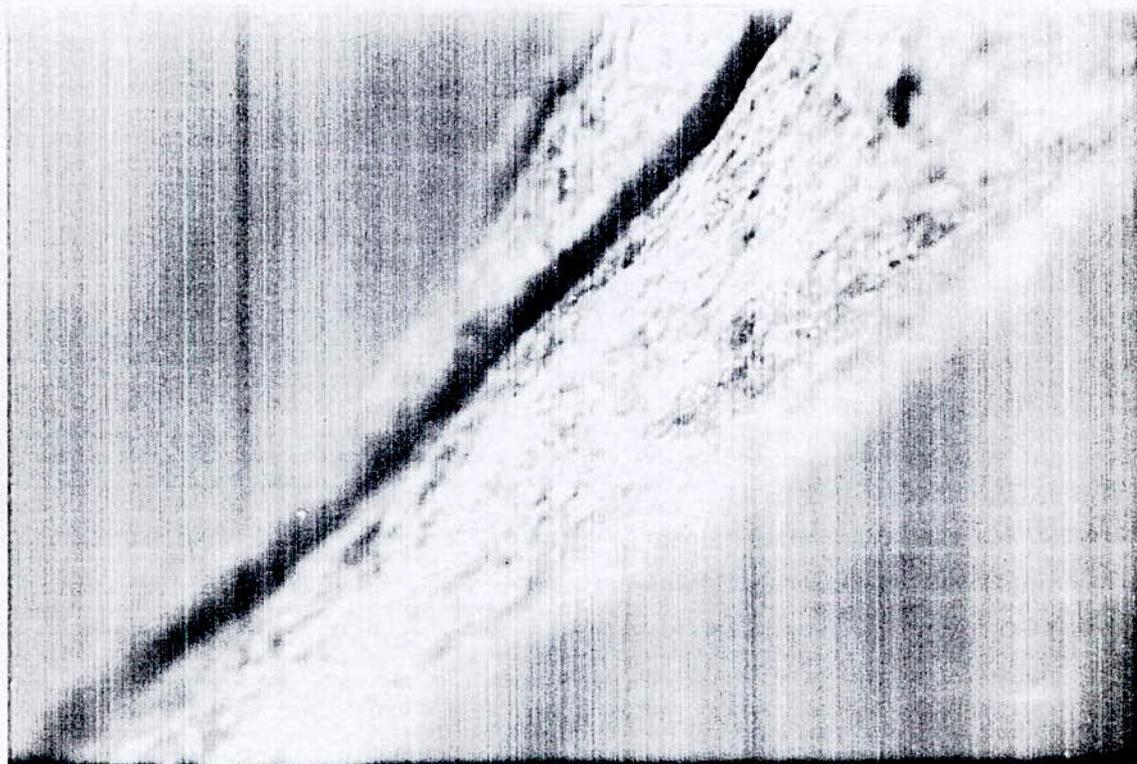
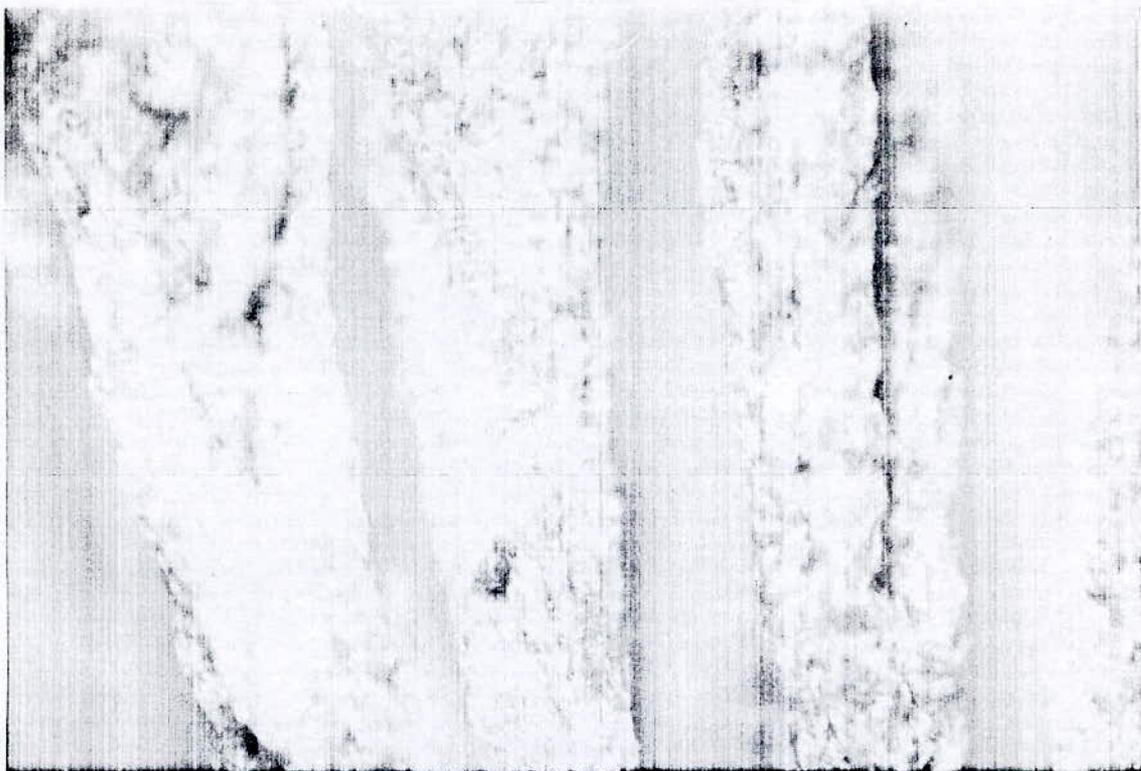


FIGURE 1a VUE DE HAUT DES FEUILLES D'ARTEMISIA HERBA ALBA.

Gr.: X 50,4

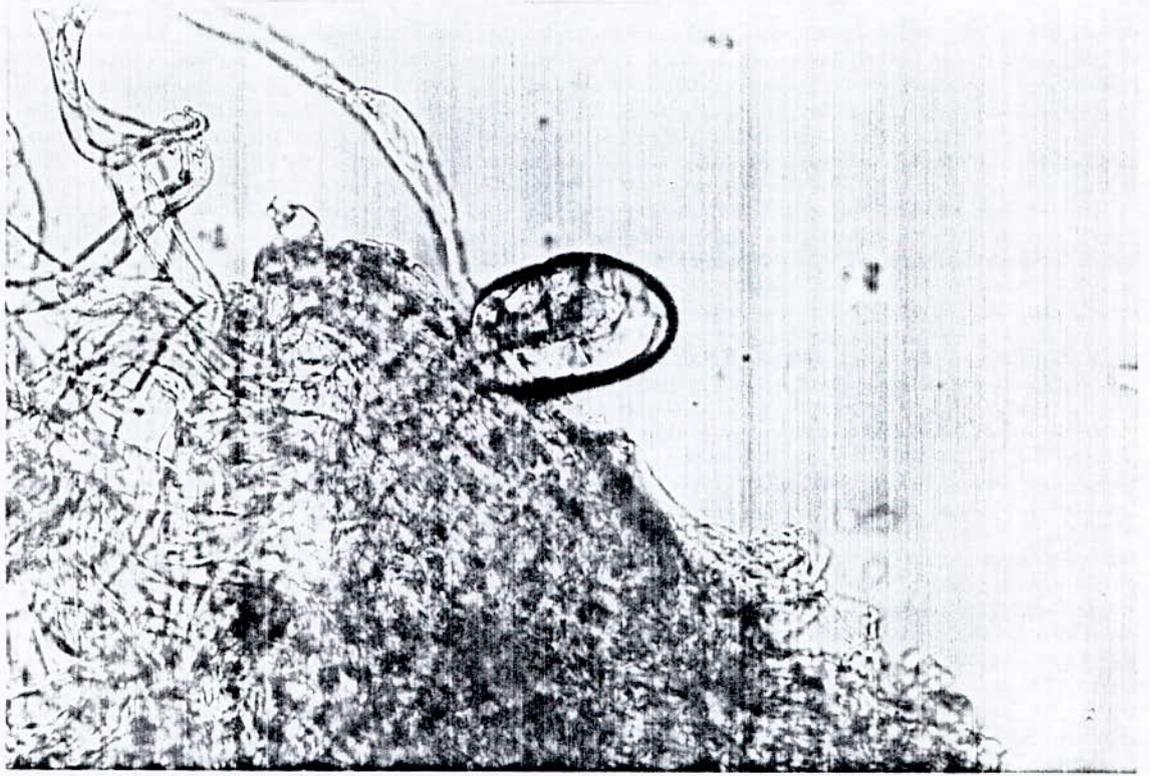


FIGURE 1.b. VUE DE L'EPIDERME PRELEVE SUR LA TIGE. GR: X80

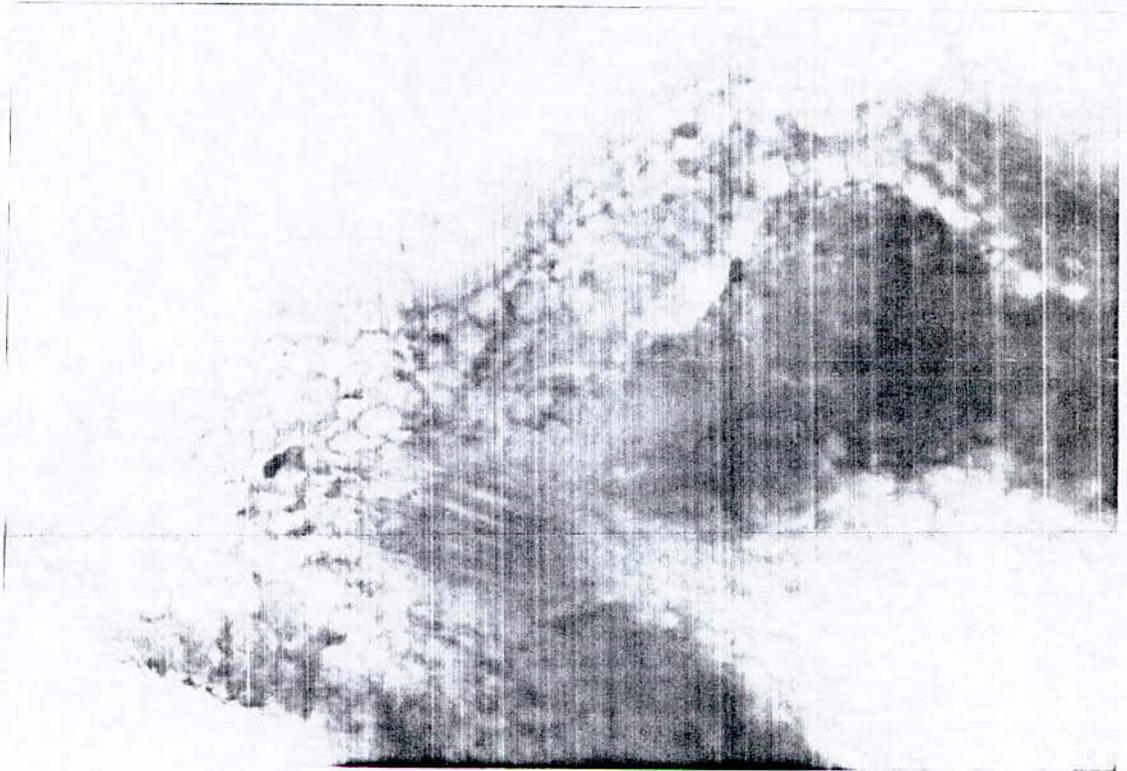


FIGURE 1.c. COUPE TRANSVERSALE DE LA TIGE. GR: X 12,5

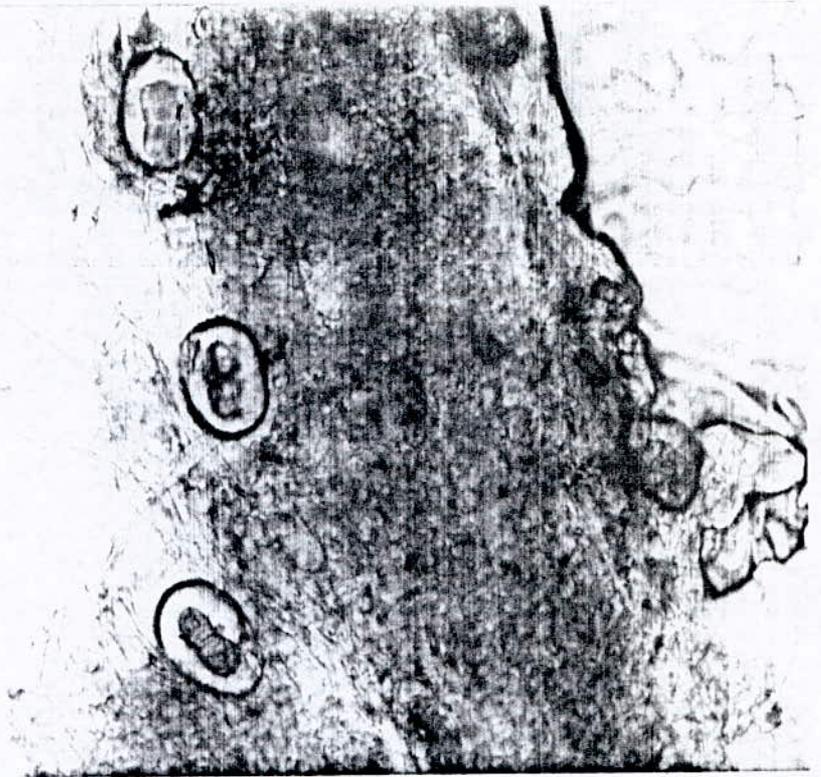


FIGURE 13 - VUE DE L'EPIDERME PRELEVE SUR LA FEUILLE Gf x 80

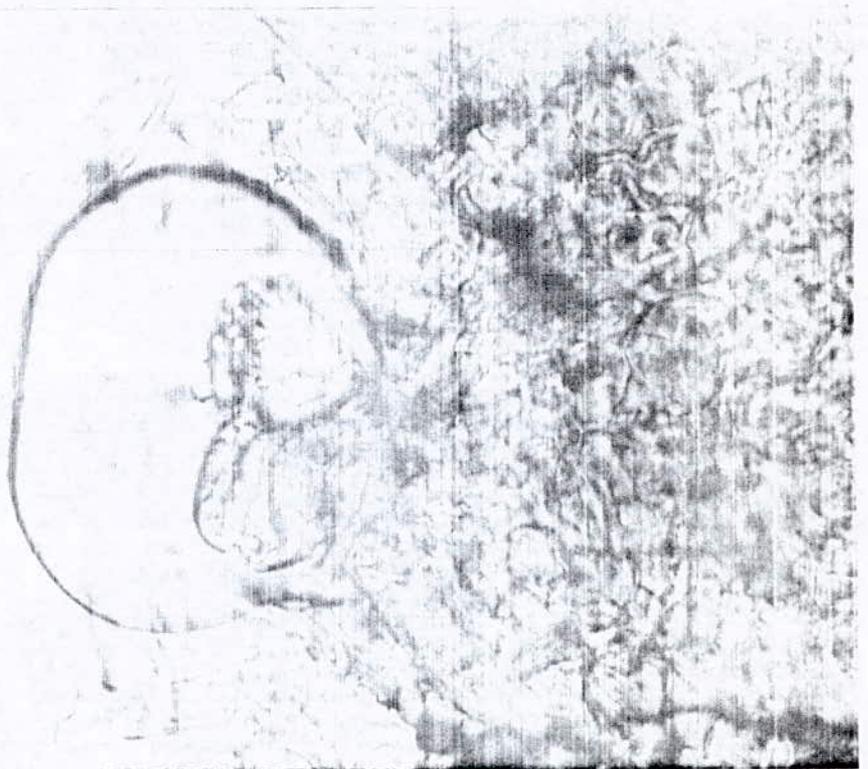


FIGURE 1a - GLANDE SECRETRICE D'ARTEMISIA HERBA-ALBA.

Gf x 100

CHAPITRE III

EXTRACTION PAR SOLVANTS DES VEGETAUX

Nous ne possédons aucun témoignage sur l'invention des premiers procédés d'élaboration des parfums. Cependant, grâce à la chimie moderne, les méthodes d'extraction des principes odorants des matières végétales ont considérablement progressé.

Divers procédés sont actuellement utilisés pour l'extraction de ces produits aromatiques et selon la technique utilisée, l'extraction permet d'obtenir des huiles essentielles, des pommades, des concrètes, des absolues, des resinoïdes ou des infusions [26].

III - 1 - APERÇU SUR LES DIFFERENTS PROCÉDES D'EXTRACTION

Plusieurs procédés d'extraction sont utilisés de longue date, toutefois les normes liées à l'utilisation industrielle des extraits limitent en général le choix du procédé.

Nous donnerons une brève description des procédés d'extraction les plus utilisés.

III - 1 - 1 - L'expression

Il s'agit du seul procédé de traitement des plantes aromatiques ne mettant pas en oeuvre un fluide en phase d'extraction. La matière première est fortement pressée, à froid, au moyen des presses hydrauliques ou à nu dans des presses spécialement aménagées. Les essences ainsi extraites renferment une certaine quantité d'eau dont ils sont séparés par centrifugation [27].

III - 1 - 2 - Extraction par solvant fixe : Enflourage

Cette méthode [19, 26, 27] doit son nom au fait qu'elle intéresse particulièrement les fleurs. Elle consiste à pratiquer une diffusion des composés odorants dans une masse de matière grasse.

Les fleurs sont délicatement déposées une à une sur des plaques de verre recouvertes de graisse, celle-ci est recueillie ensuite, fondue au bain-marie, décantée et enfin filtrée. Une pommade qui restitue fidèlement l'odeur de la fleur est obtenue.

Le procédé se pratique soit à froid : on parlera d'enfleurage proprement dit, soit à chaud par digestion où les graisses sont fondues au bain-marie vers 50-70°C, ce qui a pour effet d'augmenter leur pouvoir absorbant.

III - 1 - 3 - Procédés mettant en oeuvre la vapeur d'eau

Ces procédés sont réservés à l'extraction des huiles essentielles (selon l'appellation normalisée).

III - 1 - 3 - 1 - Entraînement à la vapeur d'eau

Elaboré par le médecin et philosophe Ibnou Sina (980 - 1037), l'entraînement à la vapeur d'eau est basé sur le fait que la plupart des composés odorants contenus dans les végétaux sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau, du fait du point d'ébullition relativement bas du mélange. Pour ce faire, la plante ou organe de la plante est placé dans un appareil de distillation traversé par un courant de vapeur d'eau.

Les principes volatils, peu solubles dans l'eau, sont entraînés et après condensation, séparés du distillat par décantation [28].

III - 1 - 3 - 2 - Hydrodistillation

La matière végétale est dans ce cas immergée dans l'eau portée à ébullition. La vapeur formée au sein de l'eau bouillante entraîne l'huile essentielle qui est recueillie après condensation et décantation comme pour l'entraînement à la vapeur d'eau [29].

Ce mode d'extraction est très employé pour l'obtention des huiles essentielles, toutefois, il a quelques inconvénients :

- certaines substances sont altérées à la température élevée et en présence d'eau
- certains constituants des essences étant solubles dans l'eau, ne se retrouveront pas dans l'essence ou tout au moins n'y seront que partiellement représentés [30].

III - 1 - 4 - Extraction par solvants volatils

C'est le procédé d'usage pour l'extraction des concrètes, résinoïdes et absolues. Il consiste à épuiser la matière végétale de ses constituants odorants au moyen d'un solvant, dans la plupart des cas à la température ambiante.

Le solvant chargé, appelé miscella est ensuite récupéré par évaporation sous vide afin d'éviter la dégradation thermique des molécules odorantes [31].

La concrète est le résultat d'une extraction de la matière végétale fraîche ou séchée, au moyen d'un solvant non hydroxylé (de faible constante diélectrique), le plus souvent, on utilise l'éther de pétrole ou l'hexane. Le procédé est effectué à température ambiante.

Entant que produit aromatique naturel, la concrète restitue fidèlement l'odeur de la matière végétale, elle est plus durable que celle de l'huile essentielle [32].

Les résinoïdes sont le produit de l'extraction au moyen d'un solvant polaire (alcool éthylique, acétone). L'extraction est effectuée à chaud.

Outre les substances aromatiques, les solvants organiques extraient des cires et des colorants naturels c'est pourquoi que dans la plupart des cas, les concrètes ou les résinoïdes subissent plusieurs lavages à l'alcool (95%) à basses températures (environ - 20°C) afin d'éliminer les cires et se transformer ainsi en absolues.

III - 1 - 5 - Extraction au dioxyde de carbone

C'est un procédé qui utilise le dioxyde de carbone (CO_2) sous deux états, liquide et supercritique.

Décrite récemment, cette technique permet d'extraire les composés odorants à des températures basses, non agressives pour les constituants les plus fragiles [33, 34].

En outre, ce solvant offre les avantages de l'innocuité, l'inertie, l'ininflammabilité et le bas prix. Il s'agit donc d'un procédé très sélectif et certainement promu à un bel avenir [35, 36].

Cependant, cette technique exige une technologie sophistiquée, elle est limitée de ce fait par un coût tant au niveau de l'investissement que du fonctionnement.

Aussi, l'extraction conduit à une composition à laquelle la Normalisation n'a pas encore attribué l'appellation précise.

D'une façon plus générale, le choix d'une technique d'exploitation des plantes aromatiques doit être adapté aux composés spécifiquement recherchés. Ainsi, une extraction par solvants organiques volatils est pratiquée pour recueillir une concrète, l'entraînement à la vapeur d'eau ou l'hydrodistillation est réservé à l'obtention de l'huile essentielle.

III - 2 - EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATIL DE LA CONCRETE d'*Artemisia herba-alba* Asso.

Parmi les différentes méthodes d'exploitation des plantes aromatiques précédemment énumérées, nous nous sommes intéressés à l'extraction par solvants volatils qui est un cas particulier de l'extraction solide - liquide, le solide étant de nature végétale.

L'extraction solide - liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer ou de dissoudre un ou plusieurs composants contenus dans un solide.

C'est à la fin du XIX^{ème} siècle et surtout au début du XX^{ème} que l'extraction industrielle de matière végétale au moyen de solvants s'est développée [37]. Ce retard technologique était principalement dû aux erreurs et aux imperfections des procédés de concentration [19].

Le champ d'application d'une telle technique est très vaste. Le grand nombre de vocables employés pour sa mise en oeuvre impose la définition de quelques termes couramment utilisés dans cette étude. Le liquide d'extraction, appelé solvant, dissout un (ou plusieurs) composant dénommé soluté, pour donner une solution ou miscella et laisse un solide épuisé contenant très peu ou pas de soluté.

Suite à une évaporation du solvant, après extraction, une concrète est récupérée et le rendement est calculé :

$$R = \frac{m}{M} \times 100 \quad (1)$$

où R désigne le rendement en concrète (en %)
 m et M les masses respectives de la concrète et de la matière végétale humide (en kg).

III - 2 - 1 - Facteurs à considérer pour la mise en oeuvre de l'extraction de la matière végétale

La définition d'un procédé d'extraction commence en général par la spécification de la méthode mise en oeuvre et des facteurs l'affectant.

Plusieurs facteurs influençant l'extraction par solvant doivent être pris en considération pour la production de la concrète.

C'est ainsi qu'après la mise au point d'un protocole expérimental, nous nous sommes proposés d'étudier l'influence sur le rendement en concrète des paramètres liés aussi bien à la matière végétale qu'à la mise en oeuvre du procédé, en l'occurrence :

- la nature du solvant;
- la vitesse d'agitation;
- le taux d'humidité de la plante;
- la température d'extraction.

III - 2 - 1 - 1 - Protocole expérimental

Nous avons procédé à l'extraction de la concrète en discontinu et à l'échelle laboratoire. Les parties aériennes d'*Artemisia herba-alba* ont été coupées d'environ 5 centimètres de longueur, et mises en contact avec le solvant : éther de pétrole (Merck) dans un réacteur agité et thermostaté (figure 2). Le rapport entre le volume du solvant et la masse de la matière végétale, appelé hydromodule, h, a été fixé à 0,007 m³/kg pour l'ensemble des essais.

L'agitation est assurée au moyen d'un agitateur mécanique à six pales, à différentes vitesses, w (de 0 à 150 tr/mn).

1. BALLON D'EXTRACTION

2. BAIN THERMOSTATE

3. REFRIGERANT

4. AGITATEUR MECANIQUE

5. ETANCHEITE

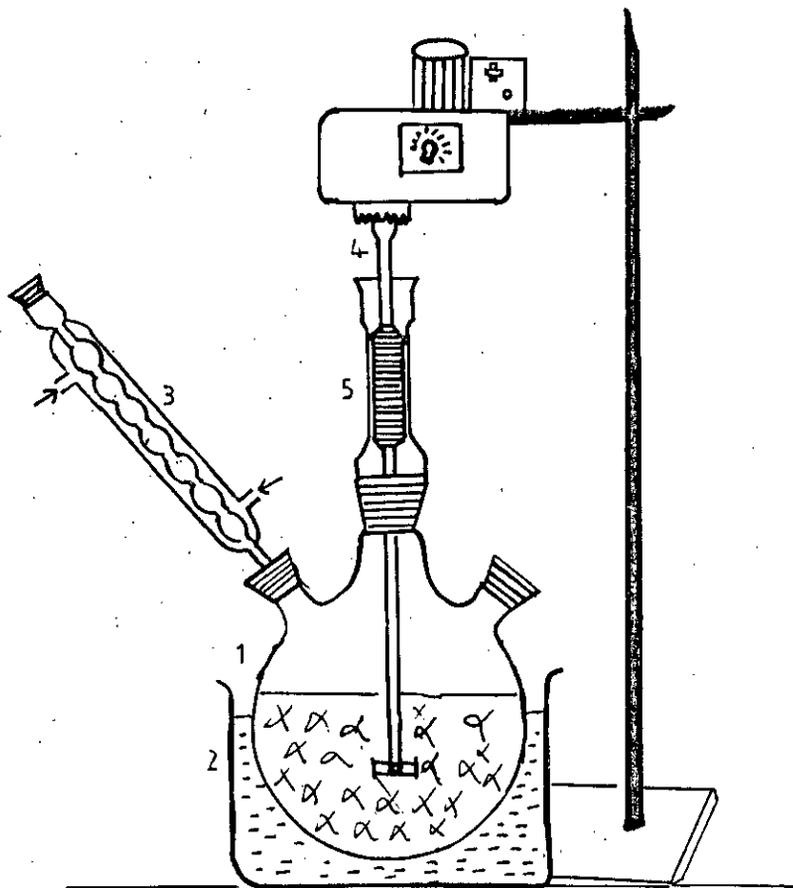


Fig.2-Appareillage de l'extraction en discontinu

Le taux d'humidité de la plante a été déterminé par distillation avec le xylène (Annexe A-1).

Après 4 heures d'extraction, le solvant chargé subit une distillation atmosphérique puis une évaporation sous vide à 400 mmHg. La concrète obtenue est pesée avec une précision de 10^{-4} g au moyen d'une balance SARTORIUS 1602MP8-1 et le rendement est calculé par la formule (1).

III - 2 - 1 - 2 - Nature du solvant

Seule, quasiment, la nature du solvant peut conduire à une spécificité du résultat, la procédure étant en général pratiquement la même, à l'exception des conditions de température. Le choix du solvant dépend de nombreux paramètres techniques et économiques. Il doit notamment posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée, une faible viscosité et être, si possible, non toxique ininflammable et non explosif [19]. En effet, un bon solvant, sélectif et volatil fournit des solutions riches en soluté désiré tout en réduisant les opérations d'évaporation. Aussi le choix d'un solvant à faible viscosité et de masse volumique peu élevée est recommandé pour faciliter sa diffusion, l'agitation et la séparation mécanique. Les solvants les plus utilisés actuellement pour l'extraction des concrètes sont l'hexane et l'éther de pétrole.

Dans cette étude l'extraction de la concrète d'*Artemisia herba-alba* Aso. a été envisagée au moyen de l'éther de pétrole (Merck). Nous avons testé les deux fractions correspondant respectivement aux intervalles de température : [45° - 65 °C] et [65° - 95°C].

En effectuant deux extractions de deux échantillons de la plante ayant un même taux d'humidité et dans les mêmes conditions opératoires : $T = 20^{\circ}\text{C}$, $w = 100$ tr/min, la fraction de l'éther de pétrole [45° - 65 °C] a donné un rendement en concrète inférieur de 57% à celui de la fraction [65° - 95°C]. Cette dernière a été donc retenue comme solvant d'extraction pour la suite de notre étude.

III - 2 - 1 - 3 - Vitesse d'agitation

L'agitation mécanique des particules dans le solvant, permettant leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu, a un effet toujours favorable sur l'opération [38].

A cet effet, nous avons effectué une série d'extractions des échantillons de la plante d'un taux d'humidité de 36,93%, à 20°C et pour différentes vitesses d'agitation : 0, 50, 100 et 150 tr/mn (Tableau 1).

Tableau 1 : Influence de la vitesse d'agitation sur le rendement en concrète

w (tr/mn)	0	50	100
R (%)	0,94	1,02	1,15

Les valeurs du tableau 1 montrent l'influence de l'agitation sur le rendement de la concrète.

En effet, le rendement obtenu pour l'essai sans agitation est le plus faible. L'agitation assure ainsi un meilleur contact entre les deux phases et contribue à l'augmentation du rendement. Cependant pour des vitesses de 100 et de 150 tr/mn, une stabilisation du rendement est observée, ceci témoigne du fait qu'à une certaine vitesse d'agitation (100 tr/mn dans notre cas), la résistance au transfert de matière dans la phase liquide est éliminée. La diffusion interne est assurée et représente l'étape limitante du processus.

III - 2 - 1 - 4 - Taux d'humidité de la plante

Afin de déterminer l'influence sur le rendement en concrète du taux d'humidité de la plante, nous avons soumis à l'extraction, dans les mêmes conditions opératoires ($T = 20^{\circ}\text{C}$, $w = 100$ tr/mn), des échantillons de la plante ayant différentes teneurs en eau (Tableau 2).

**Tableau 2 : Influence du taux d'humidité de la matière végétale
sur le rendement en concrète**

H (%)	36,93	31,93	17,96
R (%)	1,150	1,153	1,180

L'augmentation du rendement avec la diminution du taux d'humidité de la plante confirme le fait que l'eau contenue dans le tissu végétal défavorise la diffusion du solvant hydrophobe. Toutefois le rendement d'extraction d'*Artemisia herba-alba* Asso. semble être relativement affecté par la variation de ce paramètre.

III- 2 - 1 - 5 - Température

Outre, la nature du solvant, la vitesse d'agitation et le taux d'humidité de la plante, nous avons étudié l'influence de la température sur le rendement en concrète. Pour ce faire, des extractions des échantillons d'un même taux d'humidité ont été réalisées respectivement à des températures de 20° et de 40 °C.

Un rendement de 1,51% a été obtenu pour la température de 40 °C, valeur supérieure à celle de l'extraction à 20 °C (qui vaut 1,15 %). Ceci montre l'effet favorable de la température sur le rendement en concrète. En effet, la solubilité du soluté et sa diffusivité augmentent avec l'élévation de la température.

Selon Cu [39], l'apport thermique provoque la modification de liaisons intramoléculaires assurant entre autre l'élargissement du diamètre des pores et facilite ainsi la pénétration du solvant dans la matière végétale.

Néanmoins, en tenant compte des risques de la dégradation thermique de la concrète et de la sécurité de l'installation, il est préférable de réaliser l'extraction à 20 °C ou à la température ambiante.

En plus des facteurs précités, la mise en oeuvre de l'extraction doit tenir compte de la nature et de l'état physique du soluté et du solide, qui ont une importance primordiale et déterminent le mécanisme de transfert de matière.

Dans la matière végétale, le soluté se trouve en teneur relativement faible et non uniformément réparti. De ce fait, plus la matière est divisée finement, plus la surface

d'échange (ou interface) est grande, mais une grande finesse du solide peut devenir un inconvénient lors de la séparation des solutions car les particules fines, décantent plus difficilement.

Cependant, il est important, sinon nécessaire, de savoir où sont situés les dépôts de produits naturels avant d'envisager une division de la matière végétale. Cette dernière est recommandée pour l'extraction des végétaux à dépôts endogènes car elle permet au solvant de les atteindre facilement.

En ce qui concerne, *Artemisia herba - alba Asso.*, un découpage très fin ou un broyage sont à éviter car ils provoquent la destruction de la cuticule des glandes exogènes et la perte des principes odorants [40].

En conclusion, nous envisagerons pour l'ensemble des essais d'extraction d'*Artemisia herba-alba Asso.*, à l'état frais ou séchée, une vitesse d'agitation de 100 tr/mn et une température de 20°C, et ce au moyen de l'éther de pétrole [65° - 95°C].

III - 3 - MECANISME DE L' EXTRACTION

L'extraction solide - liquide est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide contenant le soluté et une phase liquide : le solvant d'extraction. Elle est basée sur la diffusion du soluté de la phase de concentration élevée vers la phase de faible concentration.

Par rapport à son comportement vis-à-vis du solvant d'extraction, un substrat végétal dans notre cas *Artemesia herba - alba Asso.* peut être décomposé en quatre fractions [41].

- une partie solide non extractible (support inert);
- une matière extractible : concrète;
- l'eau libre;
- l'air interstitiel.

L'eau et la fraction solide peuvent être considérées comme un seul élément en raison de leur caractère commun d'insolubilité dans le solvant, si celui - ci est hydrophobe.

En étudiant en détail l'extraction par solvant des matières oléogineuses, Angeledis [42] décrit le mécanisme de l'extraction en trois étapes :

- pénétration du solvant dans le tissu végétal et dissolution du soluté situé à la surface et à son voisinage immédiat;
- diffusion du soluté de l'intérieur des pores, lesquels entre temps ont été remplis par le solvant;
- diffusion de la solution au contact du solide vers la masse restante du solvant.

NOMENCLATURE

(particulière au chapitre III)

h : hydromodule (m^3/kg)

H : taux d'humidité de la plante (%)

m : masse de la concrète (kg)

M : masse de la matière végétale (kg)

R : rendement en concrète (%)

T : température d'extraction ($^{\circ}C$)

w : vitesse d'agitation (tr/mn)

CHAPITRE IV

**CINETIQUE D'EXTRACTION DES SOLIDES
D'ORIGINE VEGETALE**

La maîtrise de l'extraction solide - liquide est étroitement liée à la cinétique du procédé. Cette dernière peut être exprimée par la variation de la concentration moyenne du soluté dans la phase solide en fonction du temps : $\overline{C_2}(t) = f(t)$, ou plus souvent par l'évolution de la concentration du soluté dans la phase liquide au cours du temps : $C_1 = f(t)$.

Etant dépendantes des conditions opératoires, ces deux relations ne peuvent être généralisées.

Aussi, la notion de vitesse de transfert de matière au sein d'un substrat solide est difficile à accéder, car il est difficile, voire impossible, de définir l'allure des cheminements au travers desquels s'effectue le transfert.

Ainsi, afin d'approcher la description de la cinétique d'extraction des solides d'origine végétale en l'occurrence *Artemisia herba - alba* Asso., nous nous sommes proposés d'appliquer deux fonctions aisément accessibles à l'expérience. Il s'agit de la fonction cinétique et de la fonction standard.

IV - 1 - FONCTION CINETIQUE

IV - 1 - 1 - Définition [43]

Définie et appliquée avec succès pour l'extraction par solvant des solides de nature minérale, la fonction cinétique traduit la variation de la proportion du soluté dans la phase solide en fonction du temps relatif \bar{t} : $\gamma = f(\bar{t})$.

γ et \bar{t} sont exprimés par les relations :

$$\gamma(t) = \frac{m_2(t)}{m_0} \quad (2)$$

et

$$\bar{t} = \frac{t}{t_e} \quad (3)$$

Expressions dans lesquelles γ désigne la proportion du soluté non extrait ; $m_2(t)$, la masse du soluté dans la phase solide à l'instant t (kg); m_0 , celle initialement contenue dans le solide (kg); t , le temps d'extraction (mn) et t_e le temps au bout duquel un

équilibre des concentrations du soluté dans les deux phases est établi (ceci correspond à une variation de concentration dans la phase liquide négligeable).

γ peut être exprimée par la variation de la concentration du soluté dans la phase liquide $C_1(t)$ qui est expérimentalement accessible, en utilisant la relation :

$$\gamma = \frac{m_2(t)}{m_0}$$

$$\gamma = \frac{M C_0 - V C_1(t)}{M C_0}$$

$$\gamma = \frac{C_0 - \frac{V}{M} C_1(t)}{C_0}$$

$$\gamma = \frac{C_0 - h C_1(t)}{C_0}$$

Enfin :

$$\gamma = 1 - h \frac{C_1(t)}{C_0} \quad (4)$$

avec :

à $t = 0$	$C_1(t) = 0$	$\gamma = 1$
à $t = t$	$C_1(t) = C_1(t)$	$\gamma = \gamma$
à $t = t_e$	$C_1(t) = C_1(t_e)$	$\gamma = \gamma_e$

Ici, C_0 désigne la teneur initiale du soluté dans la phase solide en kg/kg, h l'hydromodule : rapport entre le volume de la phase liquide (V) et la masse de la matière végétale (M) en m^3/kg et $C_1(t)$ la concentration du soluté dans la phase liquide à l'instant t en kg/m^3 .

Dans l'équation (4), le terme $hC_1(t)$ représente le rendement en concrète $R(t)$ à l'instant t .

La concentration du soluté dans la phase liquide peut être représentée par :

$$C_1(t) = A - B e^{-bt} \quad (5)$$

où A, B et b sont des constantes déterminées expérimentalement.

Il est clair qu'à l'instant $t = 0$, $C_1(0) = 0$ et $A=B$. Au temps infini $C_1(t)$ sera égale à A ou concentration du soluté dans la phase liquide correspondant à l'épuisement de la phase solide.

Néanmoins, étant donné que l'extraction des solides est régie par des processus élémentaires limitants, un équilibre entre les deux phases s'établit pour un temps fini t_e (temps d'équilibre), au delà duquel la variation de la concentration du soluté dans la phase liquide devient négligeable (sans pour autant que le soluté contenu dans la phase solide soit totalement extrait).

Ainsi, au temps t_e , le terme Be^{-bt_e} devient négligeable par rapport à A et $C_1(t_e)$ sera égale à A, qui dans ce cas prend la valeur de la concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre : C_e

Posons $Be^{-bt_e} = a C_e$ (6)

tel que $a C_e \ll C_e$

où a est un nombre très inférieur à 1

A partir de l'équation (6), nous aurons :

$$t_e = \frac{1}{b} \ln \frac{B}{a C_e} \quad (7)$$

La constante a est déterminée par approximations successives, permettant de calculer t_e (équation 7) pour lequel $C_1(t_e)$ atteint la valeur C_e .

IV - 1 - 2 - Détermination expérimentale

La détermination de la fonction cinétique se résume par les étapes suivantes:

- détermination expérimentale de la teneur initiale du soluté dans la phase solide : C_0 , correspondant à un taux d'humidité de la plante et à une température d'extraction;

- détermination expérimentale de l'évolution de la concentration du soluté dans la phase liquide en fonction du temps : $C_1 = f(t)$, ainsi que la concentration à l'équilibre : C_e (pour les mêmes taux d'humidité de la plante et température d'extraction; l'hydromodule étant constant);

- mise en équation, type (5), des données expérimentales;
- détermination par approximations successives de la constante a et du temps t_e , permettant d'atteindre la concentration à l'équilibre;
- calcul du temps relatif : équation (3);
- calcul de γ : équation (4)
- mise en équation de $\gamma = f(\bar{t})$.

IV - 1 - 2 - 1 - Mode opératoire

En utilisant le dispositif de la figure 2, nous avons effectué des essais d'extraction à l'éther de pétrole [$65^\circ - 95^\circ\text{C}$] des échantillons de la plante ayant un taux d'humidité respectivement de 36,93% et 17,96%, dans les conditions opératoires précédemment déterminées : $T = 20^\circ\text{C}$, $w = 100 \text{ tr/mn}$, $h = 0,007 \text{ m}^3/\text{kg}$, durée d'extraction 4 heures.

Aussi, deux autres échantillons de la plante d'un même taux d'humidité : 31,93%, ont subi l'extraction à des températures de 20° et 40°C respectivement, $h=0,007 \text{ m}^3/\text{kg}$, $w = 100 \text{ tr/mn}$.

Des prélèvements séquentiels de la phase liquide ont été effectués au cours d'extraction. Les volumes prélevés ont été suffisamment petits pour éviter une variation importante de l'hydromodule, cette dernière a été estimée à $\pm 6\%$ pour l'ensemble des essais.

Après évaporation du solvant, la masse de la concrète dans chacune des fractions prélevées a été déterminée.

La teneur initiale du soluté dans la phase solide : C_0 a été déterminée par extraction avec circulation continue du solvant en boucle fermée (figure 3). Préalablement pesé, un échantillon de la plante est introduit dans une colonne thermostatée (de longueur 280 mm et diamètre 20 mm) et mis en contact permanent avec du solvant frais. L'épuisement est considéré complet lorsque l'indice de réfraction du solvant quittant la colonne devient égal à celui du solvant pur ($n_D^{20} = 1,3920$).

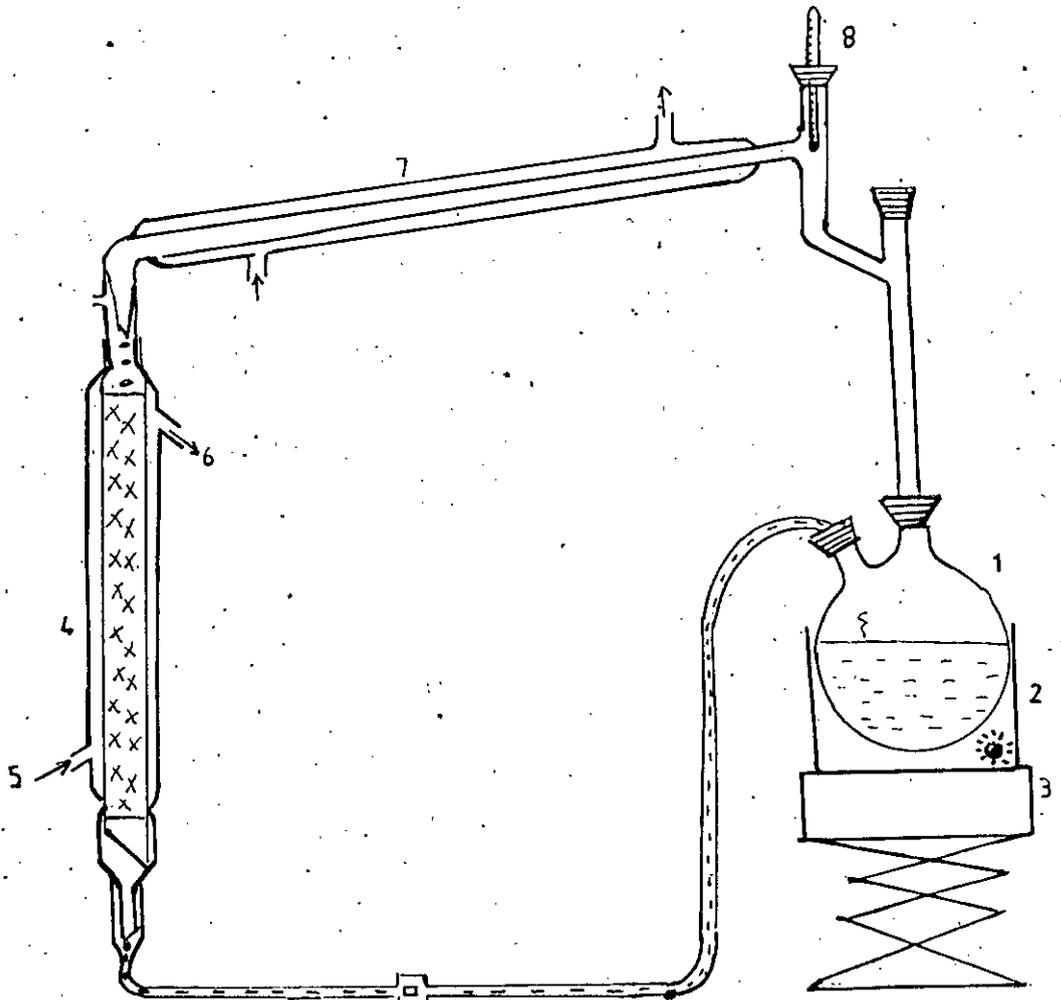


fig.3- Dispositif d'extraction avec circulation
du solvant en boucle fermée

- 1 - BALLON
- 2 - CHAUFFÉ BALLON
- 3 - SUPPORT
- 4 - COLONNE D'EXTRACTION
- 5 - ARRIVEE D'EAU DU BAIN THERMOSTATE
- 6 - SORTIE D'EAU
- 7 - REFRIGIRANT
- 8 - THERMOMETRE

IV - 1 - 2 - 2 - Résultats et calcul

La concentration de la concrète dans la phase liquide à l'instant t a été calculée à partir de sa masse dans chaque fraction et du volume de celle - ci.

Le rendement en concrète à l'instant t , exprimé en grammes de concrète par kg de matière végétale a été évalué par : $R(t) = h(t) C_1(t)$, où $h(t)$ est le rapport du volume de la phase liquide à l'instant t (en tenant compte du volume de la fraction prélevée) et la masse de la matière végétale.

Les valeurs moyennes des résultats expérimentaux sont regroupées dans le tableau 3.

Un exemple de calcul de la reproductibilité des résultats a été effectué en Annexe A - 2.

Tableau 3 : Variation du rendement en concrète en fonction du temps pour différents taux d'humidité de la plante et température d'extraction.

t (mn)	H% T (°C)	Rendement en concrète R (g/kg)			
		H=36,93% T=20°C	H=17,96% T=20°C	H=31,93% T=20°C	H=31,93% T=40°C
5		3,72	7,88	3,57	8,16
10		3,50	7,73	4,08	10,58
20		3,28	8,57	6,43	11,72
30		7,06	8,89	5,65	18,20
45		5,95	10,15	8,40	17,35
60		5,21	7,29	9,02	20,26
90		6,89	9,63		19,47
120		9,46	11,27	8,88	
180		8,46	8,80	9,48	20,47
240		9,39	9,39	11,41	22,64
$10^3 C_0$ (kg/kg)		16,45	17,25	16,78	36,52

Sur la base des résultats obtenus, nous avons tracé les courbes moyennes, représentant la variation du rendement en concrète en fonction du temps et établi les équations du type (5) respectives :

$$R_1(t) = 9,40 - 9,34 e^{-0,0303t} \quad H = 36,93\%, \quad T = 20^\circ\text{C} \quad (8)$$

$$R_2(t) = 10,50 - 10,23 e^{-0,0620t} \quad H = 17,96\%, \quad T = 20^\circ\text{C} \quad (9)$$

$$R_3(t) = 10,20 - 9,82 e^{-0,0363t} \quad H = 31,93\%, \quad T = 20^\circ\text{C} \quad (10)$$

$$R_4(t) = 22,00 - 19,40 e^{-0,0359t} \quad H = 31,93\%, \quad T = 40^\circ\text{C} \quad (11)$$

Sur la figure 4 sont présentés graphiquement les équations (8) et (9) donnant l'évolution du rendement en concrète en fonction du temps, lors de l'extraction à 20°C de deux échantillons de la plante, ayant différents taux d'humidité.

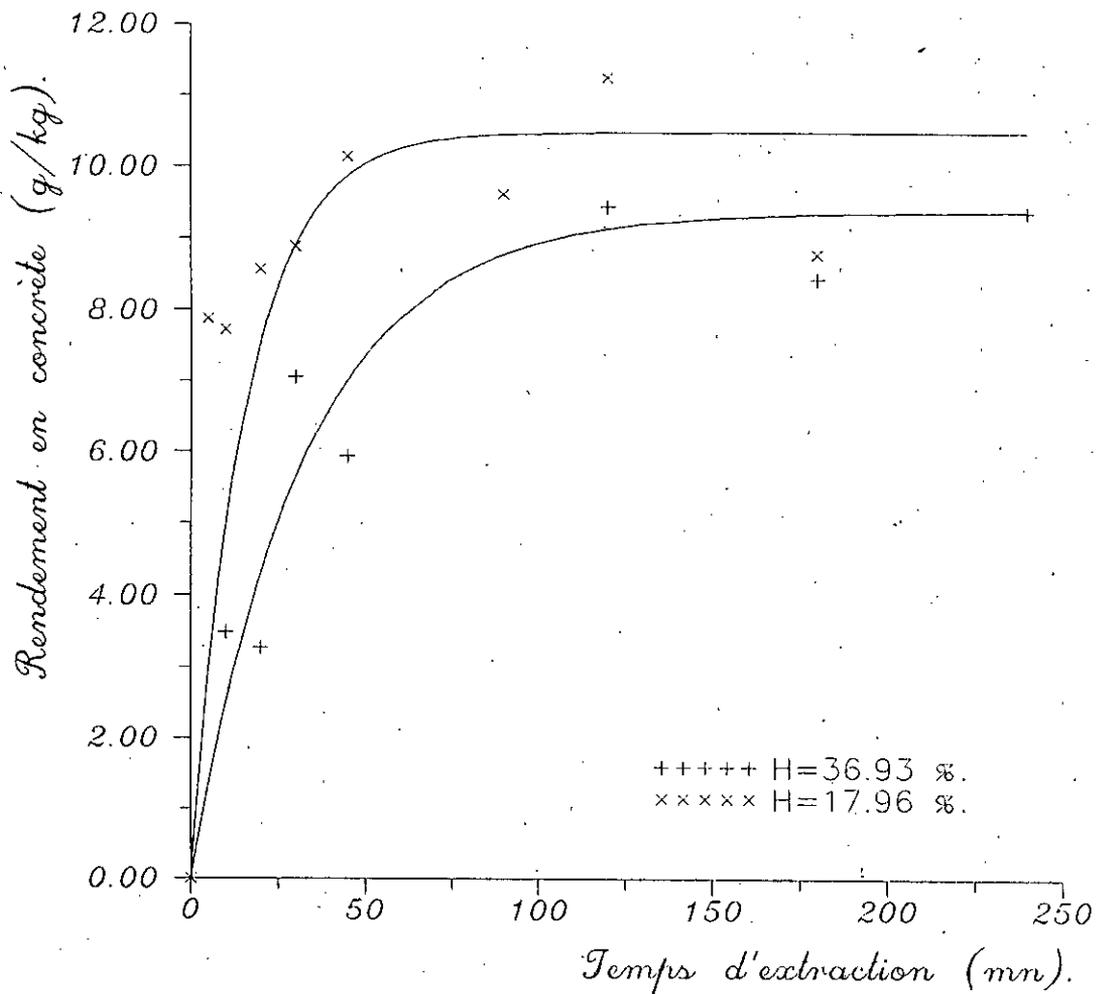


Fig.4— Evolution du rendement en concrète en fonction du temps pour différents taux d'humidité.

La figure 5 regroupe les courbes des équations (10) et (11), représentant la variation du rendement en concrète en fonction du temps, lors de l'extraction des échantillons de la plante du même taux d'humidité respectivement à 20° et 40°C.

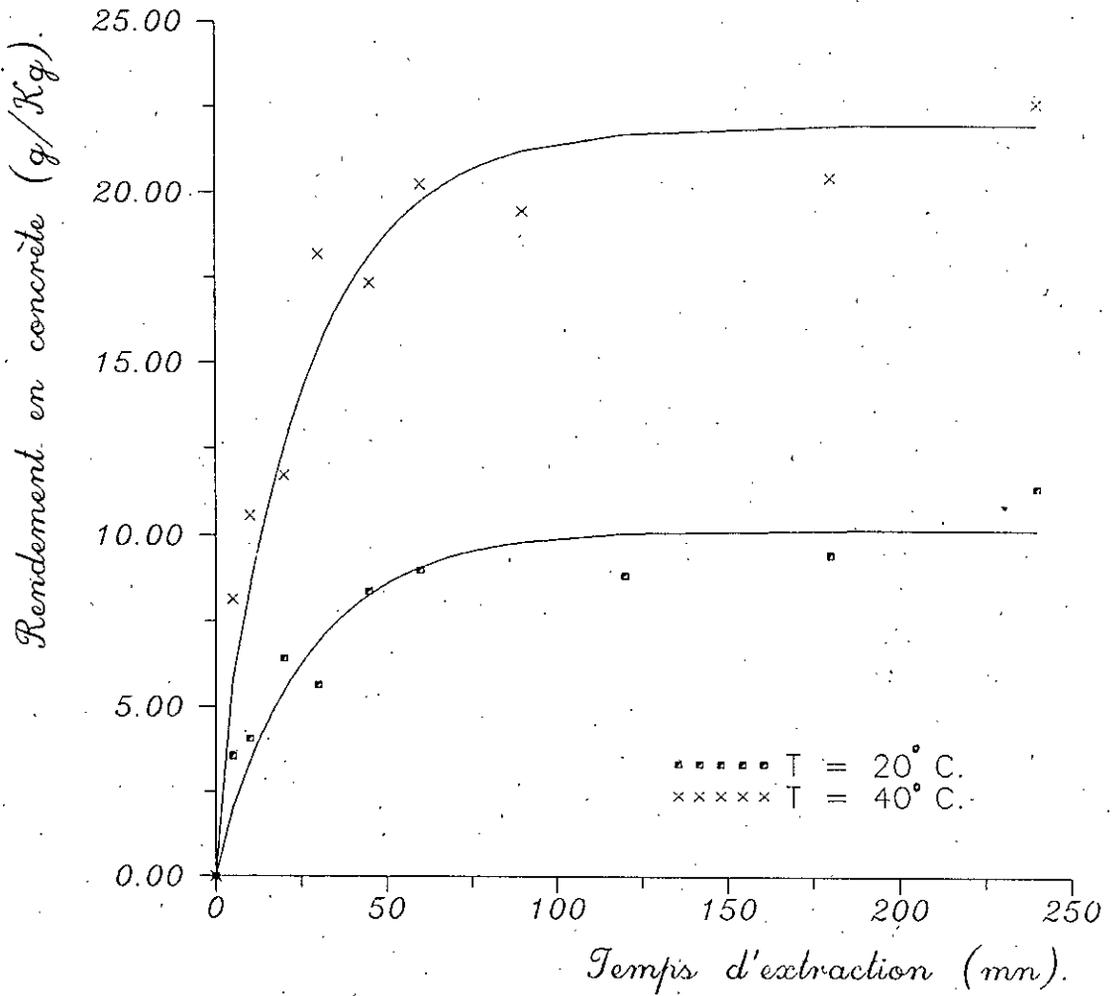


Fig.5— Evolution du rendement en concrète en fonction du temps, pour différentes températures.

La figure 6 donne la variation de la teneur initiale C_0 en fonction du taux d'humidité de la plante.

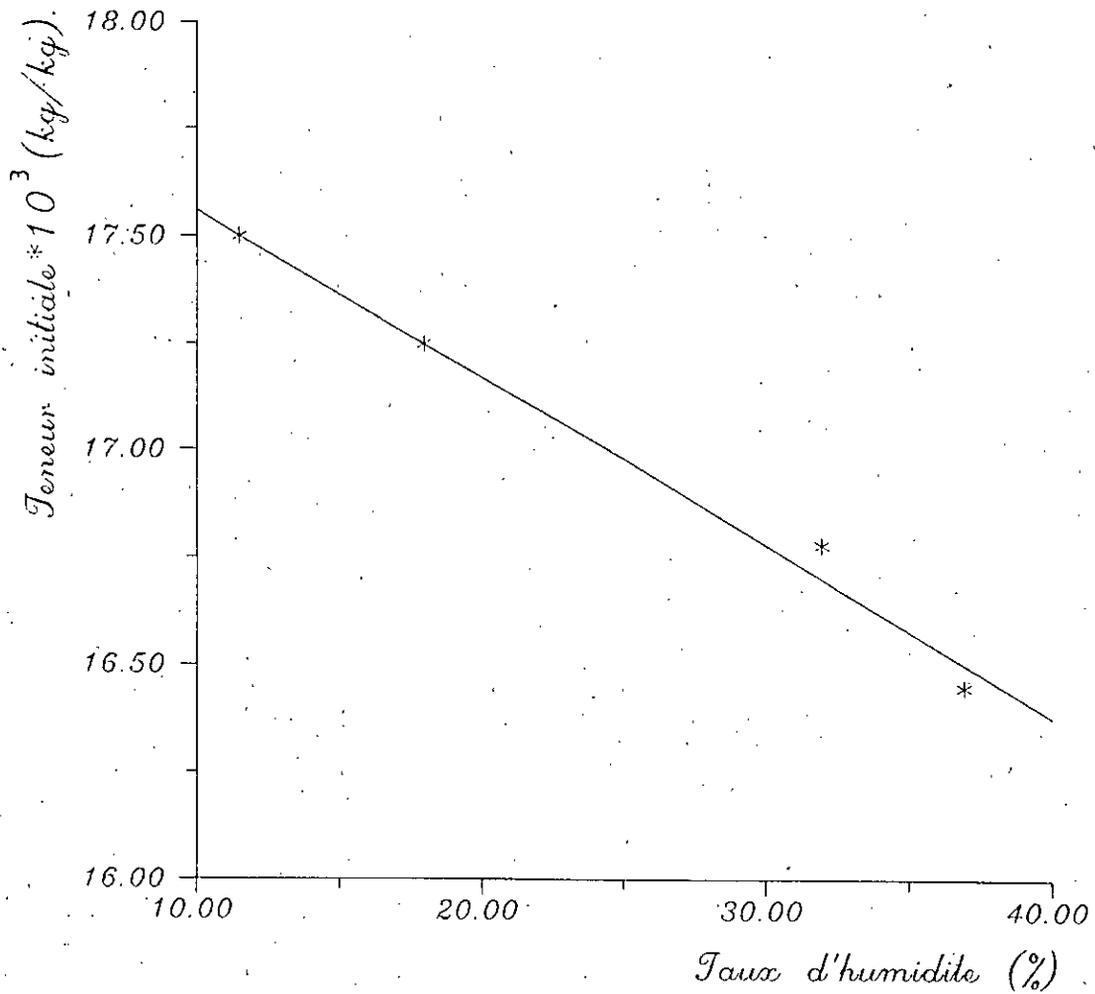


Fig.6— Variation de la teneur initiale de la concrète en fonction du taux d'humidité de la plante

Les figures 4, 5, 6 illustrent bien le fait que le rendement en concrète augmente avec la diminution du taux d'humidité de la plante et avec l'élévation de la température d'extraction.

Les équations mathématiques établies semblent représenter correctement l'évolution du rendement déterminé expérimentalement dans l'intervalle du temps 5 à 240 mn. Nous attribuons l'écart à l'origine observé aux erreurs expérimentales entre autre la variation d'hydromodule, due aux prélèvements de la phase liquide, estimé à $\pm 6\%$.

A partir des équations des courbes expérimentales, nous avons calculé le temps d'équilibre t_e , en attribuant à la constante a des valeurs de plus en plus petites, comme le montre l'exemple suivant :

Soit $R_1(t) = A - B e^{-bt} = 9,40 - 9,34 e^{-0,0303 t}$

On pose $9,34 e^{-0,0303 t_e} = a \cdot 9,40$

D'où $t_e = \frac{1}{0,0303} \text{Ln} \left(\frac{9,34}{a \cdot 9,4} \right)$

Pour	$a = 0,1$	$t_e = 76 \text{ mn}$	$R_1(t_e) = 8,46 \text{ g/kg}$
	$a = 0,01$	$t_e = 152 \text{ mn}$	$R_1(t_e) = 9,31 \text{ g/kg}$
	$a = 0,001$	$t_e = 228 \text{ mn}$	$R_1(t_e) = 9,39 \approx 9,40 \text{ g/kg}$

On a constaté que pour $a = 10^{-3}$, le temps d'équilibre estimé, permet d'approcher de près la valeur de A pour l'ensemble des équations.

Par ailleurs, il s'est avéré que le temps d'équilibre est indépendant de la température d'extraction et ne dépend que du taux d'humidité de la plante, de sorte que l'équilibre est atteint rapidement lorsque la teneur en eau est faible (tableau 4).

Tableau 4 : variation de t_e avec le taux d'humidité de la plante

H (%)	36,93	31,93	17,96
t_e (mn)	228	189	111

Ces résultats sont représentés graphiquement sur la figure 7.

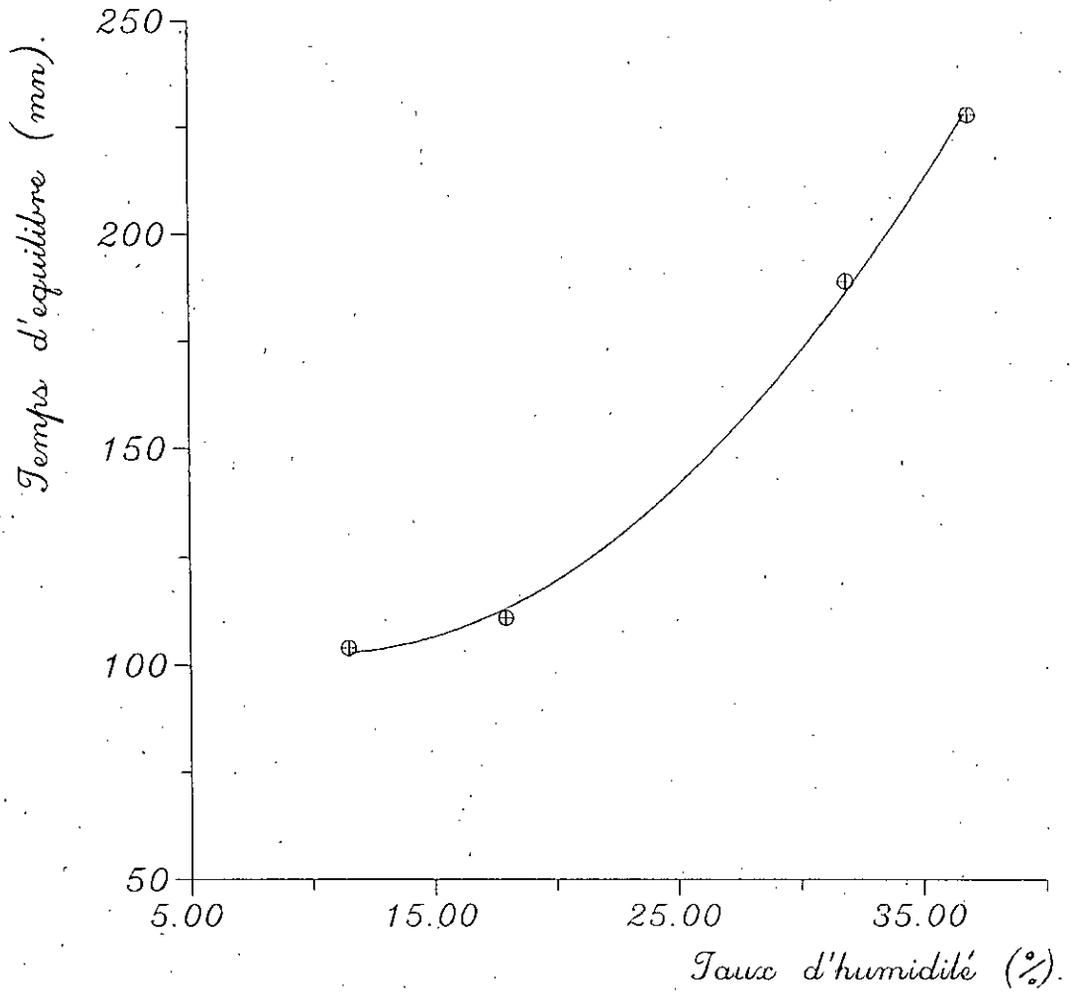


Fig.7— Variation du temps d'équilibre en fonction du taux d'humidité.

Connaissant le taux d'humidité de la plante, les courbes 6 et 7 peuvent être utilisées pour la détermination de la teneur initiale du soluté dans la matière végétale, ainsi que le temps d'équilibre permettant de prévoir la durée d'extraction.

En utilisant les équations (8), (9) et (11) ainsi que les valeurs de t_e et C_0 respectives, nous avons calculé pour chacun des essais γ et \bar{t} (tableau 5). Les valeurs obtenues sont représentées sur un même graphe $\gamma = f(\bar{t})$ (figure 8)

La figure 8 montre que l'ensemble des points expérimentaux décrivent une même courbe dont l'équation est :

$$\gamma(\bar{t}) = 0,4 + 0,6 e^{-6,73 \bar{t}} \quad (12)$$

L'équation (12) est la fonction cinétique de l'extraction d'*Artemisia herba - alba* Asso. par l'éther de pétrole avec un hydromodule de $0,007 \text{ m}^3/\text{kg}$.

Les résultats obtenus montrent que celle - ci est indépendante du taux d'humidité de la plante et de la température d'extraction.

IV - 1 - 3 - Exemple d'application de la fonction cinétique

Etablie pour une valeur d'hydromodule, la fonction cinétique permet de déterminer, sans réaliser l'expérience, l'équation mathématique de la variation du rendement en concrète en fonction du temps, pour la même valeur d'hydromodule, quelque soit la taux d'humidité de la plante, en se référant aux courbes $t_e = f(H)$ et $C_0 = f(H)$, déterminées au préalable pour une valeur de température d'extraction.

Pour mettre en évidence ceci, nous avons procédé au calcul de l'équation correspondant à l'évolution du rendement en concrète en fonction du temps d'extraction d'un échantillon de la plante ayant un taux d'humidité de 31,93%, dans les conditions pour lesquelles la fonction cinétique et la relation (10) ont été déterminées.

En se référant aux figures 6 et 7, on détermine les valeurs de C_0 et t_e correspondant aux taux d'humidité 31,93%.

$$t_e = 189 \text{ mn}$$

$$C_0 = 16,78 \cdot 10^{-3} \text{ kg/kg}$$

Tableau 5 : Valeurs de \bar{t} , R(t) et γ pour différents taux d'humidité et température d'extraction.

H = 36,93/ T = 20°C			H = 17,96% T = 20°C			H = 31,93% T = 40°C		
\bar{t}	R (g/kg)	γ	\bar{t}	R (g/kg)	γ	\bar{t}	R (g/kg)	γ
0,022	1,37	0,916	0,045	3,00	0,826	0,026	5,78	0,841
0,044	2,50	0,848	0,009	4,99	0,710	0,053	8,45	0,768
0,088	4,30	0,738	0,180	7,54	0,563	0,106	12,54	0,657
0,131	5,64	0,657	0,270	8,90	0,483	0,158	15,39	0,578
0,197	7,01	0,574	0,405	9,87	0,428	0,238	18,14	0,497
0,263	7,88	0,521	0,540	10,25	0,406	0,317	19,75	0,454
0,395	8,82	0,460	0,675	10,40	0,397	0,476	21,23	0,418
0,526	9,16	0,440	0,720	10,43	0,395	0,634	21,74	0,405
0,789	9,36	0,401	0,810	10,46	0,393	0,952	21,97	0,398
1,000	9,39	0,429	1,000	10,49	0,391	1,000	21,98	0,398

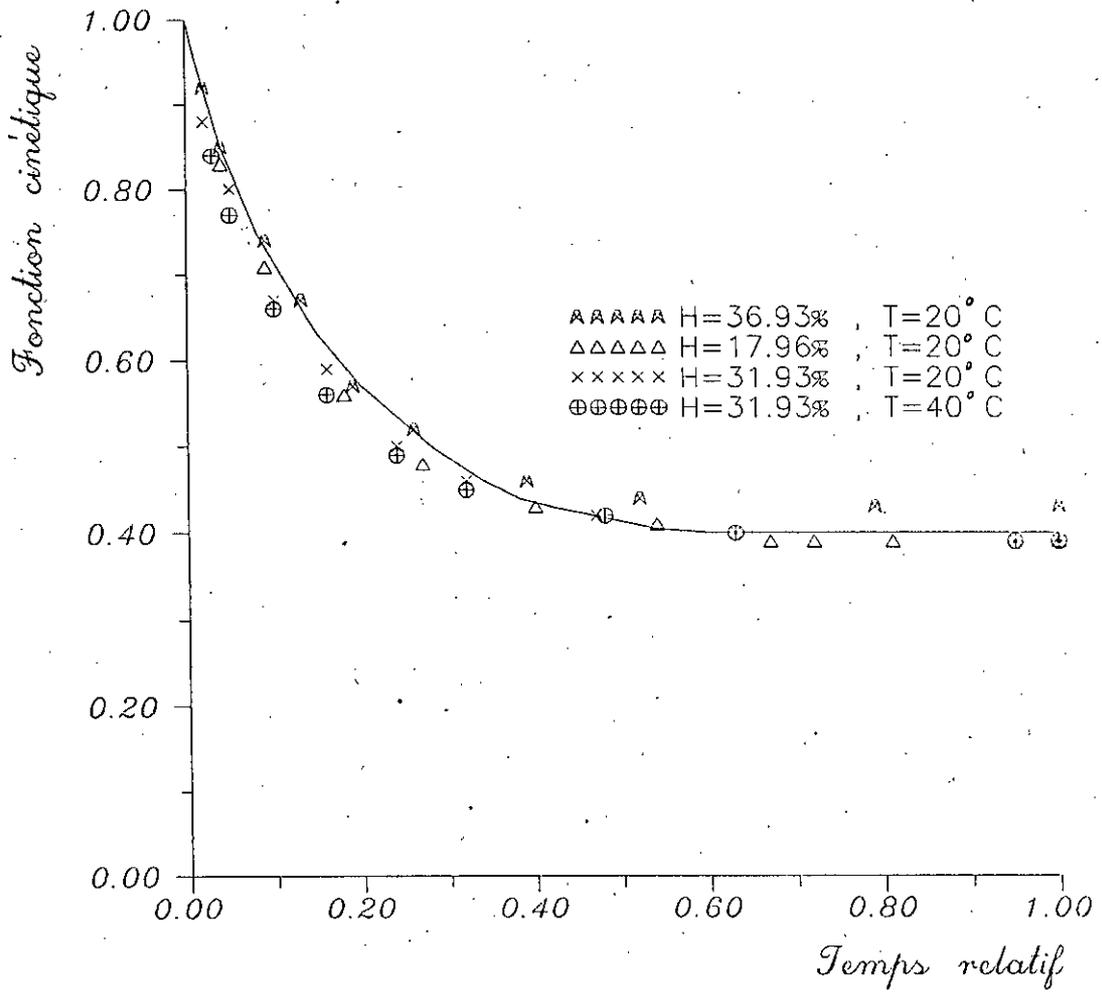


Fig.8—Influence du taux d'humidité et de la température d'extraction sur la fonction cinétique

En introduisant ces valeurs dans l'expression de $\gamma(\bar{t})$ on obtient :

$$\gamma(\bar{t}) = 0,4 + 0,6 e^{-6,73 t / 189} = 1 - \frac{7 \cdot 10^{-3} C_1(t)}{16,78 \cdot 10^{-3}}$$

La variation de la concentration de la concrète dans la phase liquide en fonction du temps sera donnée par :

$$C_1(t) = 1,44 - 1,44 e^{-0,0356 t} \quad (13)$$

L'équation de l'évolution du rendement en concrète avec le temps, exprimée en g de concrète par kg de matière végétale est :

$$R(t) = 10,07 - 10,07 e^{-0,0356 t} \quad (14)$$

Celle - ci a été comparée à l'équation de la courbe expérimentale (équation 10). En prenant comme référence cette dernière, nous avons estimé l'écart relatif sur les coefficients (tableau 6).

Tableau 6 : Comparaison des équations de R(t) : expérimentale et calculée à partir de $\gamma(\bar{t})$

Eq.de la courbe expérimentale	Eq.calculée à partir de $\gamma(\bar{t})$	Ecart relatif (%)		
		A	B	b
$R(t)=10,20-9,82 e^{-0,0363 t}$	$R(t)=10,07-10,07 e^{-0,0356 t}$	1,27	2,55	1,93

L'examen du tableau 6 montre que l'écart relatif des coefficients de l'équation de la courbe expérimentale et celle calculée à partir de la fonction cinétique est faible.

Il faut toutefois noter que l'erreur maximale concerne le coefficient B. L'imprécision sur ce coefficient explique le fait que les équations des courbes expérimentales (8-11) ne s'annulent pas à l'instant $t=0$.

La figure 9 met en évidence le fait que l'équation calculée à partir de la fonction cinétique représente correctement l'évolution du rendement en concrète en fonction du temps. En effet, la courbe est celle de l'équation (14); les points correspondent aux résultats expérimentaux.

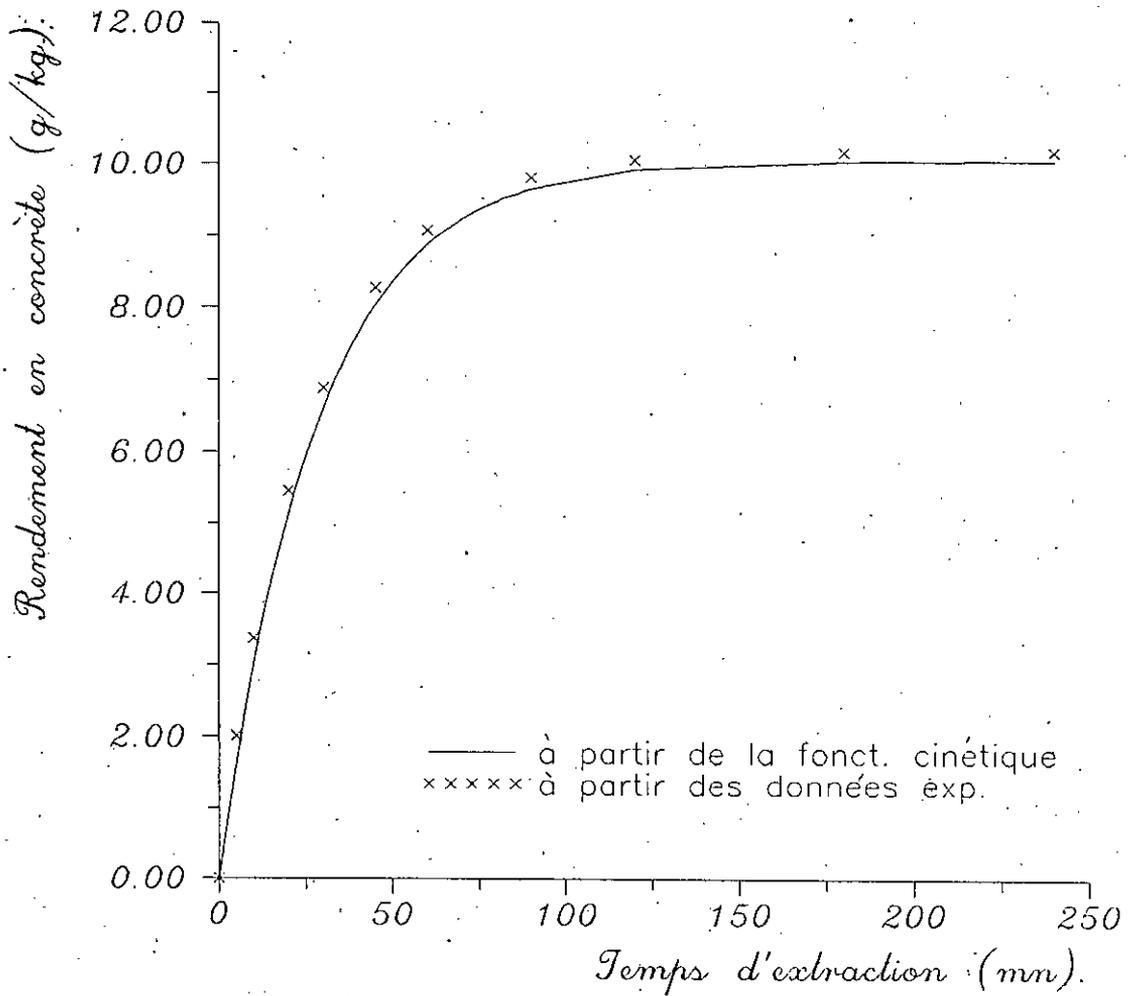


Fig.9— Courbes expérimentale et calculée à partir de la fonction cinétique.

Cet exemple montre que si $\gamma = f(\bar{t})$, $t_e = f(H)$ et $C_0 = f(H)$ sont préalablement établies, on peut décrire l'évolution du rendement en concrète en fonction du temps avec une précision satisfaisante. Il suffit de mesurer le taux d'humidité de la plante et de procéder au calcul de l'équation.

IV - 2 - FONCTION STANDARD

IV - 2 - 1 - Aspect théorique

La théorie de la fonction standard a vu le jour dans les années 50 [44]. Elle a été établie dans le but de décrire le phénomène de transfert de matière lors de l'extraction solide - liquide, en ne tenant compte que des particularités de la phase solide.

La fonction standard représente ainsi la variation de la concentration moyenne du soluté dans la phase solide en fonction du temps et a été proposée comme une des solutions possibles du système des deux équations de diffusion :

- la diffusion moléculaire en régime non stationnaire sans réaction chimique et pour une faible densité de transfert;
- la diffusion par convection due au déplacement de petits volumes de liquide (solution) de l'intérieur de la phase solide vers le liquide en mouvement.

Initialement la théorie de la fonction standard a été établie en ayant recours aux simplifications suivantes :

- le solide est constitué des particules de formes régulières et de dimensions identiques;
- le soluté est uniformément réparti dans la phase solide.

Par conséquent le milieu hétérogène (distribution irrégulière des pores) est assimilé à un milieu homogène équivalent (ignorer la texture réelle du solide) dont les propriétés sont caractérisées par la valeur constante du coefficient de diffusion apparent.

Dans ce cas les équations décrivant le transfert de matière dans une particule et pour l'ensemble des particules sont :

$$\begin{cases} \frac{\partial C_2(t)}{\partial t} = D_a \nabla^2 C_2(t) \\ -D_a \left(\frac{\partial C_2(t)}{\partial n} \right)_n = k [C_2(t)_n - C_1(t)] \end{cases} \quad (15)$$

où $C_2(t)$ représente la concentration du soluté dans la particule à l'instant t
 D_a , le coefficient de diffusion apparent
 k , le coefficient de diffusion par convection
 n , la distance entre les extrémités de la particule
 $C_1(t)$, la concentration du soluté dans la phase liquide à l'instant t .

Cette dernière : $C_1(t)$, a été supposée constante du fait que le but assigné à la fonction standard est de ne représenter que le phénomène qui a lieu dans la phase solide.

En pratique, ceci correspond à une dilution infinie de la phase liquide, permettant de négliger la variation de la concentration du soluté et de ne pas tenir compte de son influence sur le processus.

Dans ce cas, la fonction standard est exprimée par :

$$\overline{\phi^*}(t) = \frac{C_0 - \overline{C_2}(t)}{C_0 - C_1(0)} \quad (16)$$

Expression dans laquelle $\overline{\phi^*}(t)$ désigne fonction standard, C_0 la teneur initiale du soluté dans la phase solide, $\overline{C_2}(t)$ la concentration moyenne du soluté dans la phase solide et $C_1(0)$ la concentration initiale du soluté dans la phase liquide.

Elle représente la solution du système d'équations (15) avec les conditions limites suivantes :

$$\begin{array}{lll} t = 0 & \overline{C_2}(t) = C_0 & C_1(t) = C_1(0) & \overline{\phi^*}(t) = 0 \\ t > 0 & \overline{C_2}(t) = \overline{\overline{C_2}}(t) & C_1(t) = C_1(0) & \overline{\phi^*}(t) > 0 \\ t \rightarrow \infty & \overline{C_2}(t) \rightarrow 0 & C_1(t) = C_1(0) & \overline{\phi^*}(t) \rightarrow 1 \end{array} \quad (17)$$

Si pour certains solides de nature minérale en raison de leur structure cristalline, les simplifications précédentes peuvent être envisagées, le cas des solides d'origine végétale est bien plus complexe. En effet, il est difficile d'admettre que dans les solides d'origine végétale la distribution du soluté soit uniforme, d'autant plus que ce dernier s'y trouve en faible proportion et qu'une importante partie de la matière végétale est inerte vis-à-vis du solvant au cours de l'extraction.

Ainsi, le coefficient de diffusion ne peut être considéré constant dans toutes les directions et l'équation de diffusion moléculaire dans une particule i prend la forme :

$$\frac{\partial C_{2i}(x,y,z,t)}{\partial t} = \frac{\partial^2(D_x C_{2ix})}{\partial x^2} + \frac{\partial^2(D_y C_{2iy})}{\partial y^2} + \frac{\partial^2(D_z C_{2iz})}{\partial z^2} \quad (18)$$

Cependant, du fait que la phase liquide est une solution très diluée, le coefficient de diffusion peut être considéré constant [45].

$$D_x = D_y = D_z = D_a \quad (19)$$

Ainsi, si le solide est constitué de p particules de formes et dimensions différentes et la phase liquide est suffisamment diluée, pour décrire le processus de diffusion, on doit établir et résoudre le système de p équations suivant :

$$\begin{cases} \left(\frac{\partial C_{2i}}{\partial t} = D_a \nabla^2 C_{2i} \right. \\ \left. -D_a \left(\frac{\partial C_{2i}}{\partial n} \right)_n = k [C_{2in} - C_1(0)] \right. \end{cases} \quad (20)$$

où C_{2i} est la concentration du soluté dans chaque particule du solide qui est fonction des coordonnées de l'espace et du temps :

$$C_{2i} = C_{2i}(x,y,z,t) \quad i=1,2,3,\dots,p \quad \text{et } C_1(0)=\text{constante}$$

La condition $C_1(t) = C_1(0)$ à l'instant $t > 0$ est assurée pour un rapport entre le volume de la phase liquide et la masse du solide (hydromodule) très important.

Toutefois, vu les conditions pour lesquelles la fonction standard a été définie, sa détermination expérimentale présente des difficultés. En effet, la variation de la concentration du soluté dans la phase solide étant expérimentalement inaccessible.

On a généralement recours à l'évolution de la concentration du soluté dans la phase liquide et au bilan de matière. A cette démarche s'oppose le fait que l'expérience doit être réalisée en utilisant un hydromodule très élevé.

C'est le mérite de AXELROTH et col. vers les années 70 [46] d'avoir proposé une solution originale à ce problème en faisant appel à la transformée de Laplace.

Appliquée à l'équation de diffusion, celle-ci permet l'élimination de la variable temps et donne l'expression de la concentration du soluté en fonction des coordonnées de l'espace. Cette expression est ensuite transformée de manière à aboutir à une relation qui satisfait les conditions limites [45].

L'expérience est réalisée avec un hydromodule permettant de suivre l'évolution de la concentration du soluté dans la phase liquide.

Deux autres conditions opératoires doivent être assurées :

- une agitation des phases en contact suffisante pour permettre d'atteindre la diffusion interne (éliminer la résistance au transfert dans la phase liquide)
- une durée de contact des deux phases suffisante pour atteindre l'équilibre des concentrations du soluté dans les deux phases.

L'état d'équilibre est caractérisé par des concentrations du soluté sensiblement égales dans le solvant libre et dans celui imbibant la matière insoluble [47, 48].

Réalisée dans ces conditions, l'expérience nous permet d'accéder aux courbes expérimentales $C_1 = f(t)$ et à la concentration du soluté à l'équilibre : C_e .

$C_1(t)$ étant connue, il est possible de déterminer $\overline{C_2(t)}$ en établissant l'équation de bilan de matière.

En effet, on peut écrire :

$$m_0 - m_2(t) = m_1(t) - m_1(0) \quad (21)$$

m_0 et $m_2(t)$ désignent respectivement les masses initiale et à l'instant t du soluté dans la phase solide (kg).

$m_1(t)$ la masse du soluté dans la phase liquide à l'instant t (kg)

et $m_1(0)$ la masse initiale du soluté dans la phase liquide (kg)

Si un solvant frais est utilisé alors $m_1(0) = 0$.

m_0 peut être déterminée expérimentalement en procédant à l'épuisement complet de la matière végétale par le solvant.

La masse $m_1(t)$ peut être calculée à partir de la relation :

$$C_1(t) = \frac{m_1(t)}{V} \quad (22)$$

où V représente le volume de la phase liquide en m^3

La masse du soluté dans la phase solide à l'instant t est alors déduite à partir de l'équation (21) :

$$m_2(t) = m_0 - m_1(t) + m_1(0) \quad (23)$$

Par ailleurs, pour une masse M du solide soumis à l'extraction, les concentrations C_0 et $\overline{C_2(t)}$ seront :

$$\text{Teneur initiale : } C_0 = \frac{m_0}{M} \quad (24)$$

$$\text{Concentration moyenne à } t : \overline{C_2(t)} = \frac{m_2(t)}{M}$$

Néanmoins, dans le cas d'un solide d'origine végétale, il faut tenir compte du fait qu'une partie de la matière végétale n'est pas concernée par le processus d'extraction. Elle se comporte comme un support inert dépourvu du soluté.

La part de la matière végétale contenant le soluté peut être estimée en faisant appel à la porosité interne du solide.

Si par ε on note la fraction volumique des pores du solide contenant le soluté :

$$\varepsilon = \frac{\text{volume des pores contenant le soluté}}{\text{volume total des pores du solide}} \quad (25)$$

La masse de la matière végétale contenant le soluté sera :

$$M' = \varepsilon M$$

Ainsi,

$$C_0 = \frac{m_0}{\varepsilon M} \quad (26)$$

et,

$$\overline{C_2(t)} = \frac{m_2(t)}{\varepsilon M}$$

En introduisant les expressions (22) et (26) dans l'équation de bilan de matière (21), on obtient :

$$\begin{aligned} \varepsilon M C_0 - \varepsilon M \overline{C_2(t)} &= V C_1(t) - V C_1(0) \\ \varepsilon C_0 - \varepsilon \overline{C_2(t)} &= \frac{V}{M} C_1(t) - \frac{V}{M} C_1(0) \end{aligned}$$

or $\frac{V}{M}$ représente l'hydromodule h en m^3/kg ,

d'où :

$$\begin{aligned} \varepsilon C_0 - \varepsilon \overline{C_2(t)} &= h (C_1(t) - C_1(0)) \\ C_1(t) - C_1(0) &= \frac{\varepsilon}{h} (C_0 - \overline{C_2(t)}) \end{aligned} \quad (27)$$

Posons $\frac{\varepsilon}{h} = \beta$, alors :

$$C_1(t) - C_1(0) = \beta (C_0 - \overline{C_2(t)}) \quad (28)$$

β peut être déterminé expérimentalement à condition que l'expérience soit menée jusqu'à l'établissement de l'équilibre des concentrations dans les deux phases : dans ce cas on peut estimer β à l'équilibre par :

$$\beta = \frac{C_e - C_1(0)}{C_0 - C_e} \quad (29)$$

A partir des données expérimentales : $C_1 = f(t)$, $C_1(0)$, C_0 , C_e et en utilisant l'équation de bilan de matière (28), on peut accéder à la fonction standard en faisant appel à la transformée de Laplace :

On note par $\phi_i^*(x, y, z, t)$ la solution du système d'équations (20) et par $M_i^*(x, y, z, s)$ sa transformée de Laplace.

$$M_i^*(x, y, z, s) = \mathbf{L} \left\{ \phi_i^*(x, y, z, t) \right\} \quad (30)$$

La transformée de Laplace du système d'équations (20) s'écrira alors :

$$s M_i^*(x, y, z, s) = D_a \nabla^2 M_i^*(x, y, z, s) \quad (31)$$

$$- D_a \left(\frac{\partial M_i^*(x, y, z, s)}{\partial n} \right)_n = k \left(M_i^*(x, y, z, s)_n - \frac{1}{s} \right) \quad (32)$$

Par ailleurs la transformée de Laplace de la fonction standard est donnée par

$$\overline{M^*}(s) = \mathbf{L} \left\{ \overline{\phi^*}(t) \right\} \quad (33)$$

Si $C_1(t)$ varie en fonction du temps, comme c'est le cas dans la démarche expérimentale adaptée, on pose :

$$G(t) = \frac{C_0 - C_1(t)}{C_0 - C_1(0)} \quad (34)$$

$$\phi_i(x, y, z, t) = \frac{C_0 - C_{2i}(x, y, z, t)}{C_0 - C_1(0)} \quad (35)$$

En introduisant les expressions de $G(t)$ et $\phi_i(x, y, z, t)$ dans le système d'équations (15), on obtient :

$$\left(\frac{\partial \phi_i(x,y,z,t)}{\partial t} = D_a \nabla^2 \phi_i(x,y,z,t) \right) \quad (36)$$

$$\left(D_a \frac{\partial \phi_i(x,y,z,t)}{\partial n} = k [\phi_i(x,y,z,t) - G(t)] \right) \quad (37)$$

Si $N(s)$ et $M_i(x,y,z,s)$ sont les transformées de Laplace de $G(t)$ et $\phi_i(x,y,z,t)$:

$$N(s) = \mathbf{L} \{G(t)\} \quad (38)$$

$$M_i(x,y,z,s) = \mathbf{L} \{\phi_i(x,y,z,t)\}$$

La transformée de Laplace du système d'équations (36) et (37) sera :

$$\left(s M_i(x,y,z,s) = D_a \nabla^2 M_i(x,y,z,s) \right) \quad (39)$$

$$\left(D_a \left(\frac{\partial M_i(x,y,z,s)}{\partial n} \right)_n = k [M_i(x,y,z,s) - N(s)] \right) \quad (40)$$

Par ailleurs, puisque s et $N(s)$ sont indépendantes de n , on peut multiplier les deux membres de l'équation (40) par $s N(s)$:

$$D_a \left(\frac{\partial M_i^*(x,y,z,s)}{\partial n} \right)_n s N(s) = k [M_i^*(x,y,z,s) s N(s) - N(s)] \quad (41)$$

La comparaison des équations (40) et (41) nous permet de déduire que :

$$M_i(x,y,z,s) = M_i^*(x,y,z,s) s N(s) \quad (42)$$

D'autre part, en introduisant les expressions (34) et (35) dans l'équation de bilan de matière (28), on obtient :

$$G(t) + \beta \phi_i(x,y,z,t) = 1 \quad (43)$$

La transformée de Laplace de cette équation s'écrit :

$$N(s) + \beta M_i(x,y,z,s) = \frac{1}{s} \quad (44)$$

En remplaçant $M_1(x, y, z, s)$ de la relation (42) dans l'équation (44) on aura :

$$N(s) + \beta M_1^*(x, y, z, s) \approx N(s) = \frac{1}{s}$$

d'où

$$M_1^*(x, y, z, s) = \frac{1}{\beta s} \left[\frac{1}{s N(s)} - 1 \right] \quad (45)$$

dont la moyenne par rapport au système de coordonnées sera :

$$\overline{M^*(s)} = \frac{1}{\beta s} \left[\frac{1}{s N(s)} - 1 \right] \quad (46)$$

or $\overline{M^*(s)}$ étant la transformée de Laplace de la fonction standard, cette dernière est égale à l'inverse de la transformée de Laplace de $\overline{M^*(s)}$:

$$\overline{\phi^*(t)} = L^{-1} \left\{ \overline{M^*(s)} \right\} \quad (47)$$

Sur la figure 10, nous résumons la démarche adoptée pour la détermination de la fonction standard.

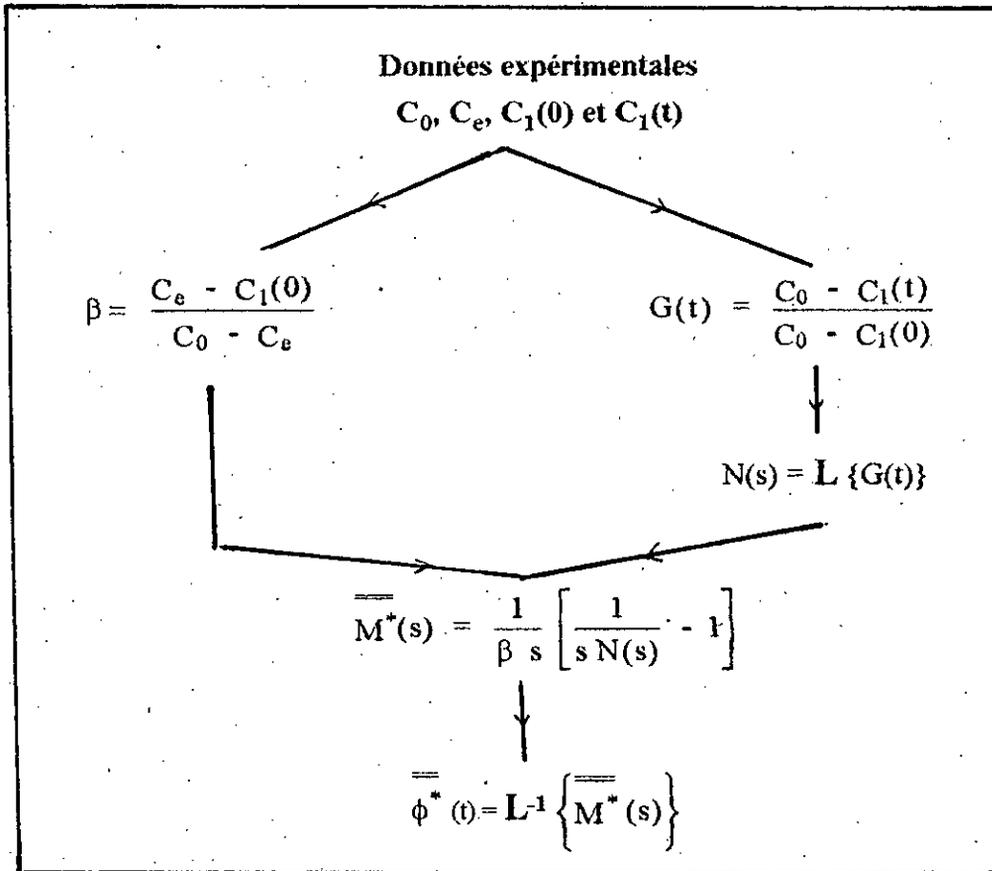


Figure 10 - Schéma de détermination de $\overline{\overline{\phi}}^*(t)$

La fonction standard a été utilisée avec succès dans le cas d'extraction des matières végétales [49, 50].

Son intérêt réside dans le fait qu'elle permet la détermination des équations donnant l'évolution du rendement en soluté en fonction du temps, pour un hydromodule quelconque, à condition que le produit βh soit constant.

IV - 2 - 2 - Détermination expérimentale

En utilisant l'appareillage de la figure 2, des échantillons de la plante ayant un taux d'humidité de 11,48%, ont subi des extractions à 20°C au moyen de l'éther de pétrole [65° - 95°C], et ce en fixant l'hydromodule à 0,008 m³/kg et 0,009 m³/kg respectivement.

Les prélèvements séquentiels des échantillons de la phase liquide ont permis de suivre l'évolution de la concentration de la concrète en fonction du temps.

Aussi, l'épuisement complet de la matière végétale avec circulation continue du solvant en boucle fermée a permis d'accéder à la teneur initiale de la concrète dans la plante et ce au moyen du dispositif de la figure 3.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau 7.

Tableau 7 : Evolution du rendement en concrète avec le temps pour différents hydromodules.

h = 0,008 m ³ /kg		h = 0,009 m ³ /kg	
t (mn)	R ₈ (g/kg)	t (mn)	R ₉ (g/kg)
5	6,74	5	2,64
10	7,12	10	3,34
20	7,49	20	6,21
30	9,04	30	4,19
45	8,30	45	6,68
60	9,82	60	7,97
90	8,97	90	5,28
120	9,67	120	3,93
180	8,83	180	3,47
240	7,25	240	10,35

Teneur initiale : C₀ = 17,5 10⁻³ kg/kg

Nous avons établi les équations du type (5) des courbes expérimentales :

$$R_8(t) = 9,70 - 7,39 e^{-0,0606 t} \quad (48)$$

$$R_9(t) = 9,20 - 9,09 e^{-0,0540 t} \quad (49)$$

Sur la figure 11 sont présentées les courbes expérimentales donnant la variation du rendement en concrète en fonction du temps pour les deux hydromodules fixés.

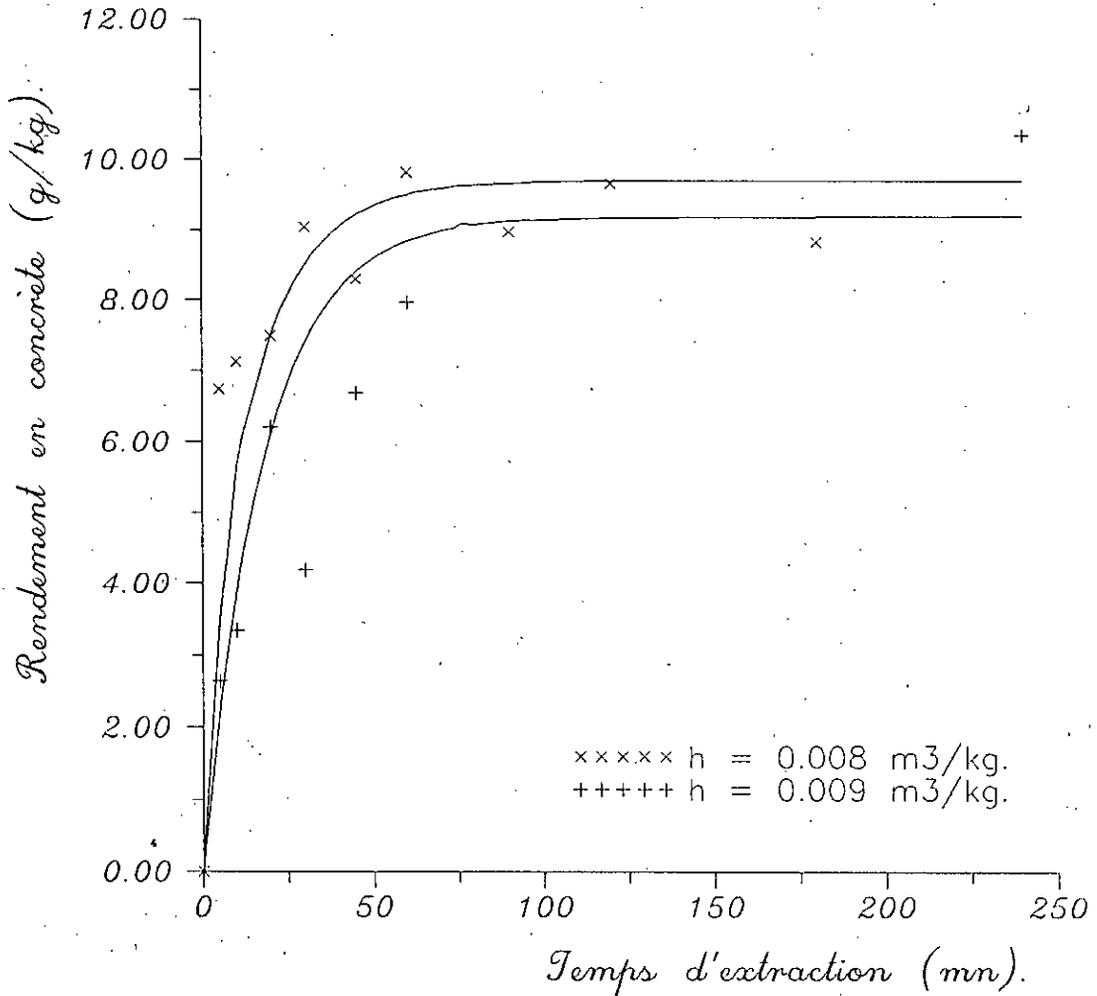


Fig.11—Variation du rendement en concrète en fonction du temps pour différents hydromodules.

En adoptant la démarche de la figure 10 et en utilisant les équations des courbes (48), (49), nous avons calculé la fonction standard pour les deux hydromodules ¹ :

$$\overline{\overline{\phi^*}}(t) = 1,001 - 0,987 e^{-0,0275 t} \quad \text{pour } h = 0,008 \text{ m}^3/\text{kg} \quad (50)$$

$$\overline{\overline{\phi^*}}(t) = 1,002 - 0,995 e^{-0,0258 t} \quad \text{pour } h = 0,009 \text{ m}^3/\text{kg} \quad (51)$$

Ces équations mathématiques sont représentées graphiquement sur la figure 12 qui montre que la fonction standard est indépendante de l'hydromodule.

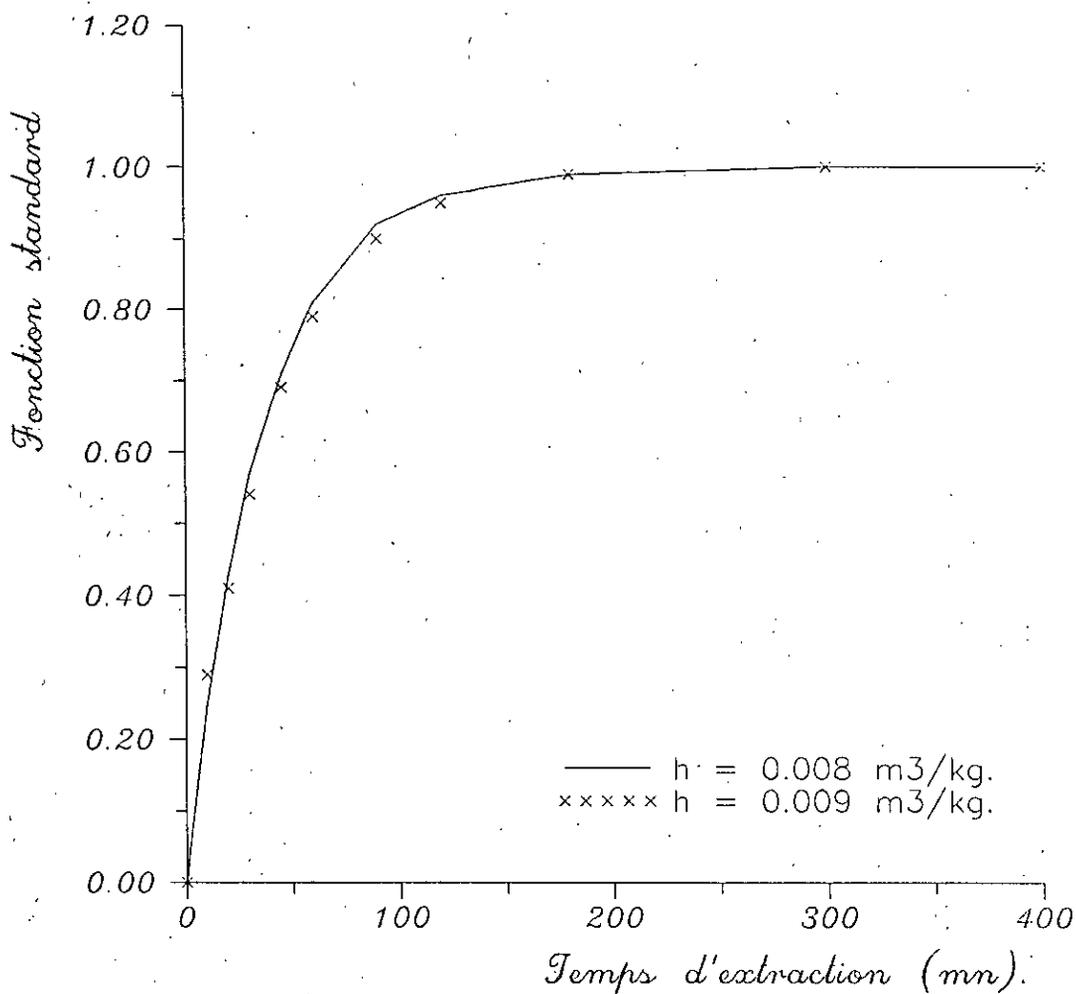


Fig.12—Variation de la fonction standard en fonction du temps pour différents hydromodules

¹Dans l'expression de G(t) au lieu de C₁(t) nous avons utilisé le produit h C₁(t) qui correspond à R(t) (g/kg)

La fonction standard décrivant la cinétique de l'extraction d'*Artemisia herba - alba Asso.* (à 20°C et pour H = 11,48%) par l'éther de pétrole est exprimée par :

$$\overline{\phi^*}(t) = 1,001 - 0,991 e^{-0,0267 t} \quad (52)$$

Les coefficients de cette équation sont les moyennes arithmétiques de ceux des équations (50) et (51).

Il faut remarquer que le facteur β varie avec l'hydromodule, alors que le produit βh est pratiquement constant et égal à 0,01.

IV - 2 - 3 - Exemple d'application de la fonction standard

Nous avons utilisé l'équation de la fonction standard et le produit βh , estimé à 0,01 (H = 11,48%, T=20°C), pour calculer, sans réaliser l'expérience, l'équation mathématique correspondant à l'évolution en fonction du temps du rendement en concrète, lors de l'extraction à 20°C d'un échantillon de la plante ayant le même taux d'humidité, avec un hydromodule différent : 0,007 m³/kg

Nous avons procédé comme suit :

- calcul de β à partir de $\beta h = 0,01$;

$$h = 0,007 \text{ m}^3/\text{kg}, \quad \beta = 1,428$$

- calcul de $\overline{M^*}(s)$

$$\overline{M^*}(s) = \mathcal{L}^{-1} \left\{ \overline{\phi^*}(s) \right\} = \frac{1,001}{s} - \frac{0,991}{s + 0,0267}$$

- calcul de N(s)

$$N(s) = \frac{1}{s \left[1 + \beta s \overline{M^*}(s) \right]} = \frac{0,412}{s} + \frac{0,574}{s + 0,640}$$

- calcul de G(t); $C_1(0) = 0$

$$G(t) = \mathcal{L}^{-1} \{N(s)\} = 0,412 + 0,574 e^{-0,640 t}$$

- calcul de R(t)

$$1 - \frac{R(t)}{C_0} = 0,412 + 0,574 e^{-0,640 t}$$

$$C_0 = 17,5 \text{ kg/kg}$$

$$R(t) = 10,29 - 10,04 e^{-0,0639 t} \quad (53)$$

IV - 3 - UTILISATION SIMULTANEE DES FONCTIONS CINETIQUE ET STANDARD POUR LA DESCRIPTION DE LA CINETIQUE D' EXTRACTION

Indépendante du taux d'humidité de la plante et de la température d'extraction, la fonction cinétique donne la possibilité d'accéder à l'équation $R(t)$ à un hydromodule pour lequel elle a été déterminée.

Indépendante de l'hydromodule, la fonction standard peut être appliquée pour une température et un taux d'humidité pour lesquels elle a été établie.

L'intérêt de l'utilisation simultanée de ces fonctions réside dans le fait qu'elles nous permettent de passer d'une équation donnant la variation du rendement en concrète en fonction du temps à une autre pour différents : hydromodules, températures, et taux d'humidité de la plante.

A titre d'exemple, nous avons déterminé, en faisant appel à la fonction cinétique, l'équation du rendement en concrète en fonction du temps, dans les conditions opératoires du paragraphe IV-2-3 : $h = 0,007 \text{ m}^3/\text{kg}$; $H = 11,48\%$, $T = 20^\circ\text{C}$.

En se référant aux figures 6 et 7, nous avons déterminé les valeurs de C_0 et t_e , correspondant au taux d'humidité 11,48% :

$$t_e = 104 \text{ mn} ; C_0 = 17,5 \cdot 10^{-3} \text{ kg/kg}$$

En suivant la démarche de calcul du paragraphe IV-1-3; nous avons abouti à l'équation suivante

$$R(t) = 10,50 - 10,50 e^{-0,0647 t} \quad (54)$$

Le tableau 8 regroupe les équations calculées à partir des deux fonctions et l'erreur relative sur leurs coefficients, estimée en prenant comme référence l'équation établie à partir de $\gamma(\bar{t})$

Tableau 8 : Comparaison des équations de R(t)

Eq. calculée à partir de $\phi^*(t)$	Eq. calculée à partir de $\gamma(\bar{t})$	Erreur relative sur les coefficients %		
		A	B	b
$R(t)=10,29-10,04e^{-0,0640t}$	$R(t)=10,05-10,50e^{-0,0647t}$	0,02	4,38	1,08

L'erreur relative sur les coefficients est faible et n'excède pas l'erreur expérimentale.

A partir de ce résultat, nous pouvons conclure que l'utilisation simultanée de $\gamma(\bar{t})$ et $\phi^*(t)$ permet de confronter le choix des conditions opératoires en limitant considérablement le nombre d'expériences.

IV - 4 - LIMITES D'UTILISATION DES FONCTIONS CINETIQUE ET STANDARD

Dans cette étude nous avons voulu vérifier si les fonctions cinétique et standard précédemment établies peuvent être utilisées pour décrire la cinétique d'extraction, quelque soit la nature du solvant ou le lieu et la période de végétation de la plante.

Une telle étude était théoriquement justifiée, à notre avis, car, dans les expressions mathématiques des deux fonctions, figure le rapport $\frac{C_1(t)}{C_0}$, qui pourrait s'avérer indépendant de ces paramètres.

A cet effet nous avons effectué deux séries d'essais, en utilisant, dans un premier temps, des échantillons de la plante fleurie, récoltée aux environs de Bordj-Bou-Argeridj (provenant du lot, utilisé lors des essais précédents) et la fraction d'éther de pétrole correspondant à l'intervalle de température [45° - 65°C] (Merck).

Dans la deuxième série d'essais nous avons soumis à l'extraction par l'éther de pétrole [65° - 95°C], des échantillons d'*Artemisia herba - alba*, récoltés pendant la période de formation des boutons floraux (Mai 1992) aux environs de la ville d'AFLOU.

Des études antérieures [S.CHARCHARI, E.N.P, Alger, Travaux en cours] concernant la composition de l'huile essentielle de la plante des deux peuplements font état de leur appartenance au même chémotypes.

Toutefois, l'aspect extérieur des deux lots laissait supposer une texture différente de la matière végétale, la formation du bois étant bien avancée dans la plante fleurie.

Les essais d'extraction ont été réalisés, en utilisant le dispositif et le protocole expérimental déjà évoqués, dans les mêmes conditions opératoires à savoir $T = 20^{\circ}\text{C}$, $w = 100 \text{ tr/mn}$, $h = 0,007 \text{ m}^3/\text{kg}$.

A partir des résultats expérimentaux : $R = f(t)$ et C_0 , nous avons établi les équations des courbes expérimentales et estimé les valeurs de t_e et ε , exprimées par le produit βh . Ces dernières sont regroupées dans le tableau 9.

Tableau 9 : $R = f(t)$, C_0 , t_e et βh , déterminés pour différents, coupes d'éther de pétrole et échantillons d'*Artemisia herba - alba*.

Solvant	Ether de pétrole [45 - 65°C]	Ether de pétrole [65°-95°C]
Matière végétale	Bordj-Bou-Argeridj	Aflou
H (%)	12,97	14,42
$10^3 C_0 \text{ kg/kg}$	11,74	14,85
R(t)	$R(t) = 6,30 - 5,72e^{-0,0395t}$	$R(t) = 5,00 - 4,63e^{-0,0502t}$
$t_e \text{ (mn)}$	172	136
ε	0,008	0,003

Les résultats obtenus suscitent les remarques suivantes :

- Les relations $t_e = f(H)$ et $C_0 = f(H)$ établies précédemment (figure 6 et 7) ne sont pas valables, dans les cas précis, on constate en effet un écart important entre les valeurs de t_e et C_0 déterminées expérimentalement et celles déduites des figures 6 et 7 pour les taux d'humidité respectifs;

- Quant à la valeur de ε , celle-ci est sensiblement la même pour la plante en provenance de Bordj-Bou-Argeridj ($\approx 0,01$) et très inférieure pour la plante d'Aflou. La différence observée témoigne de la texture différente des deux échantillons.

Par conséquent, si la tentative de retrouver les équations $R = f(t)$ pour l'extraction de la plante en provenance d'Aflou a échoué, nous nous sommes rendus compte que les équations des fonctions cinétique et standard peuvent être utilisées avec une précision satisfaisante pour la description de la cinétique d'extraction de la matière végétale, pour laquelle elles sont établies, quelque soit le solvant utilisé. Il est cependant nécessaire d'établir les relations $t_e = f(H)$ et $C_0 = f(H)$ pour le nouveau système solide - liquide.

En effet, à partir des données expérimentales, obtenues lors de l'extraction de la plante de Bordj-Bou-Argeridj à l'éther de pétrole [45°-65°C] (tableau 9) nous avons déterminé l'équation de la fonction cinétique $\gamma(\bar{t})$:

$$\gamma(\bar{t}) = 0,46 + 0,54 e^{-6,79 \bar{t}} \quad (55)$$

En comparant cette dernière à celle de $\gamma(\bar{t})$ (équation 12), déterminée pour la même matière végétale et un autre solvant :

$$\gamma(\bar{t}) = 0,40 + 0,60 e^{-6,73 \bar{t}}$$

On relève le faible écart des coefficients des deux équations. Ceci signifie que le rapport $\frac{C_1(t)}{C_0}$ est sensiblement constant quelque soit le solvant utilisé.

D'autre part, à partir de la fonction standard (52) nous avons calculé l'équation $R(t)$ correspondant à l'extraction de la plante de Bordj-Bou-Argeridj par l'éther de pétrole [45° - 65°C] :

$$R'_\phi(t) = 6,29 - 6,16 e^{-0,0569 t} \quad (56)$$

Sur la figure 13 sont présentées graphiquement l'équation calculée et celle déterminée à partir des données expérimentales. On remarque que la courbe calculée représente correctement l'évolution en fonction du temps du rendement en concrète, déterminée expérimentalement.

Les résultats de cette étude nous amènent à conclure que les fonctions cinétique et standard sont indépendantes de la nature du solvant; mais ne peuvent être utilisées que pour la phase solide, pour laquelle elles ont été établies. Cette conclusion corrobore

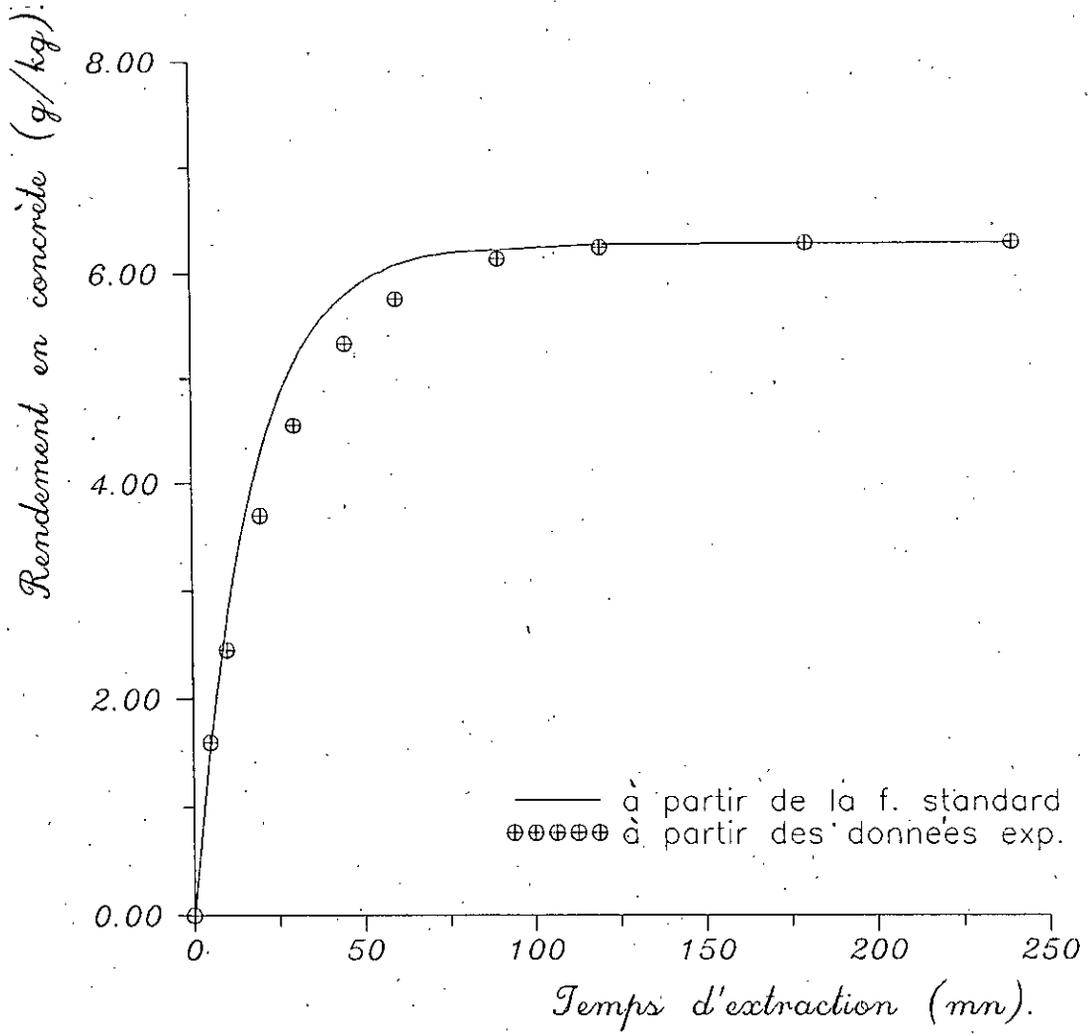


Fig.13—Courbes expérimentale et calculée à partir de la fonction standard

la définition théorique des deux fonctions : elles ne tiennent compte en effet que des particularités de la phase solide.

NOMENCLATURE

(particulière au chapitre IV)

- C_0 : teneur initiale du soluté dans la phase solide (kg/kg)
 $C_1(0)$: concentration initiale du soluté dans la phase liquide (kg/m³)
 $C_1(t)$: concentration du soluté dans la phase liquide à l'instant t (kg/m³)
 C_e : concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre (kg/m³)
 $C_2(t)$: concentration moyenne du soluté dans la phase solide (kg/kg)
 D_a : coefficient de diffusion apparent (m²/s)
 h : hydromodule (m³/kg)
 H : taux d'humidité (%)
 k : coefficient de diffusion par convection
 m_0 : masse initiale du soluté dans la phase solide (kg)
 $m_2(t)$: masse du soluté dans la phase solide à l'instant t (kg)
 M : masse de la matière végétale (kg)
 R : rendement en concrète (g/kg)
 R_8 : rendement en concrète correspondant à hydromodule = 0,008 m³/kg (g/kg)
 R_9 : rendement en concrète correspondant à $h = 0,009$ m³/kg, (g/kg)
 t : temps d'extraction (mn)
 t_e : temps d'équilibre (mn)
 \bar{t} : temps relatif
 T : température d'extraction (°C)
 V : volume de la phase liquide (m³)
- w : vitesse d'agitation (tr/mn)
 ε : porosité interne
 $\underline{\underline{\gamma}}(\bar{t})$: fonction cinétique
 $\underline{\underline{\phi}}^*(t)$: fonction standard

CHAPITRE V

**DIMENSIONNEMENT D'UN EXTRACTEUR
A VIS CONVOYEUSE**

De nos jours, il est admis par tous que l'extraction par solvant s'est implantée comme un des moyens les plus efficaces pour l'obtention des principes odorants. Ce procédé a été mis en oeuvre à grande échelle par plusieurs industriels [51].

L'exploitation des plantes aromatiques exige en effet la conception d'appareillages industriels et ce en mettant en lumière des données provenant du laboratoire.

C'est dans ce contexte qu'on se propose de dimensionner un extracteur à vis convoyeuse destiné à produire de la concrète d'*Artemisia herba - alba Asso*.

V - 1 - TECHNIQUES GENERALES

La diversité des matières traitées en extraction solide - liquide se traduit par l'emploi des techniques très variées. On distingue les processus continus ou discontinus, avec la phase solide en lits fixe, mobile ou dispersé.

L'extraction à lit fixe consiste à traiter par le solvant une couche de solide plus ou moins épaisse, entassée dans un récipient.

L'extraction en lit mobile procède par déplacement du lit de solide contenu dans un appareil animé d'un mouvement. Ces appareils sont généralement constitués par un système de convoyage entraîné mécaniquement, supportant les charges de solide.

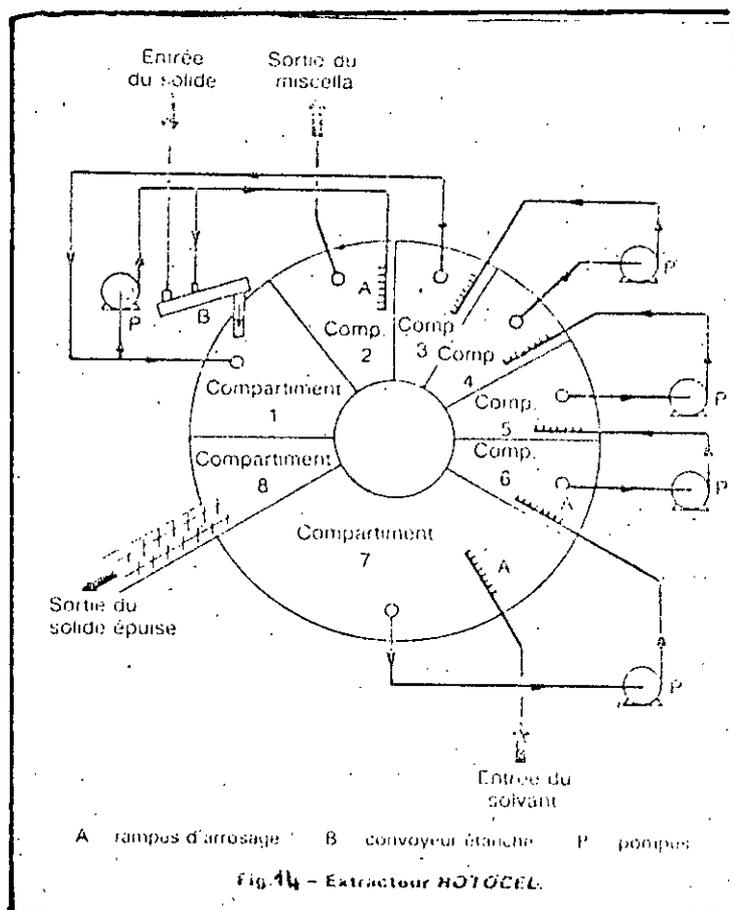
L'extraction en suspension ou à charge dispersée consiste en la mise en mouvement des solides dans le liquide par action mécanique dans des appareils mélangeurs.

Les opérations d'extraction discontinues consistent à mettre en présence une quantité de solide et de solvant, puis à les séparer après un temps de contact déterminé. Un tel processus est utilisé au laboratoire ou industriellement pour de faibles quantités de matières à traiter [52].

Les opérations continues constituent l'essentiel des procédés mis en oeuvre industriellement pour traiter de grandes quantités de matières premières. Elles sont caractérisées par un cheminement ininterrompu du solide et du solvant.

Un grand nombre d'extracteurs cités dans la littérature sont utilisés. On retiendra pour mémoire [53] :

- l'extracteur à paniers rotatifs ROTOCCEL (figure 14).



Cet extracteur est constitué d'un cylindre mobile bas (rotor) divisé en cellules ou compartiments radicaux (jusqu'à 18, dont 16 au plus sont utilisables pour l'extraction, les autres secteurs servant à l'égouttage), munis à la base d'un tamis suspendu ou d'un fond perforé (destiné à contenir le solide). Le cylindre tourne d'un mouvement lent sur un socle partagé en secteurs de réception destinés à recueillir les solutions de percolation des différentes charges.

Chaque cellule passe sous un distributeur de solide assurant son chargement et sous une série de rompes d'amener du solvant frais et des solutions venant des secteurs précédents.

- L'extracteur à chaîne de convoyage tel que celui de Crown et BMA [53] (figure 15).

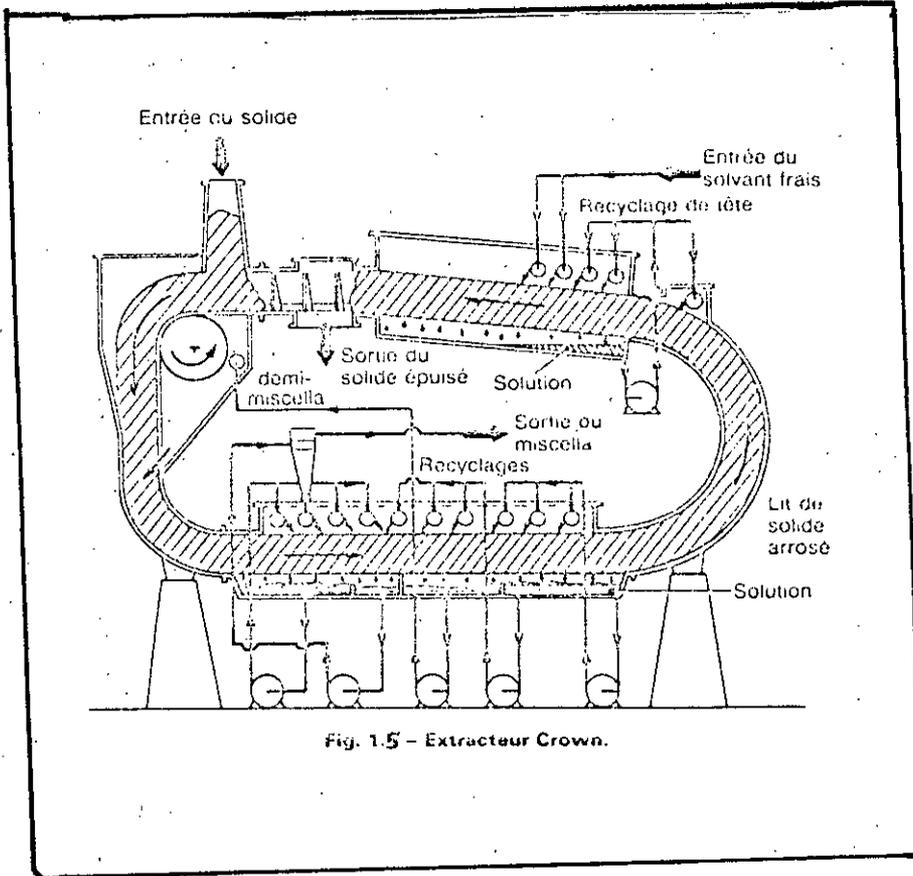


Fig. 1.5 - Extracteur Crown.

Cette boucle comporte deux longs tronçons horizontaux, le tronçon supérieur étant légèrement incliné; et deux éléments de raccordement semi-circulaires courts.

Les fonds des parties horizontales sont constitués par un tamis permettant la récolte des solutions. Le solide est introduit au sommet de la partie descendante et est arrosé par un demi-miscella récolté au milieu de la partie horizontale inférieure. Le miscella est recueilli à l'entrée de cette ligne est évacué hors de l'appareil.

Après avoir traversé la partie ascendante le solide est arrosé tout d'abord par une solution recyclée peu chargée puis par le solvant d'alimentation.

Enfin, citons l'extracteur Bernardini à immersion (figure 16).

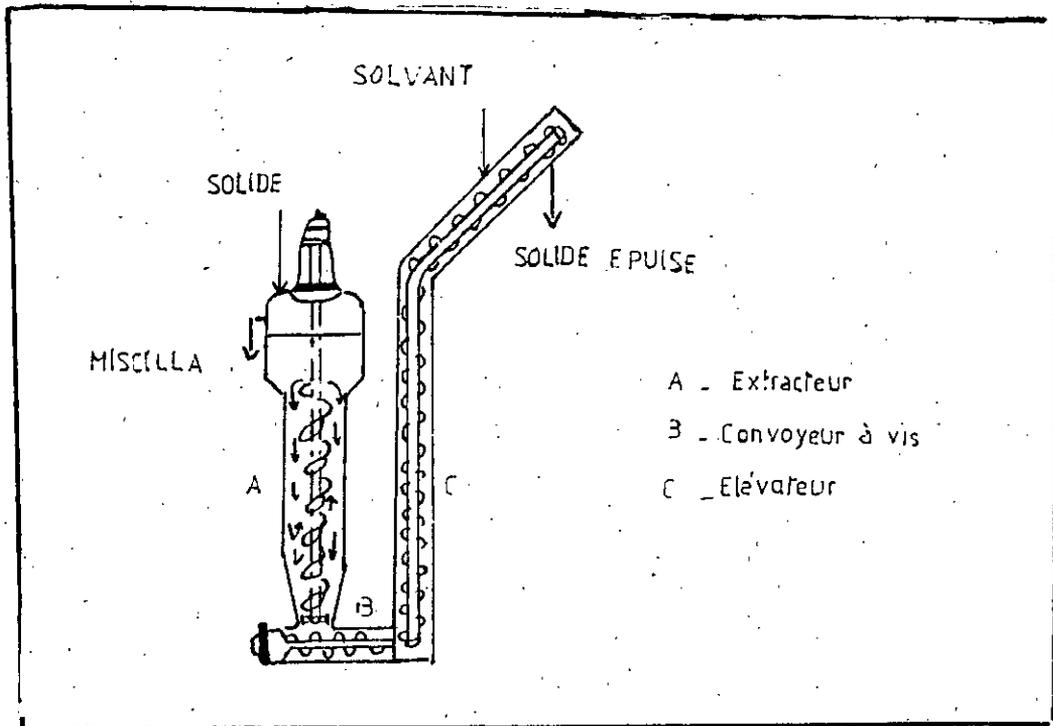


Fig.16- EXTRACTEUR BERNARDINI A IMMERSION

L'extracteur Barnardini est divisé en trois parties :

- La tête, qui constitue une zone décantation où la matière à extraire est introduite par un système doseur;
- La colonne équipée d'un agitateur à vis (vis d'Archimède) qui assure un contact intime et homogène du solide et du liquide;
- L'équipement d'évacuation du solide, constitué d'une vis sans fin qui conduit le solide au pied d'un élévateur à godets immergé. En effet, la matière est transportée par l'intermédiaire de deux systèmes de vis d'Archimède : l'une horizontale pour la circulation à l'intérieur des colonnes, l'autre verticale pour le transfert de matière.

Le solvant est introduit en tête de l'élévateur à godets sous le secteur de déchargement de l'inerte et circule à contre-courant du solide.

Nous avons opté pour le dimensionnement d'un extracteur horizontal à vis convoyeuse (figure 17).

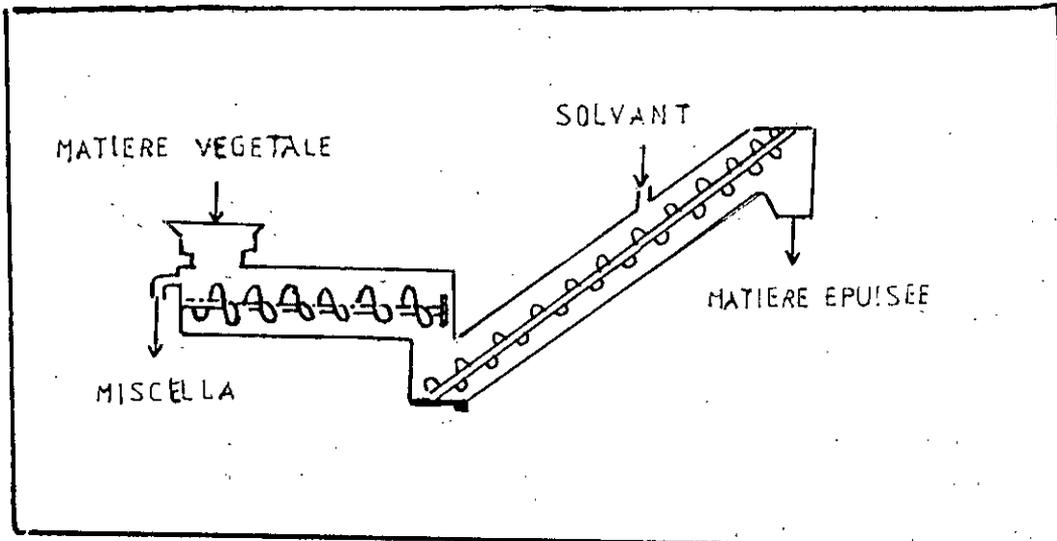


Figure 17 : Extracteur horizontal à vis convoyeuse

La matière végétale est introduite en tête de l'appareil puis traverse l'extracteur équipé d'une vis convoyeuse assurant le mélange intime des deux phases. Le solvant est introduit en tête de l'élévateur. L'extrait, est évacué en tête.

Pour un fonctionnement à co-courant, la matière et le solvant sont alimentés en tête de l'appareil. La récupération se fait au niveau de l'élévateur.

Ce type d'appareils a été utilisé dans les cas suivants

- extraction de petites quantités de produits ou de faibles capacités (colorants naturels, plantes aromatiques);

- extraction directe de produits ayant une mauvaise tenue mécanique ou formant des fines en cours d'extraction; l'agitation peut être adaptée pour limiter la dégradation du solide;

Les principaux avantages de cet appareil sont :

- la simplicité de mise en oeuvre : ils sont peu ou moins sensibles aux conditions de préparation du solide que les appareils à percolation. En effet, ils sont capables de traiter des solides finement divisés qui pourraient colmater le lit des appareils à percolation;

- la souplesse d'utilisation : le rapport massique solide/liquide n'est pas critique; le débit de solvant doit être réglé pour prévenir l'entraînement des fines dans l'extrait.

Leur principal inconvénient est l'absence d'auto filtration qui impose l'utilisation d'un système de clarification de l'extrait en sortie d'appareil.

V - 2 - EXEMPLE DE CALCUL

V - 2 - 1 - Formulation du problème

On désire dimensionner un extracteur à vis convoyeuse destiné à traiter 1000 kg d'*Artemisia herba - alba* en 24 heures.

Nous disposons des données suivantes :

* Données expérimentales :

- solvant d'extraction : éther de pétrole [65° - 95°C];
- température d'extraction : 20°C
- hydromodule h : 0,007 m³/kg;
- taux d'humidité de la matière végétale : 11,48%;
- masse volumique de la matière végétale ρ : 984 kg/m³
- équation de la fonction cinétique :

$$\gamma(\bar{t}) = 0,4 + 0,6 e^{-6,73 \bar{t}}$$

- temps d'équilibre t_e : 104 mn (fig.7);
- teneur initiale du soluté dans la matière végétale :

$$C_0 = 17,5 \cdot 10^{-3} \text{ kg/kg (fig.8) :}$$

* Données fixées :

- diamètre de la vis convoyeuse d : 0,12 m
- pas de la vis convoyeuse p : 0,06 m

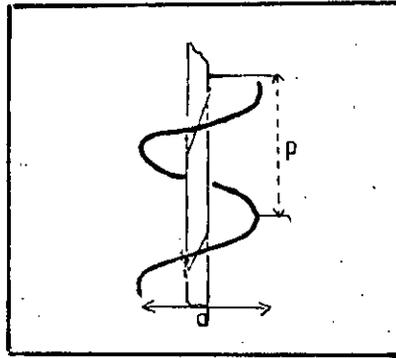


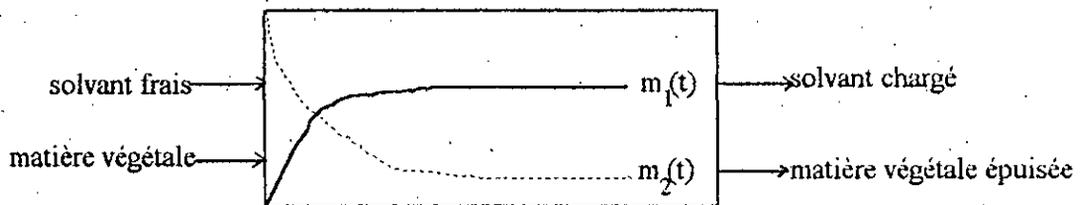
Figure 18 : vis convoyeuse

V - 2 - 2 - Bilan de matière

Pour l'extraction d'*Artemisia herba - alba Asso.* il s'agit de mettre en oeuvre une phase solide : la matière végétale et une phase liquide; le solvant d'extraction. Le contact entre ces deux phases pourra être réalisé soit à courants parallèles ou co-courant, soit à courants croisés ou contre - courant.

V - 2 - 2 - 1 - Fonctionnement à co - courant

En considérant l'extracteur comme une boîte noire avec des grandeurs d'entrée et de sortie, nous avons :



Les conditions aux limites sont :

- à l'instant $t = 0$

- la masse du soluté dans la phase solide : $m_2(0) = m_0$;
- la masse du soluté dans la phase liquide : $m_1(0) = 0$;

- à l'instant $t = t_e$

- la masse du soluté dans la phase solide quittant l'extracteur est $m_2(t_e)$;

- la masse du soluté dans la phase liquide est $m_1(t_e) = m_e$;

- à l'instant t : $0 < t < t_e$:

- dans la phase liquide; $m_1(t) = m_1(t)$

- dans la phase solide : la masse du soluté qui reste à extraire

est $m_2(t)$ tel que : $m_2(t) = m_0 - m_1(t)$ (57)

En divisant par m_0 les membres de l'équation (57), on aura :

$$\frac{m_2(t)}{m_0} = 1 - \frac{m_1(t)}{m_0}$$

$$\frac{m_2(t)}{m_0} = 1 - \frac{V C_1(t)}{M C_0}$$

ou bien

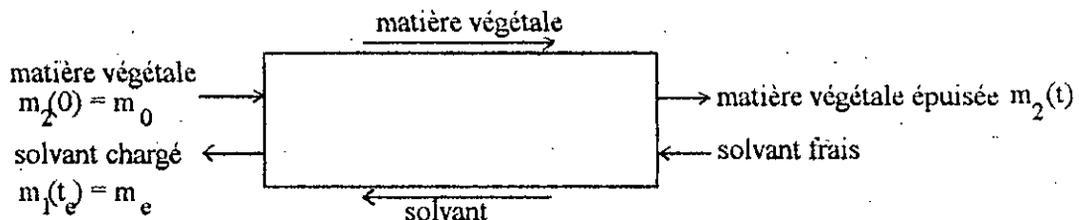
$$\gamma(t) = 1 - \frac{h C_1(t)}{C_0} \quad (58)$$

Rappelons que $\gamma(t)$ est la fonction cinétique exprimée par le temps d'extraction, l'hydromodule h , la concentration du soluté dans la phase liquide $C_1(t)$ et la teneur initiale du soluté dans la matière végétale C_0 .

L'équation (58) permet de déterminer l'évolution de la concentration du soluté dans la phase liquide en fonction du temps au sein de l'extracteur fonctionnant à co - courant.

$$C_1(t) = \frac{C_0}{h} (1 - \gamma(t)) \quad (59)$$

V - 2 - 2 - 2 - Fonctionnement à contre courant



Le bilan de matière s'écrit comme suit :

$$m_0 + m_1(t) = m_2(t) + m_e$$

ou bien

$$m_2(t) = m_0 + m_1(t) - m_e \quad (60)$$

En divisant les membres de cette équation par m_0 , on aura :

$$\frac{m_2(t)}{m_0} = 1 - \left(\frac{m_e}{m_0} - \frac{m_1(t)}{m_0} \right)$$

$$\frac{m_2(t)}{m_0} = 1 - \left(\frac{V C_e}{M C_0} - \frac{V C_1(t)}{M C_0} \right)$$

Autrement :

$$\gamma(t) = 1 - h \left(\frac{C_e - C_1(t)}{C_0} \right) \quad (61)$$

L'évolution de la concentration du soluté dans la phase liquide en fonction du temps au sein de l'extracteur fonctionnant à contre - courant sera donnée par :

$$C_1(t) = C_e - \frac{C_0}{h} (1 - \gamma(t)) \quad (62)$$

V - 2 - 3 - Calculs

V - 2 - 3 - 1 - Débit massique de la matière végétale par unité de surface \bar{M}

$$\bar{M} = \frac{M}{t s} \quad (63)$$

où M est la masse de la matière végétale
et s , la section de l'extraction.

$$\bar{M} = 61,43 \text{ kg/m}^2 \text{ mn}$$

V - 2 - 3 - 2 - Débit volumique de la phase liquide par unité de surface \bar{V}

$$\begin{aligned}\bar{V} &= \bar{M} h \\ \bar{V} &= 0,43 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ mn}\end{aligned}\tag{64}$$

V - 2 - 3 - 3 - Vitesse de déplacement de la matière végétale v

$$\begin{aligned}v &= \frac{\bar{M}}{\rho} \\ v &= 0,062 \text{ m/mn}\end{aligned}\tag{65}$$

V - 2 - 3 - 4 - Estimation du temps de séjour et de la longueur de l'extracteur

L'estimation du temps de séjour des phases en contact dans l'extracteur résulte généralement, d'un compromis entre le rendement, la qualité de la concrète et le coût d'investissement de l'installation.

Le temps de séjour t_s et la longueur de l'extracteur x sont liés par la vitesse du déplacement de la matière végétale :

$$\begin{aligned}x &= v t_s \\ x &= 0,062 t_s\end{aligned}\tag{66}$$

Nous avons estimé le temps de séjour en tenant compte de l'évolution de la concentration de la concrète dans la phase liquide en fonction du temps dans l'extracteur fonctionnant à co - courant et à contre - courant. Cette dernière a été déterminée respectivement à partir des équations (59) et (62).

La figure 19 réunit les courbes $\gamma(t)$ et $C_1(t)$ pour les arrangements co-courant et contre - courant. Sur l'axe des abscisses figurent le temps d'extraction et la longueur de l'extracteur.

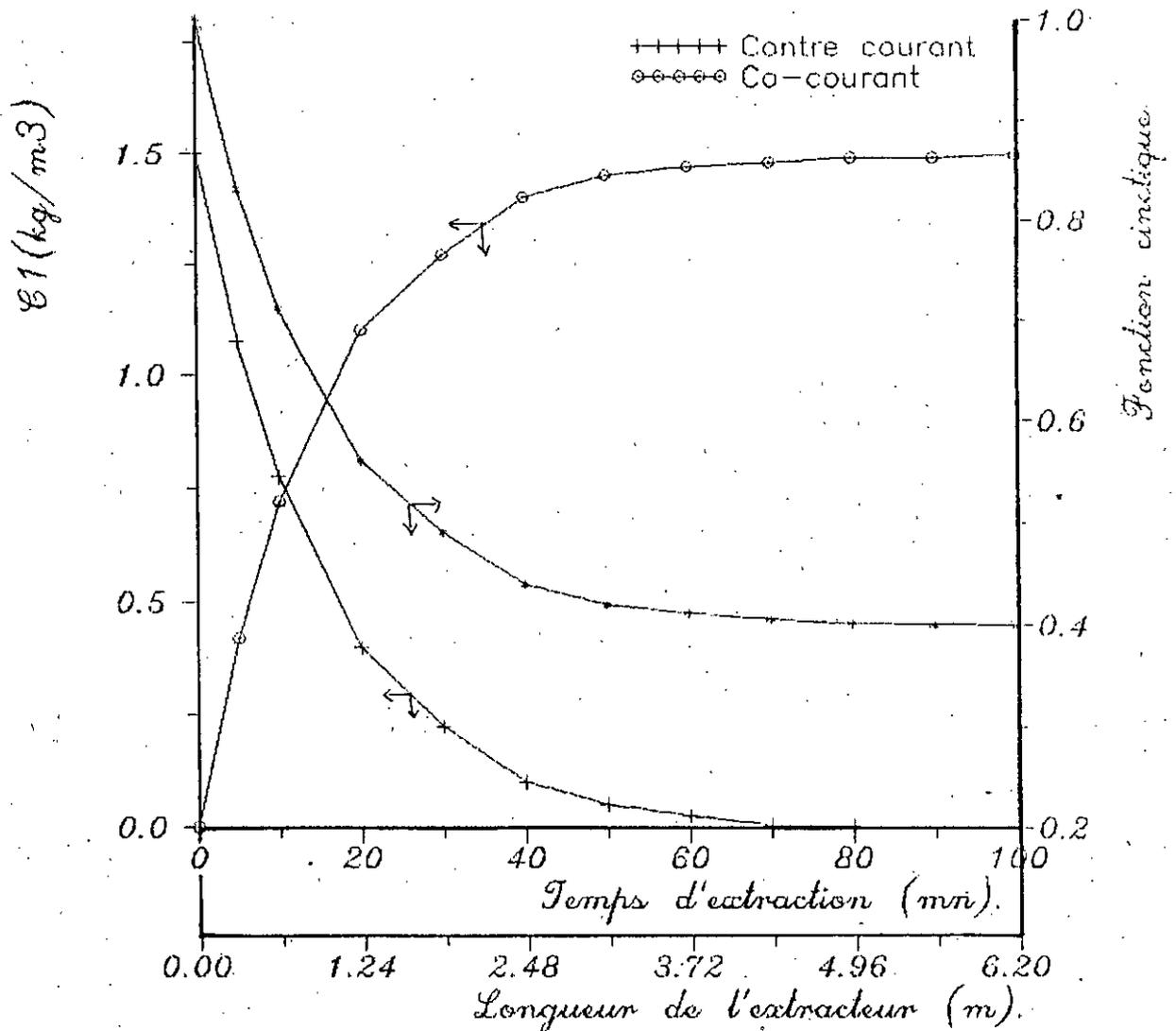


Fig 19—Profils des concentrations en béton pour les deux types de fonctionnement de l'extracteur.

Nous avons assimilé le temps de séjour au temps pour lequel les courbes $C_1(t)$ atteignent asymptotiquement :

- la concentration à l'équilibre, pour le fonctionnement à co-courant;
- l'axe des abscisses, pour le fonctionnement à contre-courant.

En effet, à partir de la figure 19, on trouve :

- pour le fonctionnement à co - courant : $t_s = 90 \text{ mn}$, $x = 5,58 \approx 5,6 \text{ m}$

- pour le fonctionnement à contre - courant : $t_s = 64 \text{ mn}$, $x = 3,97 \approx 4,0 \text{ m}$

On remarque, par ailleurs, que pour les temps de séjour ainsi déterminés, la valeur de γ tend vers γ_e .

V - 2 - 3 - 5 - Nombre de spires de la vis convoyeuse z

La longueur de la vis convoyeuse étant la même que celle de l'extracteur, le nombre de spires est calculé par :

$$z = \frac{x}{p} \quad (67)$$

* pour le fonctionnement à co - courant : $z = 93$

* pour le fonctionnement à contre - courant : $z = 67$

V - 2 - 3 - 6 - Vitesse de rotation de la vis convoyeuse N

$$N = \frac{x}{p t_s} \quad (68)$$

* pour le fonctionnement à co-courant : $N = 1,037 \text{ tr/mn}$

* pour le fonctionnement à contre - courant : $N = 1,042 \text{ tr/mn}$

V - 3 - CONCLUSION

Le tableau 10 regroupe les valeurs du temps de séjour et des caractéristiques de la vis convoyeuse

Tableau 10 : Temps de séjour et caractéristiques de la vis convoyeuse

Fonctionnement	co - courant	contre - courant
Paramètres		
Temps de séjour, mn	90	64
Longueur de la vis convoyeuse, m	5,6	4,0
Nombre de spires	93	67
Vitesse de rotation, tr/mn	1,037	1,042

L'examen du tableau 10 montre que l'arrangement à contre - courant est plus avantageux.

Il est important de mentionner que le calcul effectué est basé sur des concepts idéaux. En pratique, il est certain que l'extracteur réel n'aura pas toutes les caractéristiques du modèle idéal.

A titre d'exemple, le temps de séjour de la matière végétale dans l'extracteur, estimé ici, n'est qu'une valeur moyenne d'une distribution des temps de séjour des particules de la matière végétale.

En effet, le comportement de l'extracteur réel s'écartera plus ou moins de celui du modèle idéal. Parmi les écarts observés, la formation des " bouchons" de matière végétale, la variation du débit de la phase liquide et du rendement, sont le plus souvent évoquées.

Toutefois, dans la mesure où le fonctionnement de l'extracteur réel s'approchera suffisamment du modèle idéal, l'écart par rapport à l'idéalité pourrait être réduit par des termes correctifs.

Dans le cas où l'écart observé s'avère important, on fera appel à la démarche schématisée à la figure 20.

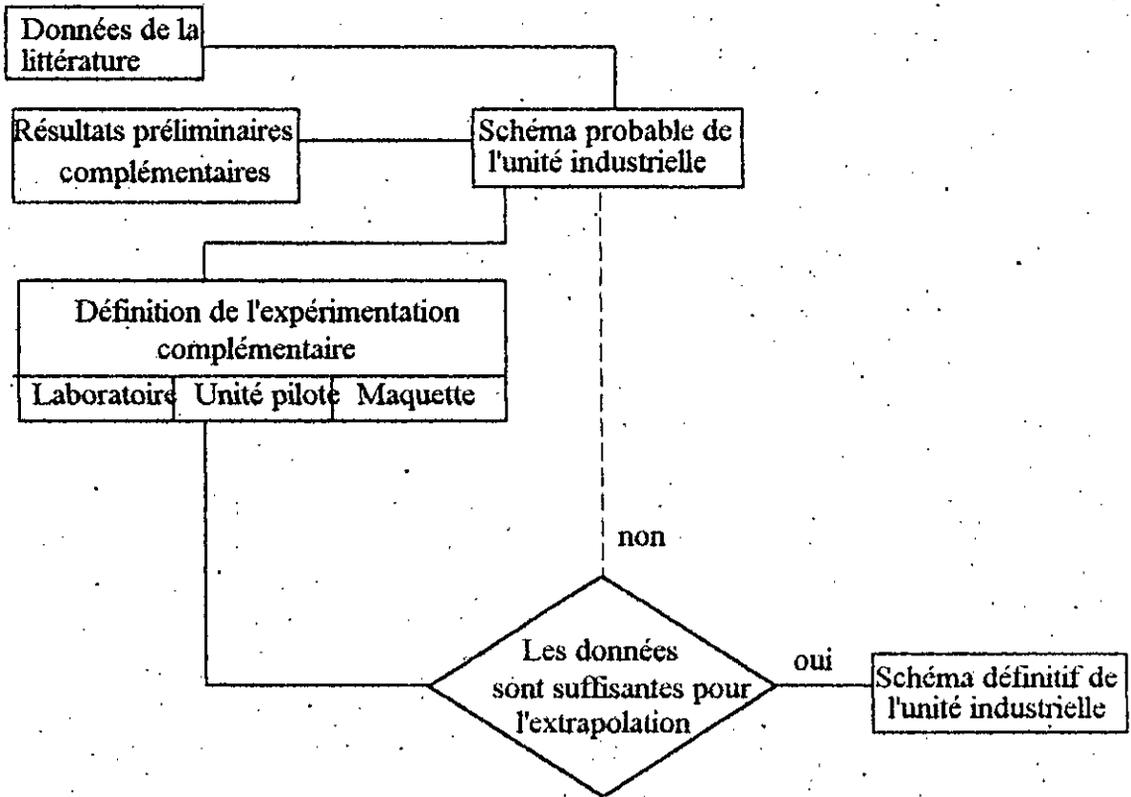


Figure 20 - Procédure générale de développement de procédés applicable intégralement au cas de l'extracteur

Par cet exemple, nous avons fait ressortir l'aspect méthodologique du dimensionnement d'un extracteur à vis convoyeuse, destiné à produire de la concrète d'*Artemisia herba-alba*. Les conditions opératoires choisies peuvent être modifiées, en ayant recours à l'utilisation simultanée des fonctions cinétique et standard.

NOMENCLATURE

(particulière au chapitre V)

d : diamètre de la vis convoyeuse (m)

m_0 : masse initiale du soluté dans la matière végétale (kg)

$m_1(t)$: masse du soluté dans la phase liquide à l'instant t (kg)

$m_2(t)$: masse du soluté dans la matière végétale à l'instant t (kg)

m_e : masse du soluté dans la phase liquide à l'équilibre (kg)

M : masse de la matière végétale (kg)

\bar{M} : débit massique de la matière végétale par unité de surface (kg/mn m²)

N : vitesse de rotation de la vis (tr/mn)

p : pas de la vis convoyeuse (m)

s : section de l'extracteur (m²)

t : temps (mn)

t_s : temps de séjour (mn)

v : vitesse de déplacement de la matière végétale (m/mn)

V : volume de la phase liquide (m³)

\bar{V} : débit volumique de la phase liquide par unité de surface (m³/m² mn)

x : longueur de l'extracteur (m)

z : nombre de spires;

ρ : masse volumique de la matière végétale (kg/m³)

CHAPITRE VI

**EVALUATION DE L'ACTIVITE ANTI - MICROBIENNE
DE L'HUILE ESSENTIELLE ET DE LA CONCRETE
*D'ARTEMISIA HERBA - ALBA - ASSO.***

Oubliées pendant de nombreuses années, les essences aromatiques sont pour de nombreux chercheurs et une grande partie de l'opinion, redevenues des vedettes en matière thérapeutique.

En face des accidents connus de plus en plus fréquents, provoqués par nombre de médications chimiques de synthèse agressives, de nombreux malades ne veulent plus être traités que par les seules thérapeutiques naturelles au premier rang desquelles il est juste de placer les plantes et les essences [55].

Depuis la découverte de ses constituants, *Artemisia herba - alba* Asso. considérée comme devant obligatoirement être douée de propriétés pharmacologiques. Elle a été utilisée en médecine traditionnelle pour traiter les troubles gastriques, en plus des maux les plus divers et contre certaines formes d'empoisonnement [13].

C'est dans cette voie que nous avons eu l'idée d'approcher l'activité anti-microbienne de l'essence d'*Artemisia herba - alba* Asso. (huile essentielle et concrète).

VI - 1 - DEFINITIONS ET PRINCIPES DE BASE

VI - 1 - 1 - Le monde des micro-organismes

La microbiologie est la science des êtres vivants de taille microscopique appelés micro-organismes.

Nous sommes constamment en contact avec des micro-organismes, on les retrouve dans l'environnement et aussi sur et dans l'organisme. Dans chaque gramme de sol fertile, on retrouve des millions de micro-organismes. On les retrouve dans les cours d'eau, dans les lacs et les océans. Les vents les transportent jusqu'à la haute atmosphère. On les retrouve sur toutes les surfaces de notre corps. Un seul éternuement peut rejeter des millions de micro-organismes dans l'environnement immédiat. On retrouve en abondance les micro-organismes là où la nourriture, l'humidité et la température favorisent leur croissance et leur multiplication.

On peut être porté, quelquefois, à penser que tous les micro-organismes sont des ennemis de l'Homme; en réalité seulement quelques espèces sont pathogènes : la vaste majorité assurent des fonctions importantes et même nécessaires dans notre organisme : ils lui synthétisent plusieurs vitamines et peuvent constituer son système de défense vis -

à vis de corps étrangers. On pourrait ainsi regrouper l'ensemble des micro-organismes en deux grandes catégories : les pathogènes et les non pathogènes.

Les micro-organismes pathogènes sont nocifs pour l'Homme à cause de leur capacité de proliférer dans notre organisme ou d'y produire des substances toxiques causant la maladie. Les dommages causés sont d'ailleurs très variables, allant de malaises à peine perceptibles jusqu'à des maladies mortelles [56].

L'étude des micro-organismes doit se faire à partir de cultures pures. Afin de déterminer précisément l'identité du micro-organisme causant une maladie, on doit d'abord l'isoler des autres. En effet une bactérie par exemple ne se retrouve jamais seule dans les échantillons cliniques soumis au microbiologiste (urine, sang, pus etc.), pour pouvoir caractériser et étudier convenablement le micro-organisme responsable de la maladie, il faut en obtenir une culture pure.

- Une culture pure est celle qui ne contient qu'un sorte de micro-organisme.
- Une culture mixte est celle qui en contient plus d'une.
- Une culture contaminée est une culture pure dans laquelle se sont accidentellement introduits un ou plusieurs micro-organismes étrangers.

Dans la préparation des cultures pures, il est utile de disposer des milieux solides à la surface desquels on peut étaler le mélange de micro-organismes, les laisser former des colonies visibles à l'oeil nu qu'il est facile d'identifier et d'isoler. A partir de cette colonie (qui est le résultat de la multiplication d'une seule bactérie) on peut obtenir en milieu liquide une culture abondante et pure [37].

VI - 1 - 2 - La chimiothérapie

La chimiothérapie est l'une des techniques utilisées pour inhiber (arrêter la croissance des micro-organismes) ou détruire les micro-organismes pathogènes.

On appelle chimiothérapie l'ensemble des méthodes de traitement des infections par le moyen des produits chimiques qui, à faibles doses, tuent ou inhibent les micro-organismes sans toxicité pour l'organisme humain. Ces substances proviennent de micro-organismes ou de plantes, ou sont synthétisées en laboratoire.

Pour qu'une substance soit efficace comme agent chimiothérapeutique, elle doit inhiber (on parlera d'agent microbiostatique) ou détruire (agent microbicide) les parasites ou le microbe sans nuire aux cellules de l'organisme. Cette substance doit pénétrer dans les tissus ou cellules de l'organisme, sans modifier ses mécanismes naturels de défense [58].

Parmi ces agents chimiothérapeutiques, les antibiotiques sont d'une grande utilité.

Provenant d'un autre micro-organisme, les antibiotiques autrefois très efficaces ont perdu toute valeur thérapeutique avec l'apparition des populations microbiennes très résistantes. En effet, ce problème de résistance oblige à augmenter les doses, ce qui aggrave les effets secondaires : agressions particulières d'organes selon le type d'antibiotiques : foie, reins, intestins, nerfs, peau, etc (phénomènes allergiques) [59].

D'où la nécessité de la mise au point de nouveaux agents chimiothérapeutiques. Parmi les moyens utilisés, ont été, sont et resteront à toute première place, les plantes et les essences aromatiques.

VI - 1 - 3 - Epreuves de sensibilité

Il est important de ne pas rater sa cible lorsqu'on fait la guerre à un micro-organisme à l'aide d'agents chimiothérapeutiques. Les raisons en sont nombreuses mais une des principales est celle - ci : Si voulant atteindre un micro-organisme pathogène par un antibiotique, on le rate parcequ'il est résistant, on peut alors déranger l'équilibre des autres micro-organismes et favoriser la croissance du pathogène ou voir apparaître une surinfection due à un micro-organisme autre qui, normalement, n'est présent qu'en faibles quantités. Une des meilleurs façons de ne pas rater sa cible consiste à connaître d'avance à quels antibiotiques le pathogène en question est sensible, par des épreuves de sensibilité. Celles - ci déterminent la plus petite quantité d'agent nécessaire pour inhiber la croissance du micro-organisme in vitro : c'est la concentration minimale inhibitrice.

La technique des disques ou antibiogramme est la plus couramment utilisée. Celle - ci consiste à inoculer la surface d'une gélose nutritive en place de façon à former un tapis uniforme de colonies.

Avant incubation, on dispose à la surface de la gélose une série de disques imprégnés de différents antibiotiques. Pendant l'incubation, l'antibiotique contenu dans chaque disque diffuse radicalement dans la gélose autour du disque. Si le micro-organisme est sensible à un antibiotique donné, une couronne d'inhibition dont l'épaisseur est proportionnelle à la sensibilité du micro-organisme apparaîtra autour du disque [60,61].

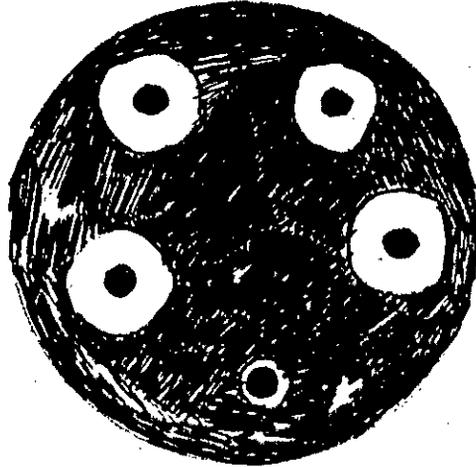


Fig 21- Mesures de la sensibilité d'un micro-organisme aux antibiotiques

Selon la littérature [62] l'activité anti - microbienne est grande lorsque le diamètre de la zone d'inhibition est supérieur à 15 mm, moyenne pour des valeurs du diamètre entre 14 et 11 mm et faible lorsque le diamètre est inférieur à 10 mm. Le diamètre du disque est inclus dans le diamètre de la zone d'inhibition. Le développement des colonies au contact du disque indique que l'échantillon ne provoque pas d'inhibition du micro-organisme correspondant.

VI - 1 - 4 - Pourvoir pathogène des micro-organismes testés

Nous passerons rapidement en revue maintenant les principaux micro-organismes testés.

Tout d'abord, on ne peut s'empêcher de mentionner que le nom qu'on donne à un micro-organisme est toujours doublé : il contient toujours celui du genre et celui de l'espèce.

Pour cette étude, nous testerons la sensibilité des micro-organismes suivants :

Klebsiella pneumoniae, *Echerichia coli*, *Proteus mirabilis*, *Shigella* et divers *Salmonella* : appartenant à la famille des entérobactéries et *Staphilococcus aureus* famille des cocci.

Aussi, l'activité fongicide sera évaluée pour trois levures (*Candida albicans*, *Candida tropicalis* et *Candida stellatoïde*) et quatre champignons (*Microsparum Canis*, *Microsparum gypseum*, *Trichophyton interdigitale* et *Aspergelus terrus*).

Le groupe des bactéries constituant la famille des entérobactéries est l'une des plus importants et des plus étudiés.

Bien que leur nom (entérobactéries) suggère qu'ils sont des parasites et des pathogènes du tube digestif, ce n'est pas toujours le cas. On les retrouve dans tous les milieux et plusieurs d'entre eux sont des constituants normaux et bien faisants de la flore intestinale humaine.

La coloration de Gram est une importante technique d'identification des bactéries.

La vaste majorité des bactéries gram - négatives sont des bâtonnets lesquelles représentent la famille des entérobactéries dont un grand nombre sont pathogènes : *Escherichia*, *Salmonella*, *Shigella*, *Klebsiella*, *Proteus*....

Ces entérobactéries sont expulsées du corps via les selles. Elles s'introduisent dans la bouche par plusieurs vecteurs (aliments, eau, lait, mains etc...) contaminés par les eaux d'égouts, les selles ou l'urine.

Escherichia coli, *Proteus*, les *Shigella* et les *Salmonella* sont les causes majeures d'infection gastro - entérite et du tractus urogénital.

Proteus est un genre d'entérobactéries retrouvé occasionnellement dans l'intestin normal, mais plus fréquemment dans les eaux d'égouts et parfois dans des cas de diarrhées infantiles. Cet espèce est aussi souvent retrouvée au niveau de la peau de la région périnéale.

Tous les cocci : bactéries en forme de petites sphères, sont gram-positifs à l'exception du genre *Neisseria*. Parmi les cocci gram - positifs pathogènes, on cite les *Staphylococcus aureus* et les *Streptococcus pneumoniae*. Ces espèces présentées au niveau du tractus respiratoire (les sinus, l'oreille moyenne, les sacs conjonctivaux et les tissus adjacents inclus) sont transmis par les sécrétions nasales et orales ou les écoulements en provenance d'un oeil ou d'une oreille infectés.

Staphylococcus aureus tient son nom de son pigment doré : c'est un coque (coccus) poussant en grappes (Staphylos) et formant des colonies jaunes dorées (aureus). Celui - ci cause des épidémies d'infections de plaies résistantes aux antibiotiques, des abcès sévères du sein qui allaite, des ulcères graves sur les nourrissons ainsi que d'autres infections sévères.

Les *Staphylococcus* deviennent souvent résistants aux antibiotiques usuels et causent des épidémies dans les hôpitaux; celles - ci ont reçu beaucoup d'attention à la fois dans la littérature profane et médicale.

Outre les bactéries, nous nous sommes intéressés aux infections mycotiques.

On appelle mycose, toute maladie causée par les levures ou moisissures. Notons d'abord : les *dermatomycoses* ou mycoses superficielles, affectant la peau, les cheveux et les ongles et, enfin, les mycoses *systématiques* avec atteinte des tissus sous - cutanés et organes internes.

Les infections mycotiques de la peau, des ongles et des cheveux sont mieux connues sous le nom médical de *tinea*. Lorsqu'il y a atteinte du cuir chevelu, on parle de *tinea capitis*; une infection du pied, communément appelée pied d'athlète portera le nom de *tinea pedis*. Il en va ainsi pour toute autre atteinte localisée tels *tinea unguicum* pour l'ongle et *tinea cruris* pour l'aîne.

Quelques - uns des dermatophytes responsables sont mentionnés dans le tableau 11

Tableau 11: Trois genres de dermatophytes, quelques espèces fréquentes de chacun et le genre de maladie qu'ils causent

-
- 1 - *Microsporum* (envahit les cheveux et la peau; rarement les ongles)
- M. *Canis* (dermatomycoses chez l'animal; tinea capitis chez l'enfant)
 - M. *audouini* (tinea capitis épidémique chez l'enfant)
 - M. *gypseum* (tinea capitis)
2. *Trichophyton* (peau, cheveux et ongles)
- T. *mentagrophytes* (pied d'athlète, infections variées de la peau et des cheveux)
 - T. *rubrum* (pied d'athlète, tinea inguinal, infections des ongles, sycose)
 - T. *tonsurans* (tinea capitis)
 - T. *Schosleini* (cheveux et cuir chevelu)
3. *Epidermophyton* (envahit la peau et les ongles mais jamais les cheveux)
- E. *floccosum* (pied d'athlète, tinea inguinal, infections des ongles)
-

Un grand nombre de champignons vivant dans le sol sont capables de produire une infection chez l'Homme dans des conditions anormales.

L'infection survient uniquement lorsque le champignon impliqué est introduit dans la peau et les tissus sous - cutanés lors d'un traumatisme quelconque. Une lésion bien localisée en résulte et le champignon peut être isolé des tissus endommagés.

Candida albicans est un champignon fréquemment retrouvé au niveau de la bouche et du tractus gastro - intestinal de plusieurs personnes normales. Lorsque les conditions deviennent favorables à la prolifération, il se multiplie indûment et peut même changer sa forme de croissance. Parmi les conditions favorisant une infection à *Candida*, notons le diabète, la grossesse, les antibiotiques et toute maladie pouvant affecter l'état général d'un individu. *Candida albicans* peut se transmettre par contact.

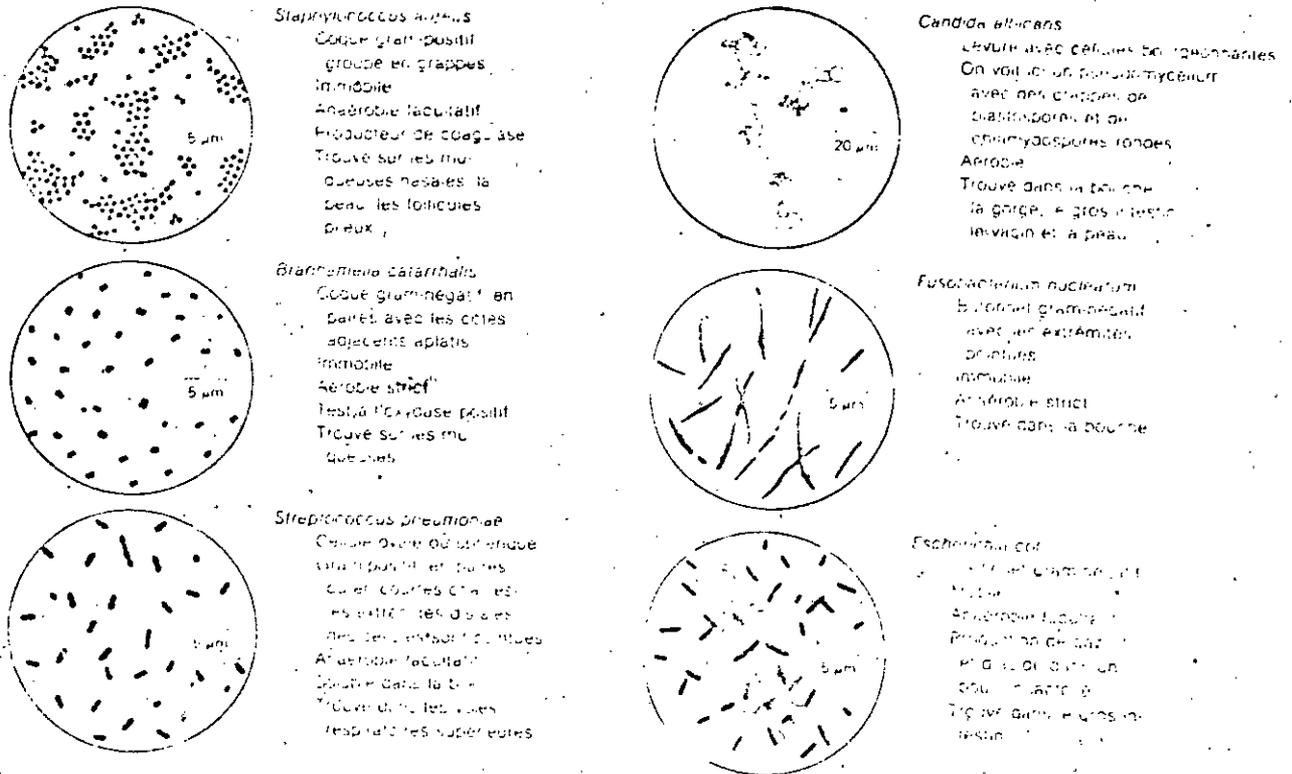


Figure. 22- Morphologie et caractéristiques principales des principaux micro-organismes de la flore microbienne normale de l'organisme humain [56]

VI - 2 - PARTIE EXPERIMENTALE

Nous nous proposons d'évaluer l'activité bactéricide et antimycotique de trois extraits d'*Artemisia herba - alba* Asso. :

- huile essentielle ¹ désignée par HE
- concrète obtenue après 4 heures d'extraction ; désignée par C₁
- concrète de l'épuisement complet de la matière végétale ; C₂

¹ S.CHARCHARI, Travaux en cours, E.N.P, Alger

Avant d'effectuer ces tests microbiologiques, il est certain qu'il va falloir analyser les extraits obtenus;

En effet, nous ne pouvons pas valoriser notre essence sans lui faire subir une analyse préalable. Il ne suffit pas seulement de produire des principes odorants mais de connaître leurs identités afin de les traiter à leur juste valeur.

Parmi les techniques d'identification, la chromatographie en phase gazeuse a été d'un apport analytique incomparable.

A cet effet, nous avons effectué des analyses chromatographiques sur colonne capillaire avec un chromatographe PYE UNICAM série 304 muni d'un intégrateur enregistreur et équipé d'un détecteur à ionisation de flamme. Les conditions opératoires d'analyse sont regroupées dans le tableau 14.

Tableau 14 : conditions de l'analyse chromatographique

Colonne

- phase stationnaire : P.E.G. 20M
- nature : Silice fondue
- longueur : 25 m
- diamètre intérieur : 0,32 mm
- diamètre extérieur : 0,45 mm
- épaisseur du film : 0,21 μ m

Température °C

- injecteur : 200
- détecteur, F.I.D : 300
- colonne :
 - concrète (en solution dans CCl_4) 70°C pendant 3 mn puis de 70°C à 200°C à raison de 3°C/mn
 - huile essentielle : de 70°C à 200°C à raison de 4°C/mn

Gaz vecteur : azote

- pression d'entrée , psi : 7
- débit , ml/mn : 2

Volume injecté : 0,1 ul

Les chromatogrammes de l'huile essentielle et des échantillons de la concrète ont la même allure. En effet l'analyse des concrètes ne donne pas l'image de l'extrait mais seulement de sa partie volatile. Celle - ci révèle que la concrète renferme les constituants de l'huile essentielle. Un chromatogramme type est présenté à la figure 23.

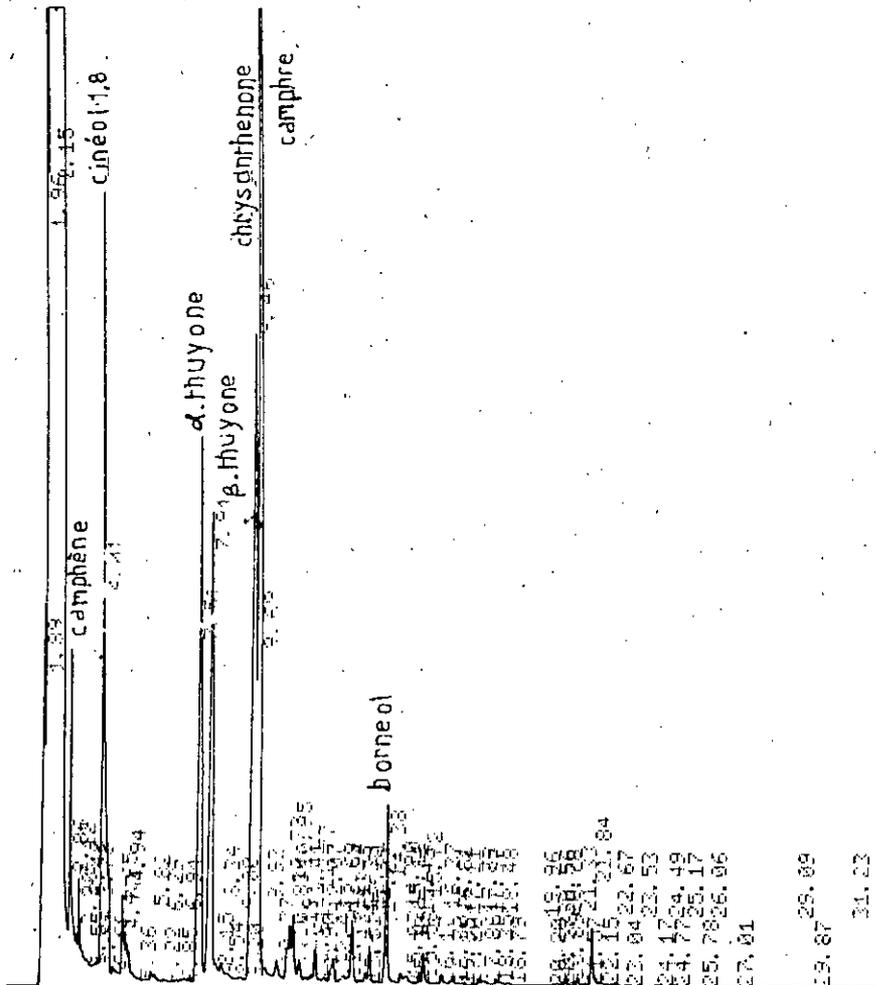


FIGURE 23 - CHROMATOGRAMME DE L'EXTRAIT D'ARTEMISIA
HERBA ALBA

Bien souvent ce n'est point tel ou tel composant isolé qui se montre efficace, mais uniquement la somme ou mieux la résultante des composants [63]. C'est pourquoi qu'il nous a paru intéressant d'évaluer l'activité anti - microbienne de l'huile essentielle et de la concrète d'*Artemisia herba - alba* Asso., sans procéder à une séparation préalable visant d'isoler et d'identifier le principe actif du mélange.

VI - 2 - 1 - Mode opératoire

L'activité anti - microbienne de l'huile essentielle et des échantillons de la concrète a été évaluée in vitro par la méthode de l'antibiogramme et ce en procédant comme suit :

1 - A partir des souches de micro - organismes isolés par culture, d'un prélèvement chez un malade puis incubés pendant 24 heures dans des milieux spécifiques, nous avons préparé des suspensions en diluant dans 10 cm³ d'eau stérile respectivement :

- une anse de platine pour les bactéries
- une suspension "riche" pour les champignons et levures;

2 - Nous avons coulé ensuite dans une boîte de Pétri une gélose nutritive, fondue, adapté au micro-organisme. Une fois durcie, celle - ci estensemencée par inondation d'une des souches de micro-organismes.

3 - Dans chaque boîte de Pétri, nous avons déposé des disques de papier Wathman N°3, de 6 mm de diamètre. Sur chaque disque nous avons déposé respectivement 2,5 mg de l'huile essentielle et 2,5 ou 5 mg de concrète. La quantité du produit par disque a été dictée par la littérature [13,14].

Après 24 heures d'incubation à 37 °C, le micro-organisme s'est alors développé à la surface du milieu de culture. Dans le cas où les extraits présentent une activité anti - microbienne, des zones d'inhibition sont observées et leurs diamètres respectives sont mesurés.

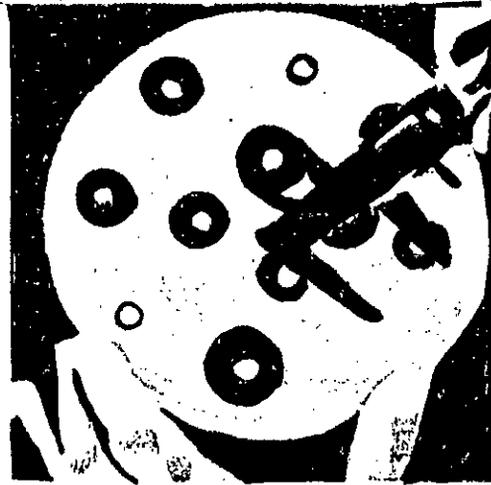


Figure 24. - Mesure de l'activité anti-microbienne

VI - 2 - 2 - Résultats et discussion

Les micro-organismes utilisés lors de cette étude ont différentes origines. Certains ont été isolés des urines (E.C.BU : examen cyto - bactériologique des urines) ou de Coproculture (cc), d'autres, des prélèvements effectués sur différents organes : prélèvement vaginal (P_V), de la gorge (P_G), du pus d'abcès (P_A), du pus d'oreille (P_O), du furoncle du conduit auditif (FCA), du fistule (F).

Les résultats obtenus pour le diamètre des zones d'inhibition sont regroupés dans le tableau 15

Tableau 15 : Evaluation de l'activité anti-microbienne de l'huile essentielle et de la concrète d'*Artemisia herba - alba* Asso.

ECHANTILLON mg/disque MICRO-ORGANISME , Origine	DIAMETRE DE LA ZONE D'INHIBITION, (mm)				
	HE	C ₁		C ₂	
	2,5	2,5	5,0	2,5	5,0
<u>ENTERO -BACTERIES</u>					
<i>Klebsiella pneumoniae</i> , ECBU	11	<6 ²	8	<6	11
<i>Klebsiella pneumoniae</i> , PV	10	<6		<6	
<i>Echerichia coli</i> , PV	9	<6		<6	
<i>Echerichia coli</i> , CC	10	<6	10	<6	10
<i>Proteus mirabilis</i> , ECBU	10	<6		<6	
<i>Proteus indole positif</i> , ECBU	6	<6	10	<6	9
<i>Shigella flexnerie</i> , CC	6		10		9
<i>Salmonella enteridis</i> , CC	12		<6		9
<i>Salmonella paratifia</i> , CC	10		6		6
<i>Salmonella seftenberg</i> , CC	<6	<6	8	<6	6
<i>Salmonella infantis</i> , CC	13	<6	11	<6	10
<i>Salmonella heidelberg</i> , CC	6	<6	10	<6	9
<u>COCCI</u>					
<i>Staphylococcus aureus</i> , F	16	6		<6	
<i>Staphylococcus aureus</i> , PG	22	<6		<6	
<i>Staphylococcus aureus</i> , FCA	16	6		<6	
<i>Staphylococcus aureus</i> , P.A	18	6		<6	
<i>Staphylococcus aureus</i> , P.O	18	<6		<6	
<u>CHAMPIGNONS</u>					
<i>Candida albicans</i>	15	9		<6	
<i>Candida stellatoïdae</i>	14	7		6	
<i>Candida tropicalis</i>	23	6		13	
<i>Microsporium canis</i>	16	<6		<6	
<i>Microsporium gypseum</i>	14	<6		<6	
<i>Trichophyton interdigitale</i>	<6	<6		<6	
<i>Aspergelus terrus</i>	<6	<6		<6	

²développement des colonies du *micro - organisme* au contact du risque : le produit testé ne présente pas d'activité anti - microbienne.

Cette étude, loin d'être complète, a abouti néanmoins à des résultats intéressants.

Nous avons observé une activité très importante de l'huile essentielle vis-à-vis du *Staphylococcus aureus* et des champignons du genre *Candida* et *Microsporum*. Pour la même quantité d'huile par disque, son activité à l'encontre des entérobactéries s'est avérée moyenne (*Klebsiella pneumoniae*, *Salmonella enteridis*, *Salmonella infantis*) ou faible.

L'activité bactéricide et fongicide de la concrète s'est révélée faible, même si l'on double la quantité du produit par disque.

Nous qualifions les résultats de cette étude préliminaire, d'assez encourageants. Evidemment, elle doit être approfondie et orientée, entre autre, vers la détermination de la concentration inhibitrice minimale et de la toxicité des extraits, avant de procéder aux tests cliniques. Au cas, où ces derniers s'avèrent concluants, l'utilisation en pharmacie peut être envisagée.

CONCLUSION

Nous avons entrepris au cours de cette étude, l'extraction par l'éther de pétrole d'une de nos richesses naturelles en l'occurrence : *Artemisia herba - alba Asso.*

La localisation des entités productrices d'huiles essentielles a été effectuée afin d'appréhender les mécanismes mis en jeu lors de l'extraction et a relevé le caractère exogène des glandes sécrétrices de l'huile essentielle.

L'étude de l'influence sur le rendement en concrète de différents paramètres nous a permis un choix judicieux des conditions opératoires d'extraction, concernant la nature du solvant, la température, la durée, l'hydromodule, l'agitation et le taux d'humidité de la plante.

Nous nous sommes ensuite intéressés à la cinétique d'extraction de la matière végétale. En effet, deux fonctions aisément accessibles à l'expérience ont été établies et appliquées avec succès dans ce cas particulier de l'extraction solide - liquide. Il s'agit de la fonction cinétique et de la fonction standard.

L'utilisation simultanée de ces fonctions a permis à partir d'une équation donnant l'évolution en fonction du temps du rendement en concrète d'établir avec une précision satisfaisante une autre pour différents hydromodules, températures et taux d'humidité de la plante.

Leur intérêt réside donc, dans le fait qu'elles permettent de confronter le choix des conditions opératoires en limitant considérablement le nombre d'expériences.

Nous avons démontré par ailleurs que les deux fonctions $\gamma(t)$ et $\overline{\phi^*}(t)$ sont indépendantes de la nature du solvant et ne tiennent compte que des particularités de la phase solide.

Dans la perspective de l'industrialisation du procédé: entrepris, nous avons tenté de dimensionner un extracteur à vis convoyeuse destiné au traitement de la matière végétale.

L'importance toujours actuelle, du marché des essences naturelles devrait susciter des travaux associant la recherche industrielle à des investigations plus

fondamentales que les technologies d'extraction ne semblent pas avoir suffisamment pris en compte jusqu'ici.

Enfin, cette étude s'est achevée par l'évolution de l'activité anti - microbienne de l'huile essentielle et de la concrète.

Bien qu'encore très partiels, les résultats des tests bactériostatique et anti - mycotique sont encourageants et méritent l'attention des compétences concernées pour une recherche plus étendue dans ce domaine.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] F.FENARDJI, M.KHUR, C.FOURLO, R.FERRANDO
Contribution à l'étude de l'Armoise blanche (*Artemisia herba - alba* Asso.)
Rev. Elev. Med. Vet., Pays trop, 27, pp 203 - 206, 1974
- [2] P.QUEZEL, S.SANTA
Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales
Tome II, Ed.C.N.R.S, Paris 7ème 1963
- [3] A.AIDOU
Contribution à l'étude des écosystèmes steppiques du sud Oranais Phytomasse
Productivité primaire et application pastorales
thèse doc.3ème Cycle U.S.T.H.B, 1983
- [4] B.BENDJILALI, H.RICHARD
Etude de quelques peuplements d'Armoise blanche du Maroc. *Artemisia herba - alba* Asso.Revista Italiano E.P.P.O.S 62(2), pp 69-74, 1980
- [5] M.SANTORINI
L'Armoise au Maroc, Parfums Cosmétiques, arômes n°51, 1983
- [6] J.C.CELLES
Biologie et écologie végétales des régions arides - Cycle de Conférence en
Algérie. Labo d'ecolo des régions arides Univ. de Nice pp 1-20, 1980
- [7] S.M.KHAFAGY, S.A.GHARBO, M.SARGT
Phytochemical investigation of *Artemisia herba - alba*, *Planta medica*,
pp 90 - 96, 1971
- [8] I.FEUERSTEIN, D.MÜLLER, K.HOBERT, A.DANIN, R.SEGAL
Phytochemistry, Vol 25, n°10, pp 2343 - 47, 1986
- [9] R.SEGAL, I.FEUERSTEIN, A.DANIN
Biochemical systematics and ecology, Vol 15, n°4, pp 411 - 416, 1984
- [10] - M.M.GORDON, V.D.DONALD, L.H.ZALKOW
J.Nat.Prod., 44, pp 432 - 440, 1981

- [11] H.A.A. TWAL, S.N.MAHMOUD, R.M. KALED
Screening of some Iraqi medicinal plants for their molluscicidal activities,
Fitoterapia, 60(3), pp 267 - 268, 1989
- [12] H.A.A TWAL, A.A.AL-BADR
Hypoglycemic activity of *Artemisia herba - alba*, *J.of Ethnopharmacology*
24(2-3) pp 123 - 126, 1988
- [13] J.YASHPHE, R.SEGAL, A.BREUER, G.ARDREICH - NAFTALI
Antibacterial activity of *Artemisia herba - alba*, *J.of Ph.Sc.*, Vol 68, n°7, 1979
- [14] J.YASHPHE, I.FEUERSTEIN, S.BAREL, R.SEGAL
The antibacterial and antispasmodic activity of *Artemisia herba - alba* Asso.
J.Crude Drug Res., 25, 2, pp 89 - 96, 1987
- [15] S.A.S MAHMOUD, A.HAZEM, M.A.F. EL- SEBAIE, M.A. EL-
BOROLLOS, A.H. EL-DADY.
Microbiological Studies on the phyllosphere of the desert plant *Artemisia herba -*
alba. *Egyptian Journal of Microbiology* 22 (1), pp 55 - 70, 1988
- [16] S.A.ROSS, N.E. EL-KELTANI, S.E.MEGALLA
Fitoterapia, 51, pp 201 - 205, 1980
- [17] B. BENJILALI, A.TANTAOUI - ELARAKI, A.AYADI, M.IHLAL
J.Food Prod., 47, pp 748 - 752, 1984
- [18] B.BENJILALI, A.TANTAOUI - ELARAKI, M.ISMAILI - ALAOU, A.AYADI
Plantes medicinales et phytothérapie, 20 n°2, pp 155 - 167, 1986
- [19] Y.R.NAVES
Technologie et chimie des parfums naturels, Ed.Masson et Cie, 1974
- [20] G.GILDERMEISTER, F.R.HOFFMANN
Les huiles essentielles, Ed. Schimmel et Cie, Tome 1, 1919

[21] M.PARIS, M.HURABIELLE

Abrégé de matière médicale pharmacognosie, Ed.Masson, 1981

[22] L.CRETTI

Les plantes aromatiques et médicinales, Ed.Atlas, 1981

[23] A.PERRIN, M.COLSON

Etat des glandes productrices d'huiles essentielles après distillation ou extraction par solvant chez *Mentha X piperita* L., 4, 1987

[24] R.R.PARIS, H.MOYSE

Précis de matières médicinales, Ed.Masson et Cie, Tome III, pp 396, 1971

[25] M.COLSON, A.PERRIN

A propos de quelques caractéristiques des cuticules isolées des glandes productrices d'huiles essentielles de *Mentha X piperita* L., 4, 1987

[26] J.BLAKEWAY, M.SENSALEENO

La mousse de chêne, une base de la parfumerie, Ed. Pour la Science, mai 1987

[27] P.CARREE

Précis de Technologie et de chimie industrielle, Tome III, Ed. J.BAILLIERE et Fils, 1953

[28] E.BOCCHIO

Parfums, Cosmétiques, arômes, 63, 1985

[29] E.BOUDNITSKA

Le parfum, que sais - je, 1987

[30] R.GELU

Industrie alimentaire et agricole, Septembre 1989

[31] P.A.P LIDDLE, P.SMEDT

Parfums, Cosmétiques, arômes, 24, 37, 1981

[32] E.GUEORGIEV

Technologie de la production des huiles essentielles, Ed. de l'Institut Supérieur de l'industrie alimentaire, Plovdiv, Bulgarie, 1988

[33] L.PEYRON

Problèmes techniques, Ed.Labo.Pharma., 343, 1984

[34] J.ARTOZOL, H.BERNAR

Parfums, Cosmétiques, arômes, 75, 1989

[35] P.PAUL, S.WISE

The principle of gaz extraction, Ed. Mills et Boon Ltd, 1971

[36] P.PELLERIN

Parfums, Cosmétiques, arômes, 84, 1988

[37] G.BRATS

Revue Française, Corps Gras, 25(1), pp 3 - 8, 1978

[38] J.LEYBROS, P.FREMEAUX

Extraction solide - liquide, Technique de l'ingénieur., Paris, J2780, 1990

[39] J.Q. Cu

Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 1990

[40] V.VIGON

Utilisation d'appareillage d'extraction intense pour la récupération des composés biologiquement actifs à partir des plantes, Papier de la IV^{ème} conférence Nationale, NTSCP, Pharmachim., Varna, pp 196 - 211, 1982

[41] R.FRANCOIS

Chim.Ind. Génie Chimique, 96(6), pp 1685 - 90, 1966

[42] O.M.ANGELIDIS

Revue des oléagineux, n°8, 9, Août, Sep, 1968

[52] J.LAISNEY

L'huilerie moderne, Art et Technique, 1984

[53] M.R. SHIEBEL, J.LEYBROS, P.FREMEAUX

Extraction solide - liquide. Techniques et appareillages. Technique de l'Ingénieur J2782, 1990

[54] E.J.BERNARDINI

J.Am.Oil Chem.Soc. 53, pp 275, 1976

[55] J.VALNET

Aromatherapie, Traitement des maladies par les essences des plantes,
Ed.Maloine pp 15, 1980

[56] M.J.PELCZAR

Eléments de microbiologie. Ed. HRW Ltée, pp 1 - 14, 1982

[57] H.LECLERC

Microbiologie générale, Ed. Doin, pp 194 - 283, 1983

[58] M. FROBISHER, R.FUERST

Microbiologie clinique, Ed. HRW Ltée pp 172 - 181, 1976

[59] J VALNET, C. DURAFFOURD, J.C. LAPZAZ

Une médecine nouvelle, Ed. Presses de la Renaissance pp 96, 1978

[60] M.BOUIX

Techniques microbiologiques d'analyse chimique, Vol 2, Ed. Technique et
documentation pp 315, 1981

[61] L.MOUILLET, F.M. LUQUET

Antibiotiques, Vol 4, Ed.Technique et documentation pp 307, 1981

[62] J.A.WASHINGTON

Laboratory procedures in clinical Microbiology, 2, 79, 1981

[63] P.FOURNIER

Plantes medicinales et vénéneuses de France. Modes d'action des plantes selon
leur principes actifs, Ed. Paul Lechevalier, Tome 1, 1947.

[64] N.ELENKOVA

Chimie analytique et méthodes physiques d'analyse, Ed. Technica, Sofia, 1983

ANNEXES

ANNEXE A-1

MESURE DU TAUX D'HUMIDITE DE LA PLANTE

Pour mesurer le taux d'humidité de la plante Il faut se munir de l'appareil de DEAN & STARK (figure 25), le solvant utilisé est le xylène (benzène ou toluène).

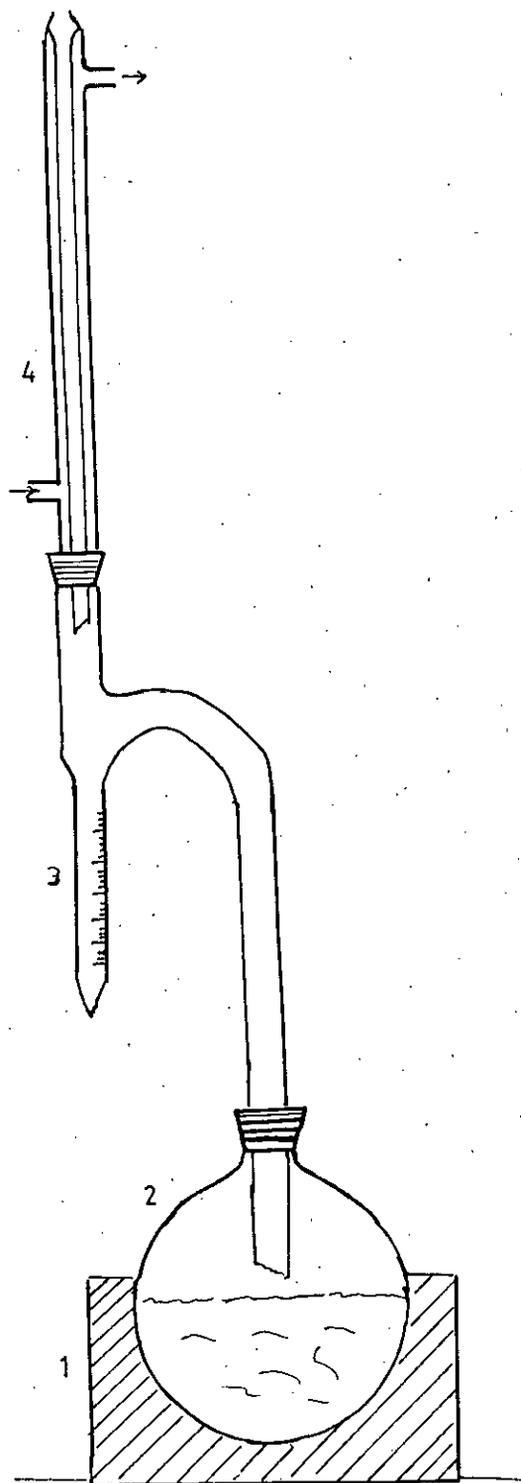
Le mode opératoire est le suivant :

Dans un ballon de 500 ml, nous introduisons 20 à 30 g ($\pm 0,001$ g) de matière végétale. Nous versons ensuite 200 ml de xylène dans le ballon, que nous surmontons d'un réfrigérant muni d'un récipient gradué. Ensuite nous portons à reflux (2 à 4 gouttes par seconde), jusqu'au moment où le niveau d'eau reste constant et le solvant surnageant l'eau dans le récipient devient limpide. Vers la fin du dosage, nous augmentons le chauffage dans le but de récupérer toutes les gouttes déposées sur les parois du réfrigérant; enfin, nous laissons refroidir, ensuite, nous notons le volume d'eau dans le récipient.

La teneur en eau dans la matière végétale est calculée par la formule :

$$H = \frac{V \times 0,998}{G} \times 100 \quad (69)$$

- où
- H : teneur en eau (%)
 - V : volume d'eau (ml)
 - G : masse de la matière végétale (g)



- 1 . CHAUFFE BALLON
- 2 . BALLON DE DISTILLATION
- 3 . TUBE DE RECETTE
- 4 . REFRIGERANT

Fig.25. - Appareil de DEAN et STARCK

ANNEXE A-2

**DETERMINATION DE LA REPRODUCTIBILITE
DES RESULTATS**

Si l'on considère n valeurs distinctes ou non de la variable x , la moyenne arithmétique est définie par :

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (70)$$

La dispersion des valeurs x_i autour de la moyenne est caractérisée par la valeur de la déviation standard, s :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i^2 - \bar{x}^2)}{n-1}} \quad (71)$$

On définit la reproductibilité des résultats par :

$$V_x = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \% \quad (72)$$

Lorsque le nombre de mesures est inférieur à 6, il est préférable d'évaluer la reproductibilité selon la valeur de s donnée par :

$$s = k_n (x_n - x_1) \quad (73)$$

où k_n est un coefficient qui prendra une valeur donnée selon le nombre des essais répétitifs (pour trois essais répétitifs $k = 0,591$)

x_1 et x_n sont respectivement les valeurs la plus petite et la plus grande de la mesure.

Le tableau 16 illustre un exemple de calcul de la reproductibilité des résultats.

Tableau 16 : Reproductibilité des résultats

t(mn)	x_1 (kg/m ³)	x_2 (kg/m ³)	x_3 (kg/m ³)	\bar{x} (kg/m ³)	s (kg/m ³)	Vx(%)
5		0,46	0,50	0,48	0,023	5
10		0,62	0,84	0,73	0,130	18
20	0,48	0,68	0,50	0,55	0,118	21
30	0,67	0,47	0,47	0,54	0,118	21
45	0,60	0,50		0,55	0,059	11
60	0,70	0,60	0,70	0,67	0,059	9
90	0,80	0,75	0,65	0,73	0,090	12
120	0,85	0,80	0,60	0,75	0,148	19
180	0,80	0,75	0,70	0,75	0,029	4
240	1,10	1,00		1,05	0,059	5