

16/91

وزارة الجامعات
Ministère aux Universités

Le 02/7/91.

2ex

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONTRIBUTION A LA DETERMINATION DE L'INTERVALLE

D'EBULLITION DE LA FRACTION ESSENCE LEGERE (S.R.) POUR

L'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES DU BOIS DE CEDRE

Proposé par :

Etudié par :

Dirigé par :

MADAME R.DERRICHE

A.OULD MADI

MADAME R.DERRICHE

PROMOTION

JUIN 1991

MINISTERE AUX UNIVERSITES

وزارة الجامعات

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

DEPARTEMENT: GENIE-CHIMIQUE

دائرة: الهندسة الكيميائية

PROMOTEUR: MADAME R. DERRICHE

الموجه: الأستاذة ر. دريش

ELEVE INGENIEUR: ALI OULD-MADI

الطالب: علي ولد مادي

الموضوع: خلج الزيت الأساسي من شجرة الأرز.

الملخص: يستهدف هذا البحث اختيار درجات الحرارة الأولية والنقائية

التي تكون المجال المختار للسيل إنطلاقا من بنزين خفيف

مستخلص من البترول الجزائري ثم القيام بمقارنة بين مختلف

طرق الإستخلاص المستمر بواسطة السيل المختار.

Subject: Influences of the solvent in extraction of essential
oil of ALGERIAN cedar wood.

Summary:

This study consists in a determination of the initial and final boiling point of the range to be choiced as a volatil solvent from soft naphta of ALGERIAN petrolium and then to conduct comparative studies between differents types of extractions with continued circulation of the choiced solvent.

Sujet: Extraction par solvant volatil issu d'une coupe d'essence
légère (S.R.) de l'huile essentielle du cèdre ALGERIEN.

Résumé:

Le présent travail consiste en la détermination des points d'ébullition initial et final de la fraction à choisir comme solvant volatil à partir d'une essence légère (S.R.) du pétrole ALGERIEN et une étude comparative entre les différentes méthodes extractives avec circulation continue du solvant choisi.

=====
[]
[DEDICACES]
[]
=====

JE DEDIE CE FRUIT A :

MON PERE ET MA MERE POUR LEURS DEVOUEMENTS
MES FRERES ET SOEURS
MA FEMME
MES AMIS

ALI OULD-MADI
.....



=====
[]
[REMERCIEMENTS]
[]
=====

CE TRAVAIL A ETE REALISE AU DEPARTEMENT DE GENIE-CHIMIQUE
DE L'ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE SOUS LE PATRONAGE DE
MADAME R.DERRICHE CHARGEE DE COURS.

QU'ELLE TROUVE ICI L'EXPRESSION DE MA GRATITUDE PATHETIQUE
POUR SES ENCOURAGEMENTS ET SES PRECIEUX CONSEILS.

J'EXPRIME AUSSI A :

MONSIEUR S.E.CHITOUR	PROFESSEUR	:PRESIDENT
MONSIEUR R.BELABBES	PROFESSEUR	:EXAMINATEUR
MADAME S.CHERCHARI	MAITRE ASSISTANTE	:EXAMINATRICE
MADAME .HADDOUM	MAITRE ASSISTANTE	:EXAMINATRICE
MADAME R.DERRICHE	CHAGEE DE COURS	:EXAMINATRICE

MA RECONNAISSANCE ET MES REMERCIEMENTS POUR L'HONNEUR QU'ILS ME
FONT D'EXAMINER CE TRAVAIL.

MA PROFONDE GRATITUDE A TOUS CEUX QUI ONT PARTICIPE A MA
FORMATION.

SOMMAIRE	=====	PAGE
=====	[=====
	PARTIE THEORIQUE	
]	
	=====	
I-INTRODUCTION.....		1
II-LE CEDRE EN ATLAS.....		3
II-1-LA CEDRAIE ALGERIENNE.....		3
II-2-L'HUILE ESSENTIELLE DANS LES VEGETAUX.....		4
II-2-1-LES DEPOTS EXOGENES.....		4
II-2-2-LES DEPOTS ENDOGENES.....		4
II-2-3-DEPOTS D'HUILE DANS LE BOIS DE CEDRE.....		4
III-LES HUILES ESSENTIELLES DES DIFFERENTS TYPES DE CEDRE.....		5
III-1-COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES ESSENTIELLES DES DIFFERENTS TYPES DE CEDRE.....		5
III-1-1-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS.....		5
III-1-1-A-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS ALGERIEN[6].....		5
III-1-1-B-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS ALGERIEN[2].....		6
III-1-1-C-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS MAROCAIN.....		8
IV-LES PROCEDES D'EXTRACTION.....		8
IV-1-ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU ET HYDRODISTILLATION...10		10
IV-2-ENFLEURAGE.....		11
IV-3-MACERATION.....		11
IV-4-EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS.....		12
IV-5-EXTRACTION PAR DIOXYDE DE CARBONE-SUPERCRITIQUE OU LIQUIDE.....		12
IV-6-EXTRACTION AU FORANE-113.....		13
V-EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS.....		14
V-1-MECANISME DE L'EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS.....		14
V-2-FACTEURS INTERVENANTS DANS L'EXTRACTION.....		15
V-2-1-NATURE DU SOLVANT.....		15
V-2-2-NATURE DE LA MATIERE VEGETALE.....		16
V-2-3-DUREE D'EXTRACTION.....		16
V-2-4-LA TEMPERATURE.....		16
V-2-5-LE DEGRE DE DIVISION DE LA MATIERE VEGETALE.....		17
V-2-6-LE DEGRE D'AGITATION.....		17
V-2-7-CONCENTRATION RESIDUELLE EN SOLUTE.....		17
V-2-8-HUMIDITE.....		17
V-2-9-LES EXTRACTIONS SUCCESSIVES.....		18
V-2-10-L'HYDROMODULE.....		18

VI-PRODUCTION DES CONCRETES ET DES RESINOIDES.....	18
VI-1-PRODUCTION DES CONCRETES.....	18
VI-2-PRODUCTION DES RESINOIDES.....	19
VI-3-TRANSFORMATION DES CONCRETES ET DES RESINOIDES EN ABSOLUES.....	19
VII-THEORIE DE LA DIFFUSION.....	19
VII-1-DIFFUSION UNIDIMENSIONNELLE.....	19
VIII-ORIGINES DE LA COLORATION DES CONCRETES.....	29
VIII-1-TECHNIQUES DE SEPARATION DES PRODUITS ODORANTS ET DES MATIERES COLOREES.....	(30) 29
VIII-1-1-DISTILLATION DIRECTE SOUS VIDE.....	(32) 30
VIII-1-2-DISTILLATION SOUS VIDE POUSSE.....	(34) 33
VIII-1-3-DISTILLATION EN PRESENCE D'UN VEHICULE NEUTRE.....	(36) 35
VIII-1-4-ENTRAINEMENT PAR LA VAPEUR D'EAU.....	(38) 37
VIII-1-5-ENTRAINEMENT AUX GLYCOLS.....	(39) 38
=====	
[]
[PARTIE EXPERIMENTALE]
[]
=====	
I-INTRODUCTION.....	(43) 48
II-FRACTIONNEMENT DE LA COUPE ESSENCE LEGERE (S.R.).....	(44) 43
II-1-DISTILLATION A.S.T.M.....	(44) 43
II-2-DISTILLATION T.B.P.....	(48) 47
III-EXTRACTION DANS UN SOXHLET.....	(51) 50
III-1-DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE ET MODE OPERATOIRE... ..	(51) 50
III-1-1-EXTRACTEURS FERMES.....	(51) 50
III-1-2-PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT D'UN SOXHLET.....	(51) 50
III-2-VARIATION DU RENDEMENT EN FONCTION DU TEMPS POUR DIFFERENTES FRACTIONS.....	(53) 52
III-2-1-MASSE DE BOIS.....	(53) 52
III-2-2-TEMPERATURE.....	(53) 52
III-2-3-RECUPERATION DU SOLVANT.....	(53) 52
III-2-4-RESULTATS D'EXTRACTIONS.....	(55) 54
III-2-5-INTERPRETATION DES GRAPHES.....	(58) 52
III-3-VARIATION DU RENDEMENT EN ABSOLUE POUR UN TEMPS D'EXTRACTION DE 24 HEURES.....	(63) 62
III-3-1-OPTIMISATION DU TEMPS DE SEPARATION DE LA CIRE.....	(63) 62
III-3-2-OPTIMISATION DE LA TEMPERATURE DE SEPARATION... ..	(64) 63

III-3-3-TENEUR EN CIRE, TENEUR EN ABSOLUE, PERTES, RENDEMENTS EN CIRE ET EN ABSOLUE.....	(66) 65
III-4-VARIATION DU RENDEMENT EN ENTRAINABLES A LA VAPEUR D'EAU POUR UN TEMPS D'EPUISEMENT TOTAL, POUR DIFFERENTES ABSOLUES OBTENUES.....	(68) 67
III-5-CONCLUSION.....	(74) 73
IV-ETUDE ANALYTIQUE.....	(76) 75
IV-1-ANALYSE DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES.....	(77) 76
IV-1-1-DENSITE.....	(77) 76
IV-1-2-INDICE DE REFRACTION.....	(77) 76
IV-1-3-INDICE D'ACIDE.....	(78) 77
IV-2-CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE.....	(82) 81
IV-2-1-PRINCIPE DE LA CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE.....	(83) 82
IV-2-2-CONDITIONS OPERATOIRES (C.P.G.).....	(84) 83
IV-2-3-ANALYSE SUR LA PHASE POLAIRE PEG 20M.....	(84) 83
V-EXTRACTION STATIQUE.....	(91) 90
V-1-L'HYDROMODULE.....	(91) 90
V-2-VARIATION DU RENDEMENT EN FONCTION DU TEMPS.....	(92) 91
V-3-INTERPRETATION DES RESULTATS.....	(92) 91
V-4-INFLUENCE DU TEMPS SUR LE RENDEMENT EN CONCRETE (SECONDE METHODE).....	(97) 96
V-4-1-BUT.....	(97) 96
V-4-2-COURBES D'ETALONNAGE.....	(97) 96
V-5-INFLUENCE DU TEMPS SUR LE RENDEMENT EN CONCRETE (TROISIEME METHODE).....	(112) 111
V-5-1-DEGRE D'IMPREGNATION DU SOLVANT DANS LE BOIS.....	(112) 111
V-5-2-SECHAGE A L'AIR LIBRE.....	(113) 112
V-5-3-VARIATION DU RENDEMENT DE CONCRETE EN FONCTION DU TEMPS.....	(116) 115
V-6-REGROUPEMENT DES RESULTATS OBTENUS PAR LES TROIS METHODES.....	(117) 116
VI-EXTRACTION AVEC CIRCULATION CONTINUE DU SOLVANT.....	(119) 118
VI-1-MODE OPERATOIRE.....	(119) 118
VI-2-RESULTATS ET DISCUSSIONS.....	(119) 118
VI-3-RESULTATS DE L'EXTRACTION AVEC LE N-HEXANE.....	(123) 122
VII-COMPARAISON DES RESULTATS DES DIFFERENTES EXTRACTIONS EN CONTINUE.....	(124) 123
VIII-CONCLUSION.....	(126) 125

I-INTRODUCTION.

Une des valorisations possibles des espèces forestières que nous avons envisagé est l'extraction de leurs huiles essentielles dont l'importance économique est considérable, tant qu'il est vrai qu'elle trouve des applications dans les domaines les plus variés allant des industries alimentaires aux industries pharmaceutiques en passant par les cosmétiques et les parfums.

Notre intérêt s'est porté sur le bois de cèdre vu la haute valeur ajoutée de son huile et sa relative abondance en Algérie et notamment dans les parcs nationaux du Djurdjura, Khenchela, Chréa...

Les huiles essentielles principalement volatiles et immiscibles dans l'eau constituent les portions des métabolismes secondaires des produits de la plante. Ceux sont des mélanges fort complexes de divers composés organiques, les constituants majeurs étant généralement des terpènes, diterpènes sesquiterpènes et leur dérivés oxygénés (alcools, aldéhydes, cétones...).[1]

Les essences contenues dans les tissus végétaux peuvent être extraites aussi bien par entraînement à la vapeur d'eau ou par hydrodistillation, que par épuisement de certaines parties spécifiques de la plante dans les solvants organiques.

Parmi ces procédés, l'extraction par solvant est de nos jours l'une des méthodes les plus utilisées.

A cet effet, l'étude du procédé d'extraction de l'essence du bois de cèdre de l'Atlas par le n-héxane a été menée.[2]

Comme l'héxane est un solvant fort coûteux et importé, on a pensé le remplacer par de l'éther de pétrole qui est un solvant beaucoup moins coûteux et qui sera produit sur place à partir d'une coupe pétrolière qui est l'essence légère (26-84°C).

Pour le choix des points initial et final de la fraction à utiliser on a pensé suivre la cinétique d'extraction et la quantité maximale de concrète pouvant être extraite.

Quant à la qualité de la concrète obtenue, celle-ci a été évaluée en mesurant ses propriétés physico-chimiques (densité, indice de refraction, indice d'acide) ainsi que la détermination du taux de composés entraînés à la vapeur d'eau et la teneur en cires dans les extraits.

Enfin l'analyse par chromatographie en phase gazeuse nous permettra d'identifier les constituants majeurs dont la teneur relative dans les différents extraits sera évaluée.

II-LE CEDRE EN ATLAS

Le cèdre de l'Atlas trouve son aire naturelle au Maroc et en Algérie, et couvre environ 14500 hectares.[3]

II-1-LA CEDRAIE ALGERIENNE.

Elle occupe 2% de la superficie forestière, soit 28500 hectares, répartis en 2058 hectares dans les Aurès, 4000 hectares dans la chaîne du Hodna, 400 hectares au mont Babor, 200 hectares au Djurdjura, 1000 hectares à Chréa et 1000 hectares à Thniet el Had.

Le cèdre de l'Atlas est une essence montagnarde, ses limites altitudinales supérieures et inférieures sont déterminées par le climat.

En Algérie, ces limites diffèrent d'une cédraie à une autre.

Le cèdre de Djurdjura et de Thniet-El-Had, apparaît vers 1300-1400 mètres et s'étend jusqu'à 1900 mètres d'altitude, il se localise entre 1500 et 2000 mètres d'altitude sur le versant sud du mont Babor, par contre sur le versant nord il descend jusqu'à 1300 mètres d'altitude, mais il peut trouver les conditions du milieu le plus favorable à une croissance à partir de 1100 mètres d'altitude[4].

Pour la croissance et la productivité du cèdre en Algérie, la cédraie de Chréa, relativement jeune avec une surface terrière moyenne de 26.25 mètres carré par hectare, et un volume sur pied moyen de 318.34 mètres carré par hectare, et classée parmi les plus productives avec la cédraie sapinière du

mont Babor, alors que les cédraies des Aurés, plus méridionales sont soumises à des conditions climatiques très sévères. Leur peuplement constitue de vieilles futaies irrégulières, présentant parfois une allure jardinée ayant subi une dégradation accentuée par le pâturage excessif, les incendies répétés et l'absence de sylviculture[4].

II-2-L'HUILE ESSENTIELLE DANS LES VEGETAUX.[5]

On distingue des dépôts exogènes et des dépôts endogènes.

II-2-1-LES DEPOTS EXOGENES [5]

Les dépôts exogènes se trouvent à la surface des organes du végétal qui durant la végétation produisent l'huile essentielle, laquelle donne l'arôme caractéristique du végétal.

II-2-2-LES DEPOTS ENDOGENES [5]

Les dépôts endogènes se trouvent à l'intérieur des organes du végétal, certains sont constitués de cellule vivantes d'autres sont formés de cellules mortes.

II-2-3-DEPOTS D'HUILE DANS LE BOIS DE CEDRE.[5]

Les espèces végétales de la famille du cèdre possèdent des canaux contenant l'huile essentielle. Ces canaux sont de type chisogène formés par la dilatation des espaces inter-cellulaire. Leur parois sont formées de cellules à sécrétion. Les canaux chisogènes des espèces de cette famille sont entourés d'une couche de cellules mortes, lesquelles évitent l'applatissage des canaux.

Dans les racines et le tronc cette couche est mince mais dure. Les canaux formant un réseau infini dans le tronc et les racines, tandis que les feuilles (aiguilles) ils ne sont pas nombreux et sont disposées sur la longueur de la feuille.

III-LES HUILES ESSENTIELLES DES DIFFERENTS TYPES DE

----- CEDRE -----

III-1-COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES

----- ESSENTIELLES DES DIFFERENTS TYPES DE

----- CEDRE -----

Plusieurs travaux ont été menés, dans le but de connaître la composition des huiles essentielle des différents types de cèdre, les principaux résultats auxquels ces travaux ont abouti sont les suivants:[6]

III-1-1-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS.

La majorité des travaux effectués, s'intéressent au bois de cèdre de l'Atlas Marocain mais des recherches récentes, ont permis d'identifier les principaux constituants de l'huile essentielle du bois de cèdre Algérien.

III-1-1-A-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS ALGERIEN[6]

Les constituants majeurs de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau et leurs teneurs sont résumés dans le tableau N°a.

Tableau N°a: Teneur en principaux constituants de l'huile essentielle du bois de cèdre de Djurdjura.			
Analyse chromatographique sur colonne non polaire		Analyse sur colonne polaire	
Constituants	Teneur (%)	Constituants	Teneur (%)
α -Himachalène	1.17-7.98	α -Himachalène	1.87-10.75
α -Caryophyllène	2.24-6.96	α -Caryophyllène	1.83-7.82
β -Himachalène	1.84-20.89	β -Himachalène	3.81-26.87
Epoxyde des β -Himachalène	3.58-9.30	Epoxy du β Himachalène	6.86-17.46
Sesquitérène.	5.21-14.55	Alcool sesqui-terpénique 1	6.91-9.40
Diodarone.	2.04-2.86	Déodorane	1.34-2.04
Alcool sesquitér-pénique	-	Alcool sesqui-terpénique 2	4.08-4.27
Cis α Atlantone	2.66-3.64	Cis α Atlantone	2.94-4.20
Trans α Atlantone	14.99-17.00	Trans α Atlantone	20.24-22.46

II-1-1-B-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS ALGERIEN[2].

L'épuisement total de la matière végétale avec circulation continue du solvant ,donne un extrait de composition suivante.

Tableau N°b: Teneur en principaux constituants de l'huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas.				
PEG.20M		RSL.150		
Constituants	Teneur (%)	Constituants	Teneur (%)	
α -Himachalène	7.4	α -Himachalène	10.6	
γ -Himachalène	6.1	β -Himachalène	10.2	
β -Himachalène	20.8	β -Himachalène	29.2	
Epoxyde du α -Himachalène	6.7	Epoxy du α -Himachalène	13.4	
Sesquitérpène.	-	Sesquitérpène	-	
γ -atlantone	1.5	γ -atlantone	1.4	
Dihydro aryl himachalène	3.1	Dihydro aryl himachalène	4.5	
Cis α Atlantone	2.3	Cis α Atlantone	3.0	
Trans γ Atlantone	17.9	Trans α Atlantone	13.3	

III-1-1-C-BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS MAROCAIN.

GRIMAL signala pour la première fois en 1902 un constituant de l'huile essentielle de cèdre de l'Atlas[7], il s'agissait du méthyl-1 acétyl-4 cyclohexane (1).

Au cours des années 1932-1934, A.PFAU et P.PLATTNER [8,9]

signalèrent la présence de α -atlantone(2) et du β -atlantone(3)

comme cétones caractéristiques, à la fois dans le cèdre de

l'Atlas, et dans celui de l'Himalaya (cédraie déodora).

En 1961, JB.BREDENBERG et H.ERDETMANN ont isolé l' α et le

β -Himachalène(4) et(5) de l'huile de l'Atlas[10], ces

sesquiterpènes ont été isolés également de l'huile de

l'Himalaya par SUKV.DEV et COLL[11,12].

En 1974 M.PLATTIER et P.TEISSEIRE [13] ont réussi à

isoler cinq nouveaux terpènes en l'occurrence le

γ -Himachalène(6), le γ -dihydro 7.8 aryl-Himachalène (7), l' α -Epoxy

6.7 Himachalène 2.3 (8).

La dihydro 12.13 trans γ -atlantone (9) est une cétone sesquiterpénique bicyclique (10) dont la structure exacte n'a pu être déterminée mais qui a fait l'objet d'un autre travail dans lequel ils signalèrent que la structure du composé (10) serait le résultat d'un réarrangement de l' α -Epoxy 6.7

Himachalène 2.3(8). Ils ont aussi déterminé la structure exacte et la configuration absolue. (voir figure N°I). [14]

IV-LES PROCÉDES D'EXTRACTION.

Divers procédés pour l'extraction des produits aromatiques des végétaux, et selon la technique

utilisée, l'extraction permet d'obtenir des huiles

essentiels, des pommades, des concrètes, des absolues, des

résinoïdes ou des infusions. [15,16]

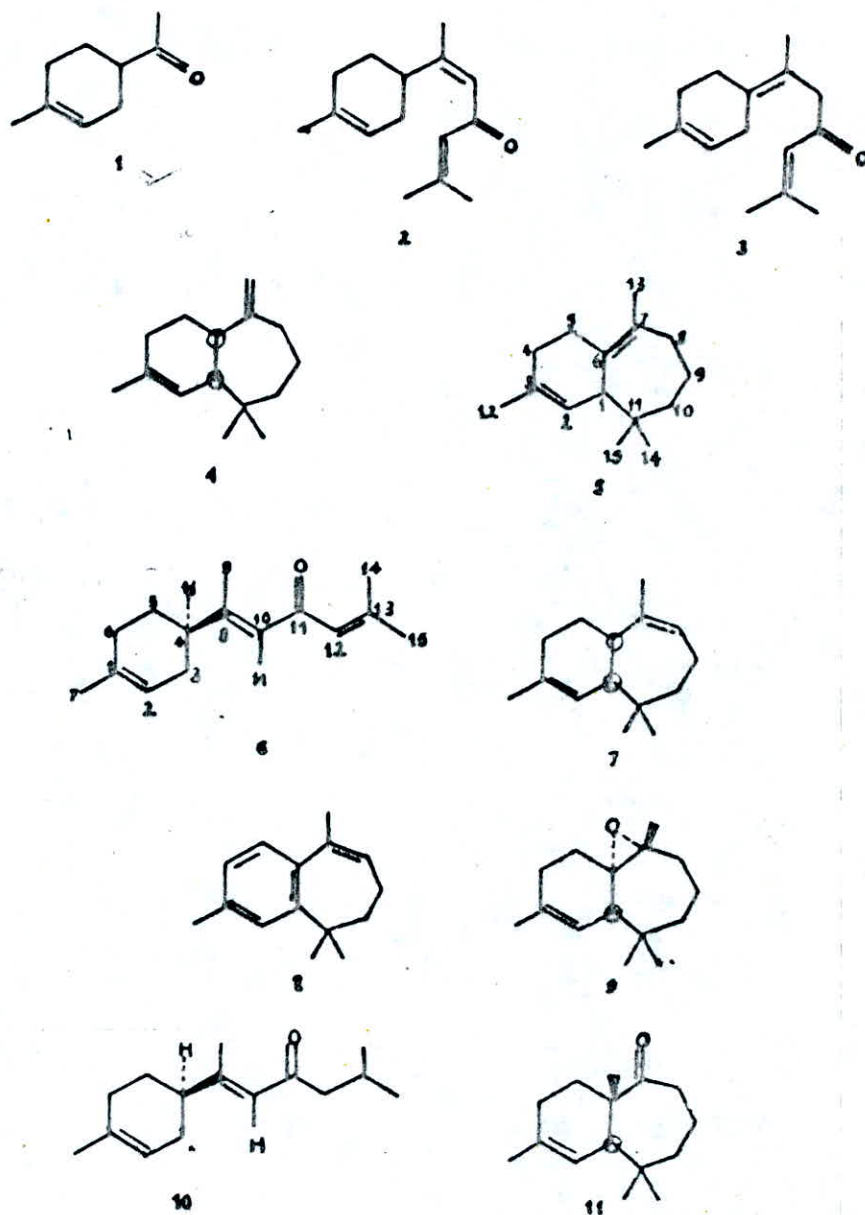


Figure N:Y

**PRINCIPAUX COMPOSES IDENTIFIES DANS L'HUILE
DU BOIS DE CEDRE DE LATLAS MAROCAIN.**

Plusieurs procédés d'extraction sont utilisés de longue date [9], toutefois les normes liées à l'utilisation industrielle des extraits limitent en générale le choix du procédé.[17]

La localisation histologique des composés aromatiques dans le végétal peut aussi orienter le choix technologique. Ces dernières années deux nouveaux procédés ont vuent le jour, il s'agit de l'extraction au dioxyde de carbone et de l'extraction au forane 113.[13]

IV-1-ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU ET ----- HYDRODISTILLATION -----

Le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau[19]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 de leur point d'ébullition relativement bas et de leur caractère hydrophobe, ils ne sont donc, ni retenus dans les biopolymères de la plante, ni solubilisés dans l'eau, pour ce faire la plante ou organe de la plante est placé dans un alambic traversé par un courant de vapeur d'eau. Les principes volatils, peu solubles dans l'eau sont entraînés et après condensation, séparés des distillats par décantation.

L'hydrodistillation, variante de cette méthode, consiste à placer la matière végétale directement dans l'eau portée ensuite à ébullition.

Cette technique est réservée habituellement au dosage des huiles essentielles au laboratoire.[20]

IV-2-ENFLEURAGE

Cette technique est réservée aux organes végétaux particulièrement fragiles (fleurs). En raison du prix prohibitif de cette matière première et de l'importante main d'oeuvre que cette technique requiert, celle-ci n'est quasiment plus pratiquée elle consiste à mettre les pétales en contact avec un corps gras sur des chassiss superposés à température ambiante.

Au bout de quelques jours le saindoux l'axonge, généralement utilisés, sont saturés en essence végétale. On renouvelle ensuite les fleurs jusqu'à l'obtention d'une pommade de plus en plus parfumée. La pommade ainsi obtenue est épuisée par l'éthanol absolu dans lequel les corps gras sont peu solubles. Les composés volatils extraits par la fraction éthanolique sont isolés par simple évaporation de l'alcool. [17]

IV-3-MACERATION

La macération utilise les mêmes graisses que l'enfleurage mais à chaud, ce qui a pour effet d'augmenter leur pouvoir absorbant, cette opération présente donc l'avantage d'être rapide, elle s'applique aux fleurs qui cessent leur activité physiologique de développement au moment de leur cueillette. Ce procédé fut longtemps utilisé pour l'obtention des parfums de roses, de violette, de mimosa, ..., avant l'avènement des procédés d'extraction au moyen de solvants volatils. [17]

IV-4-EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATILS [1]

Les huiles essentielles ont la propriété d'être solubles dans la plupart des solvants organiques, particulièrement dans les hydrocarbures aliphatiques (pentane, hexane) ou aromatiques (benzène, toluène, xylène).

On opère le plus souvent à température ambiante, ce qui ne provoque aucune modification ou altération dans les structures moléculaires composant la part aromatique extraite.

Notre travail se faisant dans ce domaine nous développerons cette technique dans le paragraphe suivant.

IV-5-EXTRACTION PAR DIOXYDE DE CARBONE-SUPERCRITIQUE OU LIQUIDE

Cette méthode est basée sur le fait que certains gaz, notamment le dioxyde de carbone, dans des conditions de pression dites critiques ou supercritiques, présente un pouvoir de dissolution accru vis à vis de divers composés tels que les huiles essentielles, les arômes, les colorants naturels...

Le diagramme de phases pression/température du dioxyde de carbone traduit l'état d'équilibre des trois phases au point triple. Au delà du point critique 31.4°C et 73 bars, le dioxyde de carbone ne peut plus être liquéfié, il est dit en état supercritique, sa densité est alors voisine du liquide et ses qualités dissolvantes sont plus ou moins sélectives selon la température, la pression et la nature du soluté. Les industries l'utilisent actuellement sous deux états liquide ou supercritique, selon un même schéma de fonctionnement ou seules les pressions diffèrent.

On peut jouer sur la pression et le taux d'hydratation de la matière extraite pour séparer certe une huile essentielle d'un extrait végétal, on peut même séparer un composé odorant particulier d'une huile essentielle. Il s'agit donc d'une méthode très sélective et certainement promis à un bel avenir, mais qui présente cependant l'inconvénient d'exiger des pressions élevées, donc une technologie sophistiquée. [21,22]

IV-6-EXTRACTION AU FORANE 113.

le procédé d'extraction au forane 113 est simple dans son principe ,il se compose de trois étapes:

1-Extraction proprement dite qui permet une double valorisation du végétal en une étape. A l'issue de cette étape on récupère un résidu végétal sec, donc stable et valorisable Par ailleurs, car le forane 113 entraîne également l'eau.

2-Recyclage du solvant: le solvant est recyclé vers le réacteur d'extraction par distillation. Cette seconde étape produit une concrète, c'est à dire un mélange d'huile lipidique et d'huile essentielle.

3-Separation de l'huile essentielle: elle peut-être pratiquée par simple entrainement à la vapeur des composés aromatiques.

Ce procédé peut présenter un triple avantage sur l'entrainement à la vapeur d'eau et à l'hydrodistillation.

- Exploitation optimale de la matière première.
- Diminution des rejets liquides et solides.
- Reduction de la consommation énergétique. [18]

V-EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS

L'épuisement de la matière végétale s'effectue tant à froid qu'à chaud au moyen de solvants organiques ou des mélanges binaire de solvants, dans des extracteurs hermétiquement clos .

V-1-MECANISME DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT VOLATIL

L'extraction des matières végétales par solvants pour obtenir des concrètes est un processus assez complexe, basé sur le phénomène de transfert de matière.

Ce processus peut-être résumé en quatre étapes:

1-Pénétration du solvant dans le tissus végétal ~~de~~
2 - dissolution des substances s'y trouvant .

3-Transfert de la matière extraite à travers les membranes cellulaires.

4-Diffusion de la matière extraite de la surface du végétal vers le solvant non saturé.[23]

Par contre ANGELIDIS et COLL[24] décrivent le mécanisme d'extraction par solvant des matières oléagineuses comme suit:

1-La dissolution d'huile située à la surface et son voisinage immédiat par le solvant.

2-Diffusion de l'huile à l'intérieur des pores, lesquels entre temps ont été remplis de solvant .Pendant cette étape la vitesse d'entrée de solvant dans les pores est plus importante que la vitesse de diffusion et la quantité extraite dépend de cette dernière .

3-L'écoulement du solvant contenu dans les espaces vides réstant des pores capillaires,leur dimensions étant très petites,l'écoulement est lent et par conséquent,c'est lui qui contrôle la vitèsse du processus durant cette phase et non la diffusion.

V-2-FACTEURS INTERVENANTS DANS L'EXTRACTION

Les facteurs intérvenant dans l'extraction sont liés à l'état du solide et du soluté,à la nature du solvant,à la température,au degré d'agitation des phases,à la concentration résiduaire en soluté sur le solide et à l'humidité.[25,26]

V-2-1-NATURE DU SOLVANT

Le choix du solvant approprié est souvent délicat,vu les critères aux quels il doit répondre.

Ce choix est en réalité limité et on peut dire actuellement que l'hexane et l'éther de pétrole,sont les plus employés,car par exemple l'éther ordinaire donne bien lui aussi d'exellents résultats,mais son prix est trop élevé et son point d'ébullition (36°C) est trop bas pour que la récupération soit facile à réaliser,le benzène ne donne pas de bons résultats,parce qu'il est très difficile à purifier complètement parce qu'il donne presque toujours des extraits fortement colorés et est très toxique.Le sulfure de carbone laisse toujours à l'extrait une odeur désagréable;quant au chloroforme et au tétrachlorure de carbone qui ont sur tout les

précèdent l'avantage d'être incombustible, ils ne peuvent pas être employés utilement. D'abord à cause de leur prix élevé et ensuite parce que leur pouvoir de dissolution est nettement moindre que celui de l'héxane ou de l'éther de pétrole, même les solvants vendus dans le commerce comme le trichloréthylène et le tétrachloréthane présentent le même inconvénient. [25]

En conclusion le solvant doit être chimiquement inerte à l'égard des extraits et de l'appareillage, le choix du solvant doit tenir compte aussi de son inflammabilité, sa toxicité, son coût, son point d'ébullition et sa stabilité. [17]

V-2-2-NATURE DE LA MATIERE VEGETALE

La composition de la matière végétale peut varier en fonction des lieux et de la période de végétation, des récoltes et du stockage, et de ce fait un certain nombre de mesures doivent être envisagés pour assurer la qualité constante de l'extrait. [27]

V-2-3-DUREE D'EXTRACTION

Etant donné que le solvant est en mesure d'extraire non seulement le produit désiré mais d'autres matières, il convient d'arrêter l'extraction à un moment tel que le rendement en produit de meilleure qualité possible soit maximal. [26]

V-2-4-LA TEMPERATURE

L'élévation de température favorise généralement la solubilité de certains constituants de la matière végétale

mais dans plusieurs cas elle provoque la formation, au cours de l'extraction, de produits secondaires artéfacts souvent indésirables.[17]

V-2-5-LE DEGRE DE DIVISION DE LA MATIERE VEGETALE

Pour l'extraction des concrètes, il est indispensable de savoir où se situent les dépôts d'huile essentielle, avant d'envisager une division de la matière végétale. Cette dernière est recommandée pour l'extraction des végétaux dont les dépôts sont endogènes, car elle permet au solvant de les atteindre rapidement, par contre, pour les végétaux à dépôts exogènes, un découpage très fin ou un broyage sont à éviter, car ils provoquent la destruction du cuticule et la perte de l'huile essentielle.[5]

V-2-6-LE DEGRE D'AGITATION

L'agitation mécanique des particules dans le solvant, qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu, a un effet toujours favorable sur l'extraction.[27]

V-2-7-CONCENTRATION RESIDUAIRE EN SOLUTE

La vitesse d'extraction est inversement proportionnelle au taux de saturation du solvant.[27]

V-2-8-HUMIDITE

Pour les solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide.[27]

V-2-9-LES EXTRACTIONS SUCCESSIVES

Après un premier contact entre la matière végétale et le solvant, ce dernier n'arrive pas à extraire la totalité des produits aromatiques d'une part, et d'autre part, une partie du solvant chargé est retenue par la matière végétale. Pour remédier à ceci, la charge est traitée à nouveau par du solvant frais. Le nombre et la durée des extractions successives doivent être optimisés en fonction des qualités de l'extrait. [2]

V-2-10-L'HYDROMODULE

Ce terme est utilisé pour définir le rapport entre la masse de la matière végétale et le volume de solvant.

En général lorsque le volume de solvant augmente, pour une masse de matière végétale constante, on accélère le processus d'extraction. Cependant cette augmentation, dans un dispositif discontinu, conduit à une mauvaise utilisation de l'extracteur. [26]

VI-PRODUCTION DES CONCRETES ET DES RESINOIDES

VI-1-PRODUCTION DES CONCRETES

Après extraction le solvant chargé d'huile est réduit au maximum puis éliminé par distillation sous vide ainsi on obtient une concrète. [6]

VI-2-PRODUCTION DES RESINOIDES

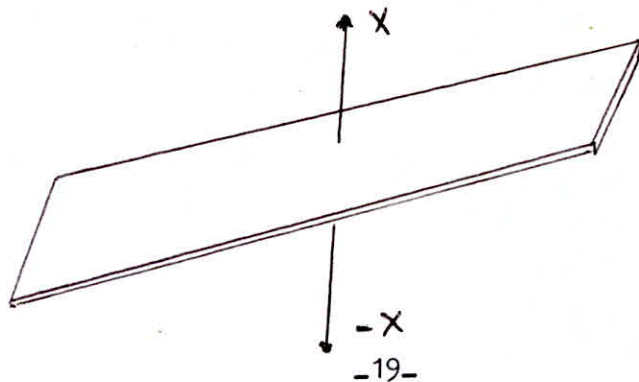
L'extraction des résinoïdes se fait à partir des matières végétales desséchées. La matière végétale additionnée d'un solvant approprié et fortement agitée dans un extracteur puis filtrée, le filtrat est réduit par distillation du solvant au maximum puis éliminé par distillation sous vide, le produit obtenu est dit résinoïde. [25]

VI-3-TRANSFORMATION DES CONCRETES ET DES RESINOIDES EN ABSOLUES

L'extrait additionné d'alcool à $+(30-40^{\circ}\text{C})$ est rigoureusement agité. Quand cette solution est réfrigérée de -12 à -15°C , seule les cires précipitent, vu que ces dernières ne sont pas solubles dans l'alcool à basse température (-1°C). Par centrifugation des cires on peut les séparer de l'essence absolue alcoolique (solution alcoolique) qui après distillation on récupère l'essence absolue. [28]

VII-THEORIE DE LA DIFFUSION [29]

VII-1-DIFFUSION UNI-DIMENSIONNELLE



Le traitement théorique de la diffusion peut se faire pour un état non stationnaire ou pour un état stationnaire idéalisé.

Deux modes de réflexion se présentent :

-Soit l'on considère le système sous l'angle de la diffusion pure et on adopte les lois relatives aux conditions techniques (traitements mathématiques).

-Soit l'on considère le système dans son ensemble et on développe un mode de représentation tenant compte du facteur de diffusion (traitements graphiques).

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

$$\frac{C}{t} = D \left[\frac{C^2}{X^2} + \frac{C^2}{Y^2} + \frac{C^2}{Z^2} \right] \dots \dots (1)$$

C:Concentration , D:Coefficient de diffusion.

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

Toutes les théories émises reposent cependant sur une formulation simplifiée de la seconde lois de FICK.

$$\frac{C}{t} = D \frac{C^2}{X^2} \dots \dots (2)$$

Cette équation doit être adoptée à différentes conditions, entre autre aux variations de concentration de la phase liquide, au genre de courants à la répartition inhomogène du soluté en phase solide.

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

Les corrections impliquées par les conditions réelles ne sont souvent pas nécessaires, car la calculation graphique permet d'envisager un système réel.

La résolution graphique de l'équation de FICK n'est donc pas à priori analytique. Elle peut l'être au prix de complications égales à celles des résolutions mathématiques.

La calculation graphique envisage soit l'extraction solide-liquide par diffusion continue, soit celle à étages. Dans ce dernier cas on admet généralement que, dans chaque étage, l'équilibre entre les concentrations des phases solides et liquides se réalisent. On parle alors d'étage idéal .

Il est donc nécessaire de réaliser la résolution graphique de l'équation de FICK non seulement en considérant un système réel, mais en utilisant des valeurs réelles. Deux modes de diffusion qui se présentent :

- La diffusion dans le solide.
- La diffusion dans la phase liquide.

Et se laissant représenter par la théorie du film à double couche.

Il existe, en effet à la limite de deux faces une couche immobile ou tout au plus en écoulement laminaire parallèle à la surface de séparation des phases. Cette couche nommée couche limite, est séparée en deux parties d'épaisseurs variable par une interface (figure N°b). A l'intérieur d'une couche limite le gradient des concentrations du soluté "A" dans le solide "S" est donné par l'expression.

$$\frac{C_{AS} - C_{ASi}}{d_s} \dots\dots\dots (3)$$

Et celui dans la phase liquide "L" par l'expression

$$\frac{C_{ALi} - C_{AL}}{d_L} \dots\dots\dots (4)$$

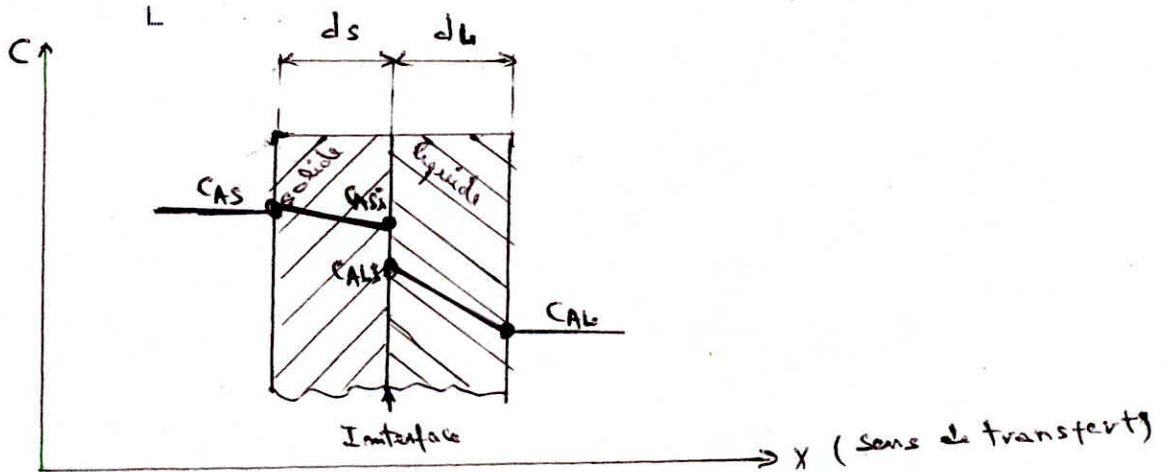


fig N°b :Modèle des transferts par la théorie du film.

d_L : Epaisseur de la couche limite de la phase liquide.

d_S : Epaisseur de la couche limite de la phase solide.

C_{AS} : Concentration du soluté dans le solide.

C_{ASi} : Concentration du soluté dans la phase solide à l'interface.

C_{AL} : Concentration du soluté dans la phase liquide.

C_{ALi} : Concentration du soluté dans la phase liquide à l'interface.

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

$$\left(\frac{dC}{dt}\right)_S = D^*A^* \frac{(C_{AS} - C_{ASi})}{d_S} \dots\dots\dots(5)$$

Pour la diffusion dans le liquide

$$\left(\frac{dC}{dt}\right)_L = D^*A^* \frac{(C_{ALi} - C_{AL})}{d_L} \dots\dots\dots(6)$$

Le gradient des concentrations ainsi déterminé et la différence des concentrations entre les deux solutions se trouvant de part et d'autre d'une certaine portion de phase

solide ou liquide de surface "A" et d'épaisseur "d", que l'on peut assimiler à un diaphragme, en régime stationnaire, il ne s'accumule pas de substances à l'interface.

Donc :

$$\left(\frac{dC}{dt}\right)_S = \left(\frac{dC}{dt}\right)_L = \frac{dC}{dt} \dots\dots\dots(7)$$

Le transfert unidimensionnel prend la forme de l'équation suivante:

$$\frac{dC}{dt} = D * A * \left(\frac{C}{X}\right) \dots\dots\dots(8)$$

Donc on peut écrire :

$$\frac{dC}{dt} = D * A * \left(\frac{C}{d}\right) \dots\dots\dots(9)$$

Et pour l'état stationnaire:

$$\frac{dC}{dt} = k * A * C \dots\dots\dots(10)$$

Soit $\left(k = \frac{D}{d}\right)$ est un coefficient de transfert

individuel à partir des équations (5) et (6) on déduit les courants de masse en phase solide et liquide par:

$$m = \frac{1}{A} * \left(\frac{dC}{dt}\right) = k * (C_S - C_{AS} - C_{ASi}) \dots\dots\dots(11)$$

$$m = \frac{1}{A} * \left(\frac{dC}{dt}\right) = k * (C_L - C_{ALi} - C_{AL}) \dots\dots\dots(12)$$

Puisqu'il n'existe pas de réactions chimiques, l'interface n'offre pas de résistances aux transferts et les concentrations C_{ASi} et C_{ALi} sont en équilibre.

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

$$\frac{C_{ASi}}{C_{ALi}} = m \dots\dots(13)$$

Cela signifie qu'une concentration en phase solide C_{AS} correspond à une concentration d'équilibre en phase liquide C_{AL}^* .

$$C_{AS} = m * C_{AL}^* \dots\dots(14)$$

Et une concentration en phase liquide C_{AL} , on trouve une concentration d'équilibre en phase solide C_{AS}^* .

$$C_{AL} = \frac{1}{m} * C_{AS}^* \dots\dots(15)$$

Considérant les transferts sur la base des données de la phase liquide l'équation (11) s'écrit

$$m = k_s * m * (C_{AL}^* - C_{ALi}) \dots\dots(16)$$

Le même courant de masse apparaissant en phase liquide, l'addition des équations (11) et (16) exprime l'efficiencie du gradient total des concentrations.

$$\frac{\dot{m}}{k * m} = C_{AL}^* - C_{ALi} \dots\dots(17)$$

$$\frac{\dot{m}}{k_L} = C_{ALi} - C_{AL} \dots\dots(18)$$

$$m * \left(\frac{1}{k_L} + \frac{1}{k * m} \right) = C_{AL}^* - C_{AL} \dots\dots(19)$$

En posant:

$$\frac{1}{K_L} = \frac{1}{m * k} + \frac{1}{k_L} \dots\dots(20)$$

Avec "K_L": coefficient global de transfert de matière dans la phase liquide et l'équation (19) devient:

$$\dot{m} = K_L * (C_{AL}^* - C_{AL}) \dots\dots(21)$$

De même manière, considérant les transferts de matières sur la base des données de la phase solide, l'équation (12) s'écrit:

$$\dot{m} = k_L * \frac{1}{m} * (C_{ASi} - C_{AS}^*) \dots\dots(22)$$

Par addition à l'équation (11) on obtient à nouveau le transfert global:

$$m \cdot \left(\frac{m}{k_L} + \frac{1}{k_S} \right) = (C_{AS} - C_{AS}^*) \dots (23)$$

On pose :

$$\frac{1}{K_S} = \frac{m}{k_L} + \frac{1}{k_S} \dots (24)$$

Avec :

" K " : Coefficient de transfert de matière dans la phase solide.

$$m = K_S \cdot (C_{AS} - C_{AS}^*) \dots (25)$$

L'intérêt des coefficients de transfert globaux vient de ce qu'ils se rapportent à des concentrations mesurables (C_{AL}), tandis que les coefficients de film font intervenir les concentrations interfaciales, généralement impossibles à déterminer.

VIII-ORIGINES DE LA COLORATION DES CONCRETES

Les concrètes obtenue par épuisement des matières végétales naturelles au moyen d'un solvant volatil,hexane ou éther de pétrole .Isolées après évaporation totale d'un grand excès de solvant,se présentent sous forme d'un liquide foncé se odorante.

Constituées par un mélange complexe de tous les produits extractibles de la plante.Elles possèdent généralement une coloration intense dont sont responsables,d'une part,les colorants naturels,pigments flavoniques,xanthoniques,surtout pigments chlorophylliens et ,d'autre part,les produits condensés et les produits d'oxydation formés au cours de leur fabrication,en particulier durant l'évaporation du solvant. En effet les constituants des concrètes,produits odorants,cires végétales inodores,stéroles,hydrocarbures solides à poids moléculaire élevé,colorants divers,répartis dans les tissus cellulaires,s'y trouvent mélangés en proportions variables avec les diverses parties de la plante,certains d'entre eux,peu réactifs dans les conditions normales,peuvent réagir au contact les uns des autres dans le solvant chaud pour donner naissance à des produits condensés.D'autres possédant des fonctions acides,aldéhydes,phénols,amines,ou se décompose par chauffage prolongé au cours de l'évaporation,ou encore s'oxydent au contact de l'air contenu dans les appareils.

Dans tous les cas,des produits complexes colorés,artificiellement formés ,viennent renforcés les colorants naturels .[30]

VIII-1-TECHNIQUES DE SEPARATION DES PRODUITS ODORANTS ET DES

MATIERES COLOREES.[30]

Généralement basées sur les différences de volatilité et de solubilité des constituants d'un mélange .

Malheureusement,dans le cas des concrètes,les constituants odorants et les colorants naturels,ou formés par condensation,ne présentent pas de différence de solubilité suffisamment à l'alcool suivi de glaçage permet de separer les cires,mais les produits obtenus,les essences absolues,réstent fortement colorées.Le butane déjà plus sélectif,conduit à des concrètes intermediaires moins colorées à partir desquelles on peut isoler des absolues déjà très améliorées,mais ce n'est pas là ,semble-t'il,un procédé actuellement employé.

Les différences insuffisantes entre les propriétés des produits parfumés et des colorants,qui rendent difficile ou font échouer leur séparation par les extractions habituelles,s'opposent aussi aux techniques de séparation par adsorption des matières colorées sur un support solide.Les décolorations au charbon actif au noir animal ou aux terres décolorantes neutralisées sont relativement peu efficaces vu la grande quantité de corps colorés présents,et d'ailleurs

difficiles à employer l'impregnation du décolorant par un produit de valeur, même en solution diluée, posent de délicats problèmes de récupérations.

Les procédés qui ont été appliqués avec succès sont basés sur la volatilité relative des constituants odorants des concrètes, les colorants ne sont pas distillables, les produits colorés provenant de condensations complexes ont des points d'ébullition très élevés, il est donc possible de les séparer par distillation dans des conditions appropriées, les produits volatils constitueront le distillat, les autres demeurant dans le ballon et seront soutirés en fin d'opération. ces résidus, dont une partie indéniable dans le parfum des absolues particulièrement comme fixatifs, sont souvent retirés en proportion importante.

Les distillats sont donc assez différents des absolues bien qu'ils contiennent la presque totalité des constituants odorants.

Lorsqu'on veut préparer des concrètes décolorées aussi voisines que possible des produits naturels, il convient de combiner les deux techniques, distillation et décoloration sur adsorbant solide, en séparant en premier les constituants volatils puis en décolorants les résidus pour mélanger finalement le produit des deux opérations, en l'absence des produits les plus fragiles, la décoloration est plus aisée et plus efficace.

VIII-1-1-DISTILLATION DIRECTE SOUS VIDE.[30]

La distillation directe sous vide des constituants odorants, le procédé le plus simple, est applicable avec succès aux concrètes riches en huiles essentielles telles que, par exemple, les concrètes de lavande, de feuilles de violettes ou à d'autres produits de valeur, comme les absolues de vanille et les essences de fleurs d'oranger, elle donne d'excellents résultats dans la mesure où elle est réalisée avec les précautions voulues dans un bon appareil.

Les concrètes moins riches en constituants à poids moléculaire peu élevé ne résistent pas à un tel traitement même sous un vide de 0.1 mmHg, il est nécessaire de les chauffer au moins à 160°C pour distiller les produits à poids moléculaire élevé, à cette température toujours les décompositions, causes d'une désagréable odeur de pyrogénéation et d'une coloration plus ou moins intense du distillat.

APPAREILLAGE

La distillation vise la séparation simple des produits volatils et des indistillables, sans aucun fractionnement en cours d'épuration, il n'est donc pas nécessaire d'employer des colonnes efficaces, ou des séparateurs, mais seulement de prévoir un dispositif capable d'éviter tout entraînement vésiculaire des produits en ébullition par le courant de vapeurs. Des chercheurs ont expérimenté dans ce sens, avec succès, l'appareillage préconisé par l'A.S.T.M. pour la distillation sous pression réduite de liquides organiques (figure N°B).

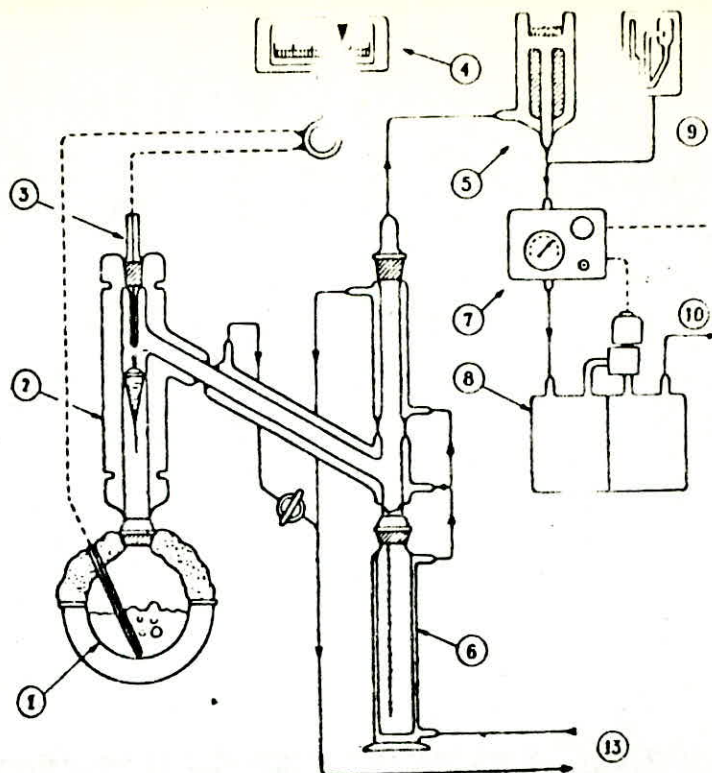


Figure B :Schema de l'appareil à distillation directe
 sous pression réduite type A.S.T.M.

- 1-Ballon chauffé électriquement.
- 2-Colonne isolée
- 3-Tube pyrométrique.
- 4-Pyromètre.
- 5-Piège à vapeurs.
- 6-Recepteur gradué à circulation.
- 7-Régulateur de vide.
- 8-Caissons
- 9-Jauge de MACIEOD type "Vacustat".
- 10-Vers la pompe à palettes.

VIII-1-2-DISTILLATION SOUS VIDE POUSSE.[30]

La distillation sous vide très élevé présente un grand intérêt dans l'extraction des composés volatils des concrètes mais beaucoup plus délicate que la distillation ordinaire, elle nécessite un appareillage spécial et ne peut être réalisée avec succès que dans certaines conditions.

Elle permet d'extraire une grande partie des composants à point d'ébullition élevé à des températures inférieures au point de décomposition .Un produit qui distille vers 130°C, sous 0.1 mmHg et vers 100°C sous 0.01 mmHg.

Toutefois, un tel abaissement de température n'est pas applicable aux constituants à poids moléculaire moins élevé qui distilleraient au-dessous des limites d'efficacité des réfrigérants nécessiteraient des pièges appropriés, il faut donc opérer en plusieurs stades, d'abord chauffer la concrète sous un vide produit par une pompe ordinaire pour provoquer un dégazage et chasser toute traces de solvant, puis distiller les composants les plus volatils sous un vide de 2 à 5mmHg sans chauffer la concrète au-dessus de 130°C et, finalement, distiller sous vide poussé .Ces trois opérations sont réalisées dans le même appareil sans "casser" le vide, grâce à un dispositif de remise en circuit comportant une pompe à piston électromagnétique entièrement en verre. Le générateur de vide à vapeur de mercure est simplement mise en route à la fin du deuxième stade.

La distillation sous vide poussé est différente des procédés ordinaires réalisés sous faibles pressions (1 à 5mmHg) il n'y a plus à proprement parler d'ébullition, les légers soubressauts, causés par la formation de la vapeur au voisinage des parties chaudes du ballon qui assure au mélange une homogénéité correcte au cours de la distillation, ne se produisent plus seuls, les couches superficielles de la surface du liquide perdent leur constituants volatils qui "éclatent" instantanément. Il faut surchauffer pour les renouveler.

Les appareils classiques deviennent inutilisables et, si l'on veut conserver les avantages du vide poussé, il faut employer des appareils spéciaux à agitation continue capables d'assurer jusqu'à épuisement de l'alimentation en produits volatils des couches de surface. Dans ces conditions une distillation fractionnée analytique ne peut être envisagée mais seulement la séparation à température donnée des produits distillables de ceux qui ne le sont pas. Le seul fractionnement, assez grossier d'ailleurs, peut-être réalisé par plusieurs distillations à des températures différentes.

Un appareil à distiller du type courant, sans colonnes, doté d'un dispositif d'agitation spécial est chauffé progressivement donne de bons résultats quand le produit résiste bien à un chauffage prolongé, condition rarement atteinte dans le domaine des produits naturels.

Aussi, le fractionnement dans la plupart des appareils est-il basé sur un échauffement très rapide dans le vide, des produits coulant en film mince sur une surface métallique portée à température donnée.

Dans tous les cas, un chauffage à plus de 150°C même rapide peut produire une légère décomposition, condensation avec formation de produits volatils, décarboxylation, etc. Il en résulte un dégagement gazeux qui risque d'entraîner dans la pompe de petites quantités de produits intéressants. Il faut piéger avec soin.

VIII-1-3-DISTILLATION EN PRESENCE D'UN VEHICULE NEUTRE.[30]

La distillation directe, nous l'avons vu, est intéressante dans tous les cas où les concrètes à purifier contiennent une forte proportion de produits volatils.

Il n'est point nécessaire de les porter à température relativement élevée (180-220°C) pour obtenir la séparation. Enfin, dans un mélange constitué de composants volatils et de produits indistillables, le dépôt des premiers est d'autant plus facile que leur proportion est plus grande .

Dans la distillation des concrètes , riches en constituants peu volatils, le problème est le même, il est impossible de séparer complètement les fractions distillables sans chauffer le produit; en ébullition au-delà de son point de décomposition, même sous des faibles pressions de (0.5-1mmHg), mais si l'on y introduit préalablement un produit olfactivement neutre, dont le point d'ébullition dans les conditions de la distillation est inférieure à cette température de décomposition, on peut augmenter sensiblement le rendement de la séparation et, surtout, la qualité du distillat.

Le diluant stabilise la température du mélange dans le ballon au niveau de son point d'ébullition et ses vapeurs entraînent les constituants à point d'ébullition inférieure au voisinage du sien.

Son choix, déterminé par la température que l'on désire atteindre et ne pas dépasser dans le ballon, est fonction de la proportion de constituants de la concrète que l'on désire retrouver dans le distillat. Il pourra s'étendre des esters (adipate, sébaçates). Préparés en grande quantité dans l'industrie mais de qualité technique insuffisante.

Ces esters (tableau N°I) doivent être fractionnés avant emploi.

Les proportions concrète / véhicule à respecter au départ sont déterminées par des essais au laboratoire.

Tableau N°I : Point d'ébullition des esters phtaliques.									
Pression (mmHg)	0.1	0.5	1	2	5	Composition			
Diobutyl	111	135	148	160	170				
Dicyclohexyle	152	178	190	203	222				
Butyl-cyclohexyle	131	155	167	179	196				
Di-éthyl-2-hexyle	157	182	194	207	224				
Didécyle	158	-	-	-	-				

VIII-1-4-ENTRAINEMENT PAR LA VAPEUR D'EAU

L'entraînement par la vapeur d'eau présente un gros avantage de donner un distillat en deux phases dont le corps entraîneur est facilement séparable mais son point d'ébullition n'est pas assez élevé pour assurer un entraînement rapide des produits volatiles.

L'eau donne bien des azéotropes avec les constituants des huiles essentielles mais leur teneur en matière odorante est très faible et il en faut de grandes quantités pour épuiser une concrète. D'autre part, les produits à poids moléculaire élevé, en C₁₃-C₁₆ et plus, ne sont pratiquement pas entraînés, ou étant trop longuement soumis à l'action de la vapeur vive, subissent une décomposition. [30]

Cet entraînement est cependant conseillé pour déterminer la teneur des concrètes en composants volatils. Il est pratique aussi avec de la vapeur surchauffée pour augmenter le rendement en produits entraînés. Dans ce but un ensemble de quatre pièces en pyrex dérive d'un appareil employé pour l'analyse des acides gras.

-Un ballon à distiller contenant la concrète à une température de 105 °C, ou supérieure, réglée automatiquement par un thermomètre à contact.

-Une colonne droite calorifugée par une gaine d'Aluminium.

-Un puissant réfrigérant adopté à un récepteur simple à robinet.

-Un surchauffeur de vapeur formé d'un serpentin en verre pyrex immergé dans un bain chauffé et contrôlé par des thermocouples (figure N°A)

Cette méthode nous semble présenter qu'un intérêt analytique[30 [32]BESSIERE a proposé un montage expérimental plus simple pour des mesures rapides,il a été testé par [2],[6]et[31].

VIII-1-5-ENTRAINEMENT AUX GLYCOLS.

Puisque les polyols les plus simples, glycols et glycérols sont couramment employés comme agents entraîneurs pour préparer à partir des concrètes des concentrés peu colorés. Le glycol qui donne des azéotropes avec la plus part des constituants odorants est un produit de choix pour l'entraînement des fractions les plus volatiles sous des pressions de 20 à 40 mm Hg. Mais son point d'ébullition peu élevé, dans ces conditions, ne lui permet pas de former des mélanges azéotropiques à forte teneur en produit odorant, à poids moléculaire élevé. Le tableau N°II indique le point d'ébullition sous la pression normale des azéotropes en contenants formés avec différents constituants des huiles essentielles et avec l'oxyde de phényle.[30]

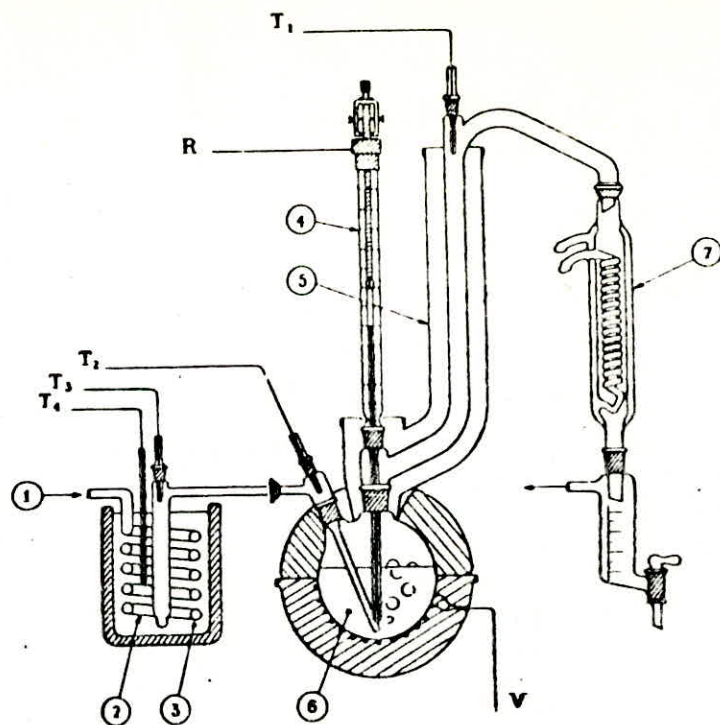


Figure A: Schema de l'appareil à entraînement par la

vapeur d'eau

- 1-Arrivée de vapeur.
- 2-Serpentin surchauffeur.
- 3-Bain de sel fondu.
- 4-Thermomètre à contact.
- 5-Gaine isolante métallique.
- 6-Concrète fondue.
- 7-Réfrigérant à double circulation.
- T1, T2, T3, T4, -Pyrocouples de contrôle.
- V: Arrivée en courant réglé automatiquement.
- R: Branchement sur le régulateur de chauffe.

Tableau N°II: Composition de quelques azéotropes donnés par le glycol. (PE : 197.4 °C)				
Corps entraînés		Azéotropes		
P	PE 760mm Hg	PE 760mm Hg	P %	
Cinéole	176.4	164.7	85.0	
Alcool n-octylique	195.15	184.3	63.5	
Linalol	198.7	182.2	60.0	
Citronellal	207.8	188.5	47.0	
Bornéol	213.2	189.2	45.8	
Acétate de benzyle	214.9	186.5	55.0	
Menthol	216.4	188.5	48.5	
Terpinéol	217.8	189.5	44.0	
Citronéllol	224.0	193.0	37.0	
Acétate de bornyle	227.6	190.0	47.0	
Géraniol	229.7	194.6	32.5	
Alcool phénylpropylique	235.6	195.5	25.0	
Eugénol	255.0	196.8	13.0	
Oxyde de phényle	259.3	193.0	47.0	

Ces corps dont le poids moléculaire peu élevé se situe entre 130 et 170 °C, sont entraînés avec des rendements élevés.

Les constituants plus lourds font appel à des corps entraîneurs plus efficaces. La glycérine, dont le point d'ébullition sous les pressions citées est supérieur de 80 °C à celui du glycol, est alors préférable.

Le tableau N° III permet de comparer la composition de divers azéotropes qu'elle donne sous la pression normale avec celle des azéotropes correspondants donnés par l'eau et par le glycol. [30]

Tableau N° III: Composition d'azéotropes donnés par différents entraîneurs.										
Produits	Entraîneurs									
	Eau, PE: 100 °C			Glycol, PE: 197.4 °C			Glycérine, PE: 290 °C			
P	PE (°C)	E	P %	E	P %	E	P %	E	P %	
Acétate de bornyle	227.6	99.62	12.71	190.1	47	1226.1	90			
Oxyde de phényl	259.3	99.33	3.25	193.1	40	1246.1	78			
Acétate de benzylo	214.9	99.6	12.5	186.5	55	Pas	Pas			
Cinéole	176.35	99.55	43.0	164.5	85	Pas	Pas			
Linalol	199.00	99.7	-	182.2	60	Pas	Pas			
Eugéno	255.00	-	-	196.8	13	1251.1	86			
E=Température d'ébullition de l'azéotrope sous 760mmHg										
P%=Teneur en produits entraînés										

Dans une opération rationnelle, il convient cependant de ne pas employer l'un de ces deux entraîneurs seul mais de combiner leur action. [30]

I-INTRODUCTION

A partir de la fraction pétrolière "essence légère" (26-84°C) nous allons procéder à un fractionnement pour préparer des fractions ayant des intervalles de température plus réduits qui serviront comme solvant pour l'extraction des concrètes du bois de cèdre de l'Atlas.

Pour le choix des intervalles de température une distillation A.S.T.M s'impose pour connaître la variation de la température d'ébullition avec le pourcentage volumique de la fraction .

Le fractionnement se fera à l'aide d'une distillation T.B.P .

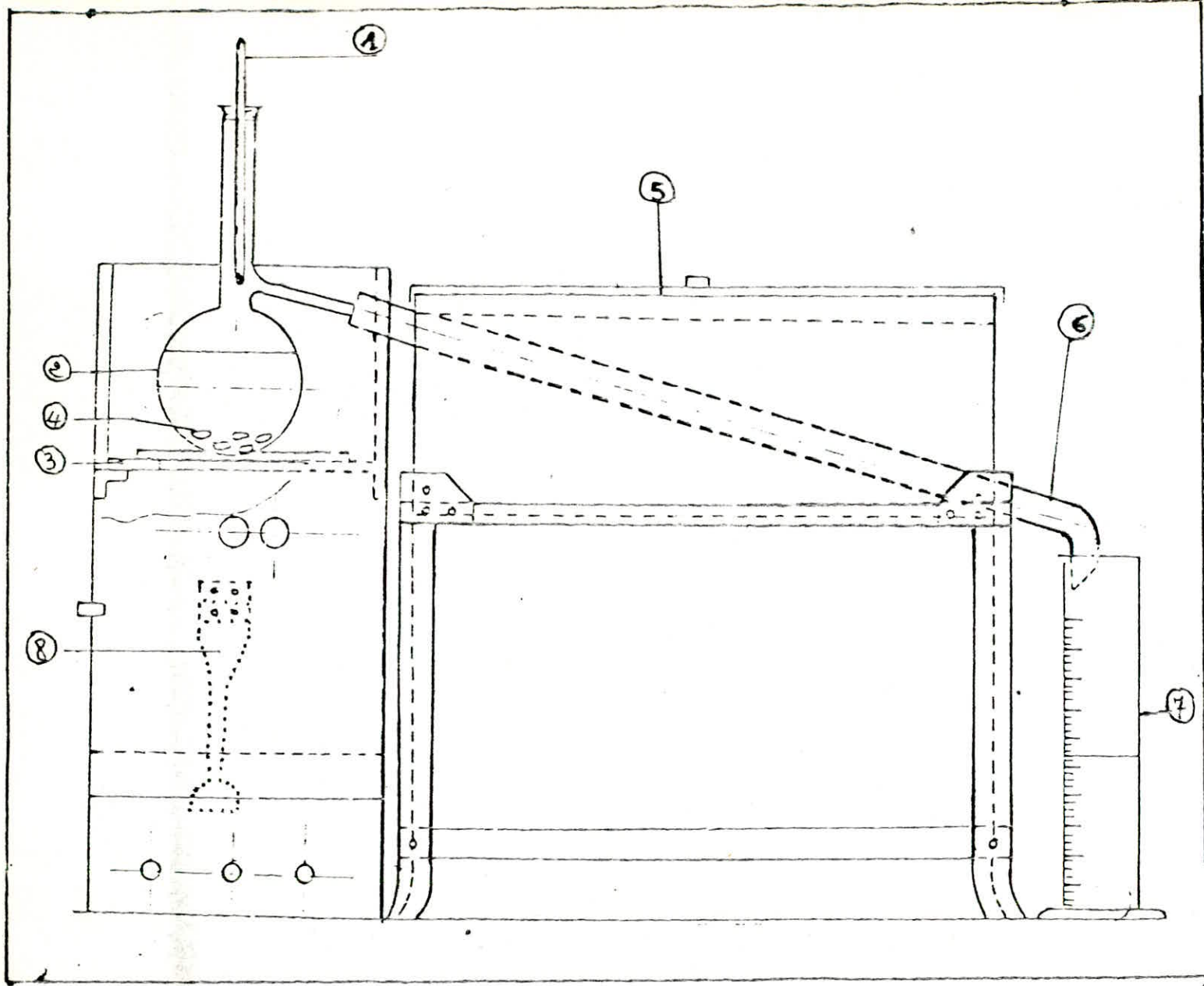
Le choix de la fraction à utiliser comme solvant se fera au vu des résultats qualitatifs et quantitatifs de l'extrait obtenu .

Enfin nous comparerons les différentes méthodes d'extraction à savoir la méthode statique et différentes méthodes utilisant la circulation continue du solvant.

II-FRACTIONNEMENT DE LA COUPE ESSENCE LEGERE,SR (26-84°C)

II-1-DISTILLATION A.S.T.M.[33]

Nous disposons d'une coupe d'essence légère issue de pétrole Algérien, pour cela nous allons faire une distillation A.S.T.M. l'appareillage (figure N°1) comporte un ballon de distillation pouvant contenir 100 ou 200 ml de produits que l'on chauffe et distille à une vitesse déterminée. Les vapeurs formées sont condensées dans un tube en cuivre baignant dans un mélange d'eau et de glace, puis recueillies dans une éprouvette graduée. L'opérateur note la température d'apparition de la première goutte de condensat ensuite la température est relevée régulièrement lorsque 5, 10, 30, 50, 70 et 95% du produit sont distillés et recueillis dans l'éprouvette. Enfin de distillation, il suffit de suivre la température qui passe par un maximum puis décroît par suite de l'altération thermique des dernières traces liquides dans le ballon, le maximum de température est le point final de distillation, correspondant à une recette de distillat représentant d% après refroidissement du ballon, on mesure la quantité de liquide résiduel, soit un résidu r% le bilan volumique de l'opération fait apparaître des pertes p% tel que: $d + r + p = 100$.



- ① - thermometre A.S.T.M.
- ② - ballon de 100 cm³
- ③ - plaque d'amiante
- ④ - pierre ponce
- ⑤ - Condenseur (eau + g)
- ⑥ - tube (aiton)
- ⑦ - éprouvette de rec.
- ⑧ - brûleur BUNSEN.

figure N° 1 : Appareil de distillation A.S.T.M.

Compte tenu de la précision du bilan, ces pertes correspondent sensiblement aux fractions très légères qui ont distillé au début du chauffage et ne se sont pas condensées dans le tube. L'importance des pertes est étroitement liée à la volatilité de l'échantillon.

Finalement ces résultats sont reportés sur un tableau puis sur un diagramme ayant comme coordonnées le pourcentage distillé et la température (figure N°2).

Les pertes sont placées au début, de sorte que toutes les abscisses de pourcentage distillé doivent être majorées de la valeur p des pertes. On retrouve ainsi après le point final, la valeur du résidu r. Tous les points obtenus sont ensuite réunis par une courbe que l'on appelle courbe de distillation A.S.T.M. du produit.

Les résultats de la distillation A.S.T.M. sont regroupés dans le tableau N°1.

Tableau N°1: Résultats de la distillation A.S.T.M.											
% Volumique	PI	5	10	30	50	70	90	95	PF		
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Température (°C)	26	30	32	38	45	52	68	77	84		

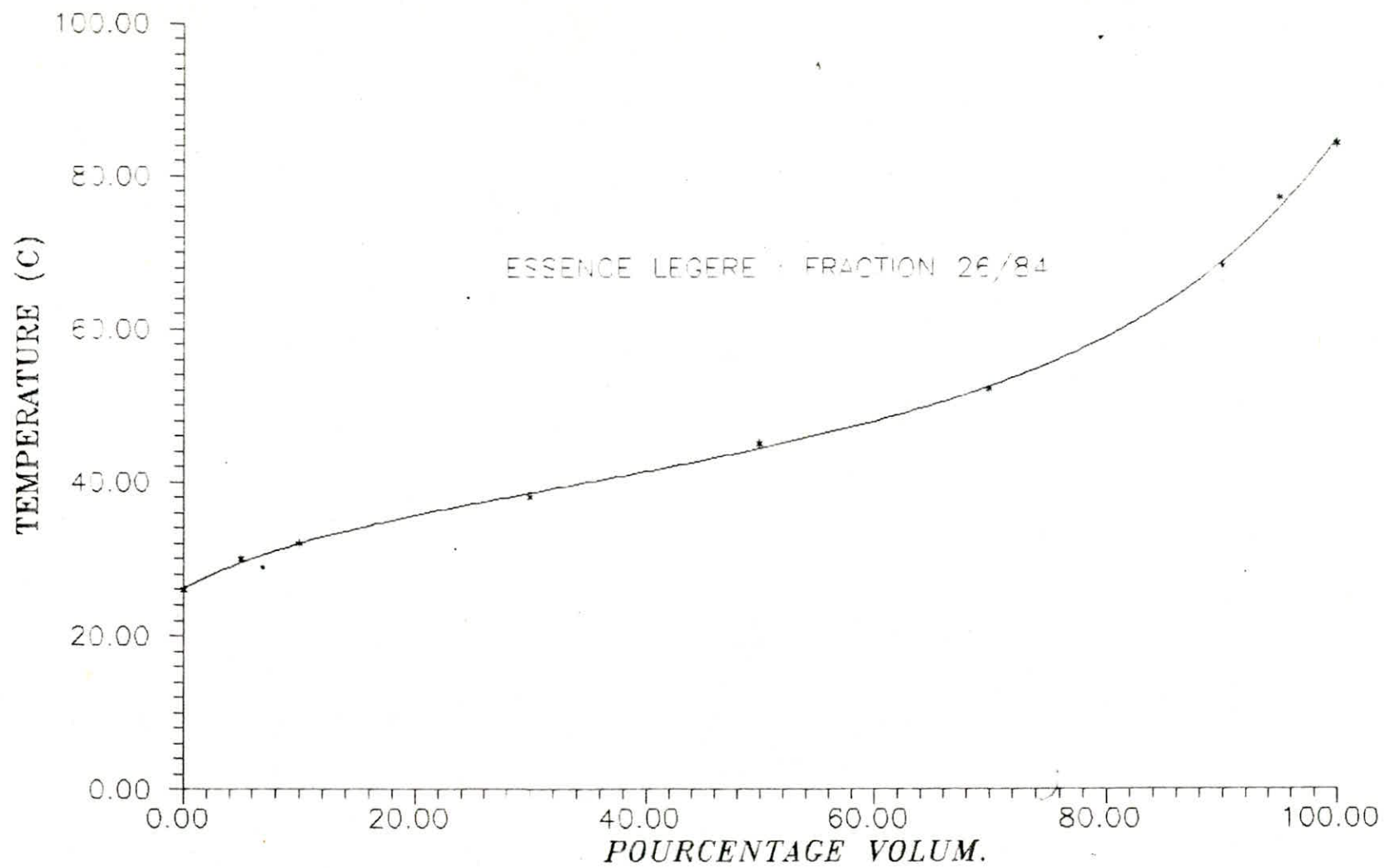


Fig. 2 : Courbe de distillation A.S.T.M.

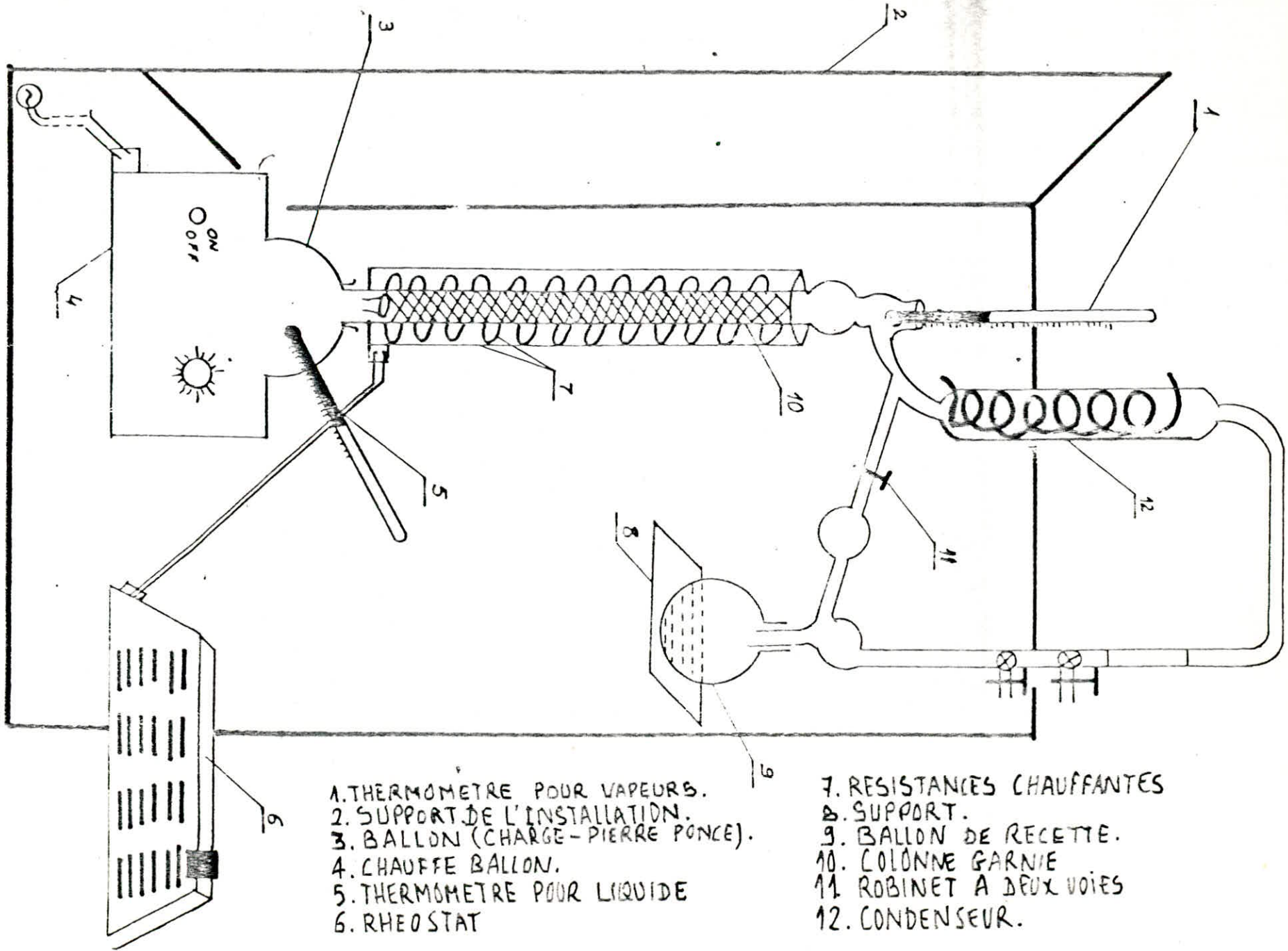
II-2-DISTILLATION T.B.P.[33]

Le principe de ce fractionnement consiste en une distillation des différentes fractions par ordre de volatilité

Cette rectification dite TRUE BOILING POINT (T.B.P.) présente une haute sélectivité en produits désirés (figure N°3) A cet effet nous fractionnons une coupe d'essence légère SR(26-84°C) de température initiale 26°C et finale 84°C en une combinaison de 15 fractions.

Les résultats de la distillation T.B.P. sont regroupés dans le tableau N° 2. Il comporte entre autres les pourcentages et les propriétés physiques de chaque fraction.

Fig. n° 3: Appareil de distillation T. B.P.



1. THERMOMETRE POUR VAPEURS.
 2. SUPPORT DE L'INSTALLATION.
 3. BALLON (CHARGE - PIERRE Ponce).
 4. CHAUFFE BALLON.
 5. THERMOMETRE POUR LIQUIDE
 6. RHEOSTAT

7. RESISTANCES CHAUFFANTES
 8. SUPPORT.
 9. BALLON DE RECETTE.
 10. COLONNE GARNIE
 11. ROBINET A DEUX VOIES
 12. CONDENSEUR.

Tableau N°2: Resultats de la distillation T.B.P. à pression atmosphérique.						
N°	Fractions	Densité d 20	Indice de refraction	(%) Volumique		
1	26-40	0.6042	1.3613	37.50		
2	26-45	0.6144	1.3642	52.00		
3	26-50	0.6193	1.3691	65.00		
4	26-55	0.6203	1.3693	75.00		
5	45-55	0.6485	1.3720	23.00		
6	26-60	0.6304	1.3723	83.00		
7	40-60	0.6481	1.3723	45.50		
8	40-70	0.6512	1.3741	54.50		
9	45-70	0.6537	1.3741	40.00		
10	50-70	0.6629	1.3784	27.00		
11	26-84	0.6461	1.3742	100.00		
12	40-84	0.6614	1.3791	62.50		
13	55-84	0.6771	1.3863	25.00		
14	60-84	0.6814	1.3868	17.00		
15	70-84	0.6905	1.3922	08.00		

III-EXTRACTION DANS UN SOXHLET.

III-1-DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE ET MODE OPERATOIRE.

III-1-1-EXTRACTEURS FERMES.

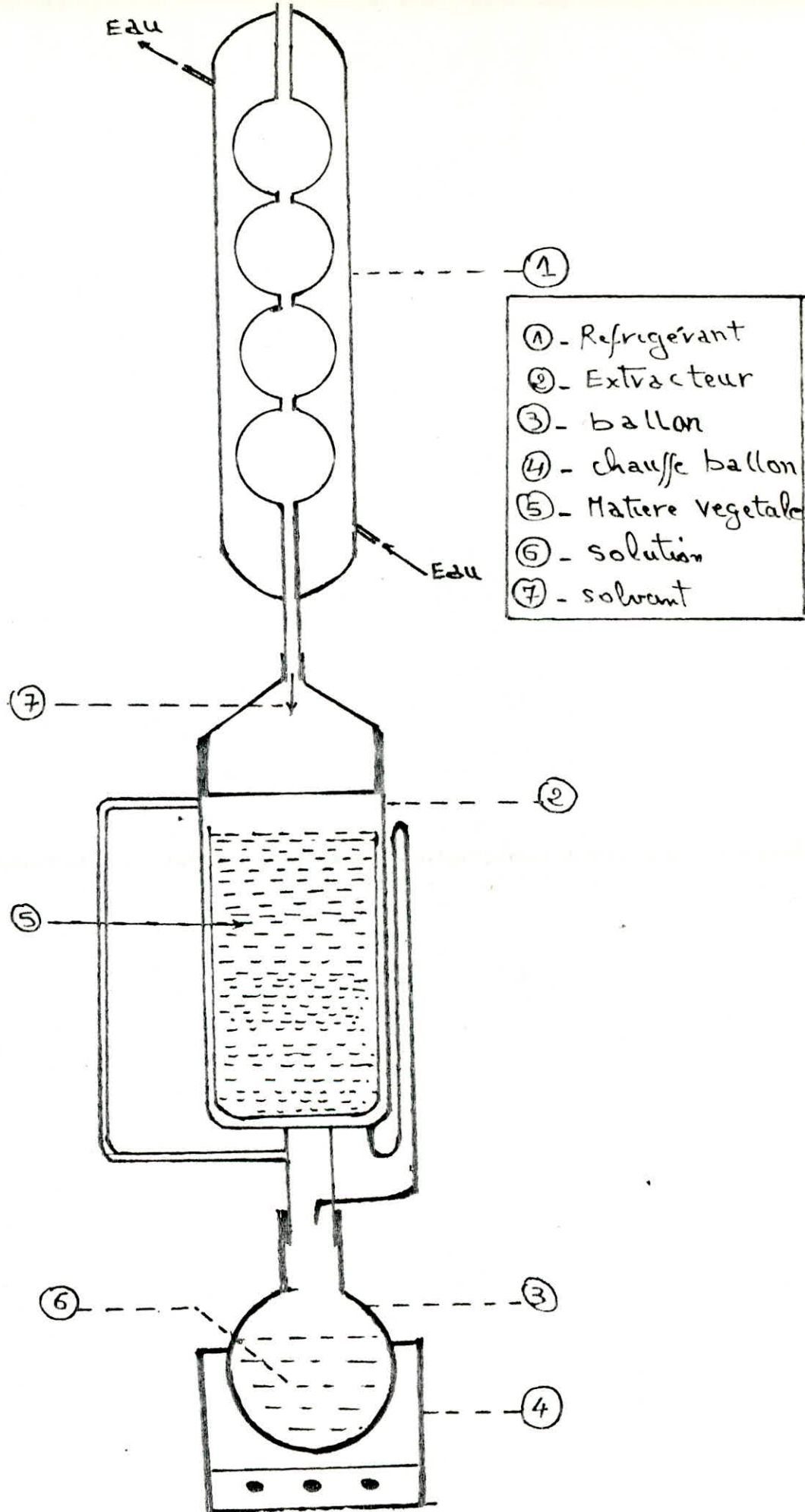
Les extracteurs fermés à lit fixe permettent le traitement de solides de toutes tailles, avec des solvants chauds en phase liquide ou partiellement vaporisés, sous pression ou non.[27]

Les appareils de laboratoires les plus simples sont de type soxhlet (figure N°4).

III-1-2-PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT D'UN SOXHLET.

Le corps de l'extracteur, contenant une cartouche remplie de solide, est fixée à la partie supérieure d'un réservoir de solvant et est surmonté d'un réfrigérant.

Le solvant vaporisé puis condensé, traverse le lit de solide par percolation pour donner une solution qui est soutirée périodiquement par l'amorçage d'un syphon, la solution du ballon s'enrichit petit à petit en soluté et le solide est toujours mis en contact avec du solvant fraîchement distillé.



- ① - Refrigrant
- ② - Extracteur
- ③ - ballon
- ④ - chauffe ballon
- ⑤ - Matière végétale
- ⑥ - solution
- ⑦ - solvant

Fig. SOXHLET

III-2-VARIATION DU RENDEMENT EN FONCTION DU TEMPS POUR ----- DIFFERENTES FRACTIONS. -----

Le but de cette étude est la détermination de l'influence des différentes fractions sur le rendement en concrète.

Pour cela, il faut fixer pour chaque extraction avec les différentes fractions les conditions de travail.

III-2-1-MASSE DE BOIS. -----

Il faut choisir une masse qui correspond à la cartouche du soxhlet utilisé. Dans notre cas, la cartouche est de 30g. pour un soxhlet de 500 ml.

III-2-2-TEMPERATURE. -----

Il faut se fixer une température d'ébullition du mélange, de telle façon à avoir un débit d'extraction constant pour toutes les fractions et par la suite le nombre de lavage sera également le même (3 lavages par heure.).

III-2-3-RECUPERATION DU SOLVANT. -----

Après chaque extraction il faut récupérer le solvant et déduire la masse de la concrète extraite pour avoir le rendement.

Comme appareillage de récupération, nous utilisons un montage de distillation atmosphérique (figure N°5) dont le principe de fonctionnement est le suivant:

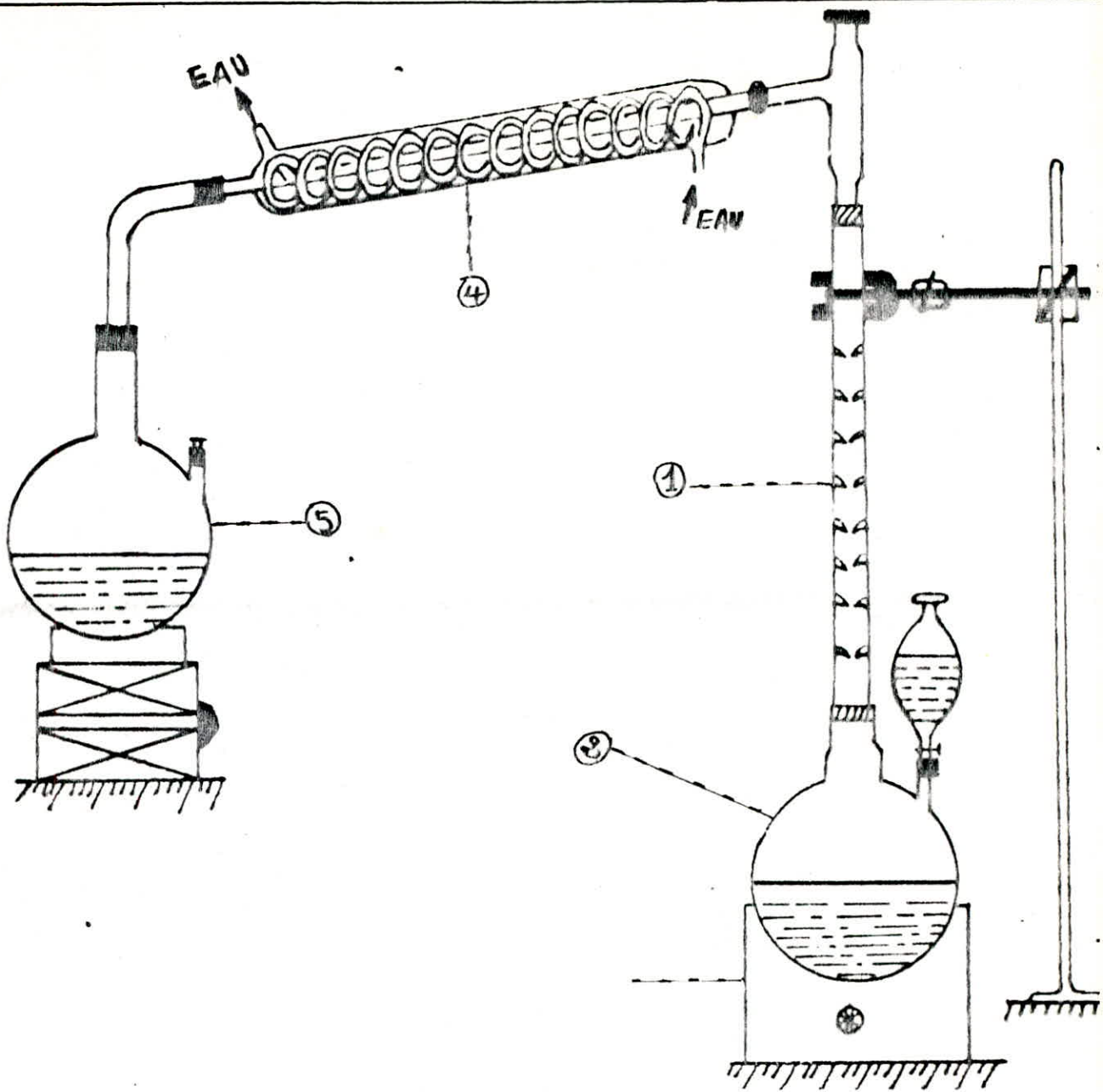


Figure N° 5 : Récupération du solvant

- ① - colonne de vigreux
- ② - ballon
- ③ - chauffe ballon
- ④ - refrigerant
- ⑤ - ballon de recuperation

Nous portons à ébullition le mélange essence-solvant, le dernier étant plus léger ses vapeurs montent le long de la colonne de VIGREUX, se condensent et sont récupérées dans le ballon de recette.

Etant donnée qu'un chauffage à une température élevée nuit à la qualité de l'essence, cette distillation atmosphérique est suivie d'une distillation sous vide dans un appareil de type "ROTA-VAPEUR" (figure N°6) auquel est adaptée une pompe à vide et par conséquent de réduire la température d'ébullition du solvant qui sera ainsi récupéré au maximum possible.

III-2-4-RESULTATS D'EXTRACTIONS.

Les extractions pour chaque fraction en fonction du temps (2 heures, 4 heures, 24 heures, 36 heures) ce qui correspond à des nombres de lavages de 6,12,72 et 108 donnent les rendements en concrète pour chaque fraction, qui sont portés dans le tableau N° 3 .

Avec :

$$R = \frac{m}{h} \cdot \frac{h}{bh}$$

R : Rendement par rapport au bois humide.

m :masse de concrète.
h

m :masse de bois humide.
bh

1. Refrigérant
2. Moteur
3. ballon de la charge
4. bain d'huile
5. ballon de recette
6. Vanne d'aspiration d'air

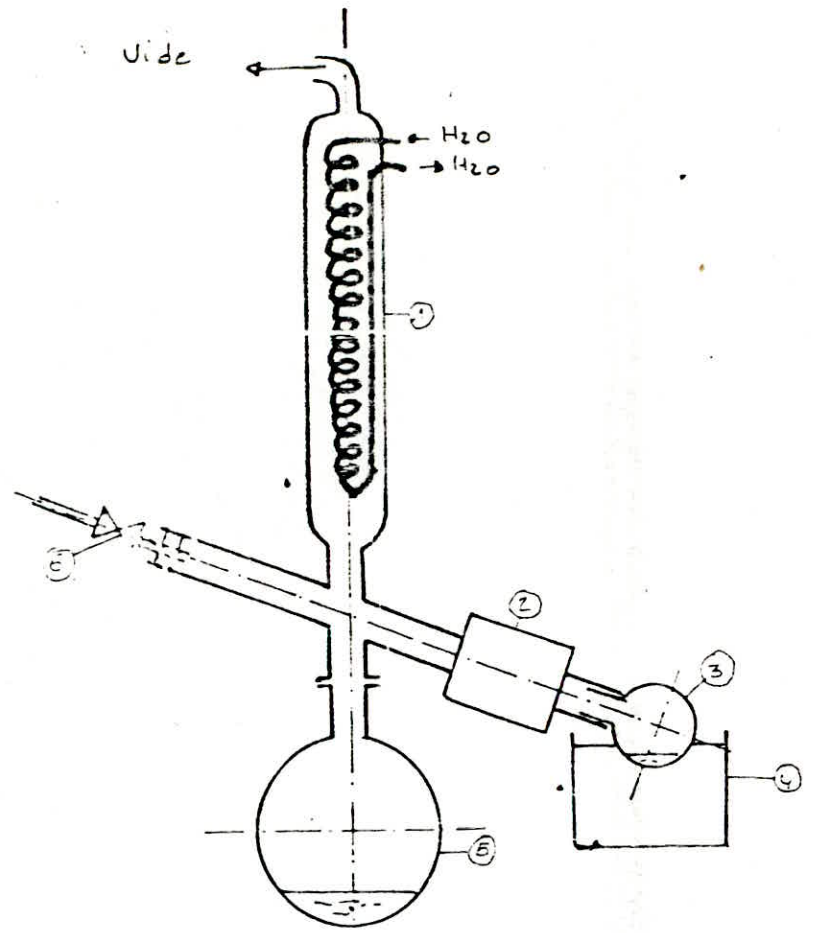


Fig. n°6: DISTILLATION SOUS VIDE.
Evaporateur rotatif

et:
$$R = \frac{m}{s} \cdot \frac{h}{m} \cdot \frac{s}{bs}$$
 R :Rendement par rapport au bois sec.

m : masse de bois sec.
bs

Tableau N°3:Rendement en concrète en fonction du temps pour les différentes fractions. R (%)									
		h							
		Temps 2 heures		4 heures		24heures		36heures	
N°	Fractions	N=6		N=12		N=72		N=108	
1	26-40	2.901		3.403		3.619		3.626	
2	26-45	2.653		3.433		3.650		3.656	
3	26-50	4.733		3.270		4.561		4.601	
4	26-55	3.250		3.491		3.501		3.512	
5	45-55	2.966		3.730		3.936		3.942	
6	26-60	2.983		4.290		4.901		4.904	
7	40-60	2.850		3.290		3.406		3.412	
8	40-70	2.700		3.905		4.401		4.412	
9	45-70	3.316		4.385		4.801		4.809	
10	50-70	3.283		3.881		3.956		3.961	
11	26-84	3.113		3.707		4.302		4.320	
12	40-84	2.883		4.490		4.908		4.910	
13	55-84	3.963		4.431		4.721		4.727	
14	60-84	4.281		5.603		5.731		5.740	
15	70-84	4.240		5.392		5.851		5.857	

On trace pour chaque fraction le rendement R en fonction du temps (figures N° 7 à 17) et pour faciliter l'interprétation et la comparaison on les rassemble dans un même graphe. (figure N°18)

III-2-5-INTERPRETATION DES GRAPHES.

A partir des graphes représentant le rendement en fonction du temps d'extraction pour différentes fractions, on voit que le rendement optimal est atteint au bout de 4 heures environs. Au delà de ce temps le palier est atteint rapidement.

Le choix de la fraction qui servira de "bon" solvant à la récupération de la concrète du bois de cèdre ne peut être uniquement fonction de la quantité de celle-ci mais également de sa qualité.

L'étude de la qualité d'une concrète sera réalisée en mesurant certaines propriétés physico-chimiques (densité, indice de réfraction, indice d'acide, détermination des teneurs en cire, en absolue et en éléments entraînés à la vapeur d'eau.) et l'analyse par chromatographie en phase gazeuse permettra une meilleure appréciation de la qualité de l'extrait obtenu.

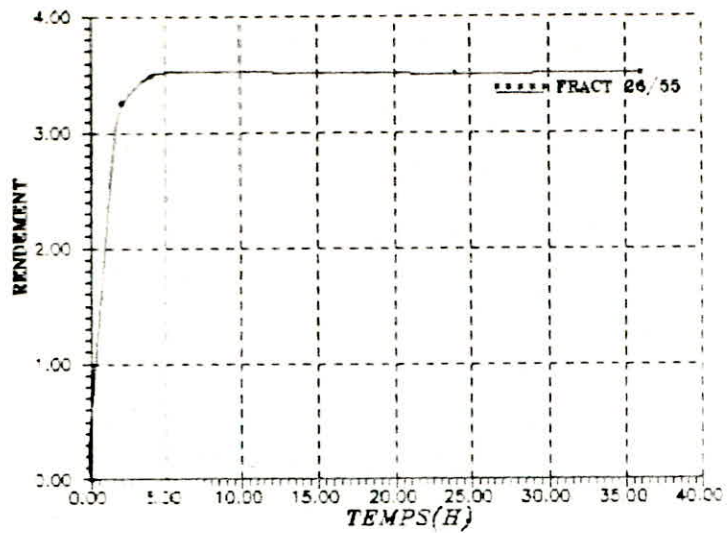


Fig 7

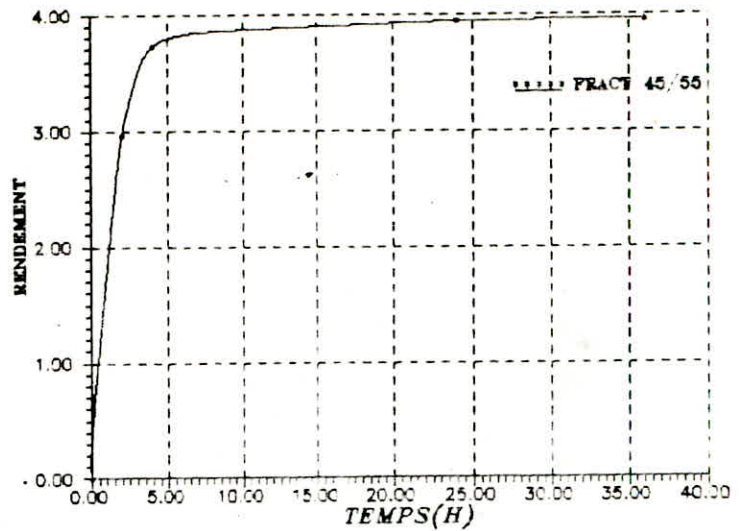


Fig 8

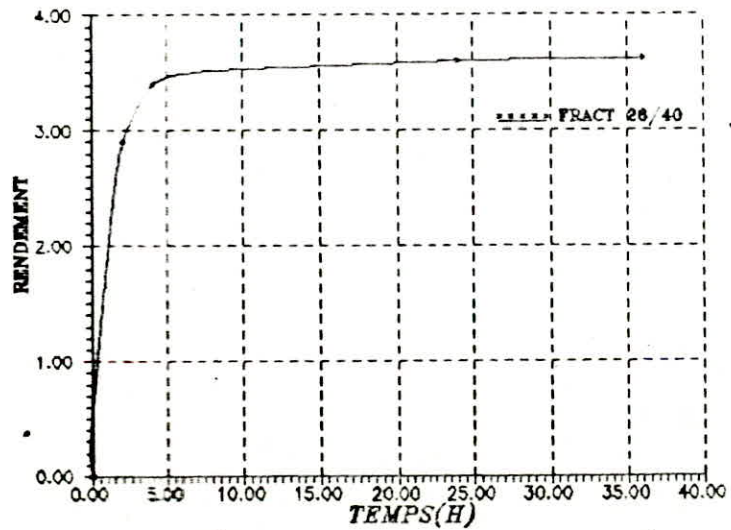


Fig 9

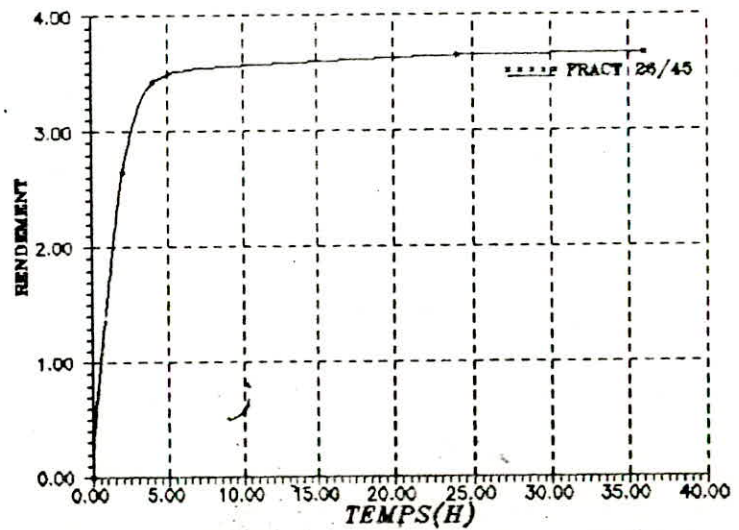


Fig. 10

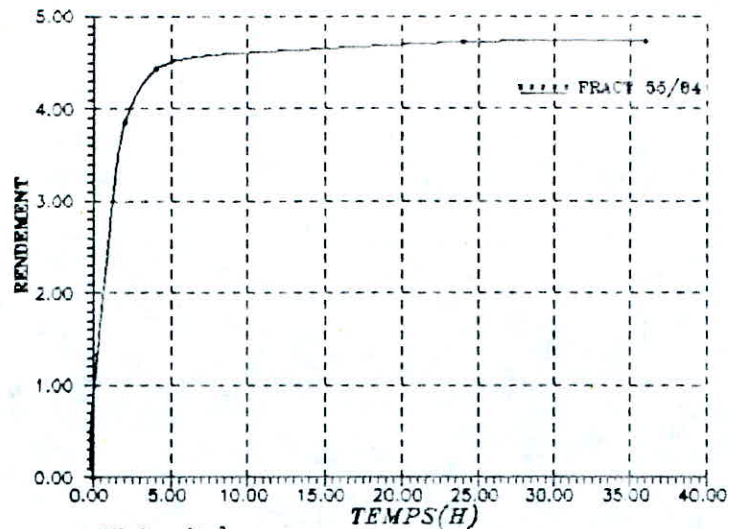


FIG 10a

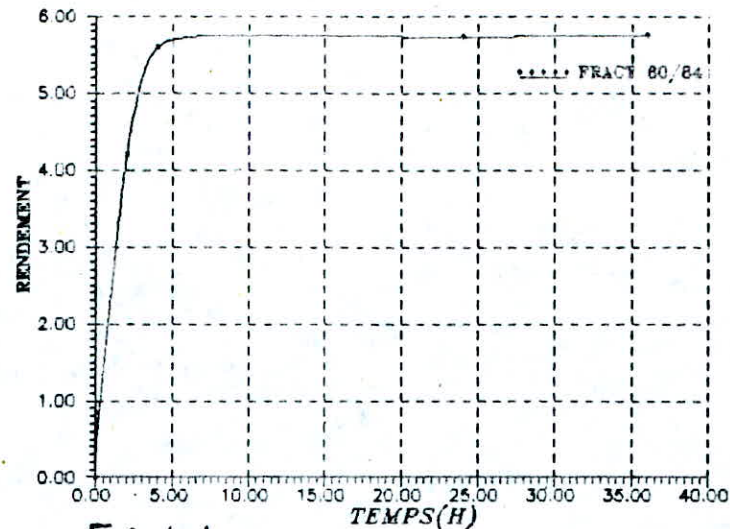


FIG 10b

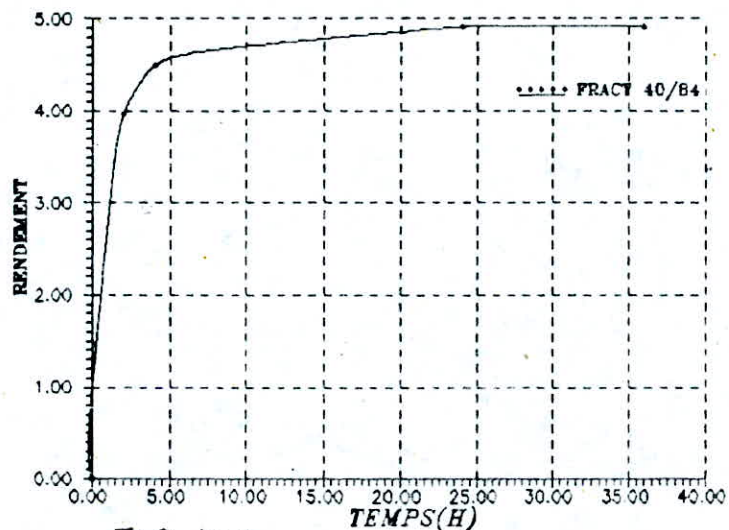


FIG 10c

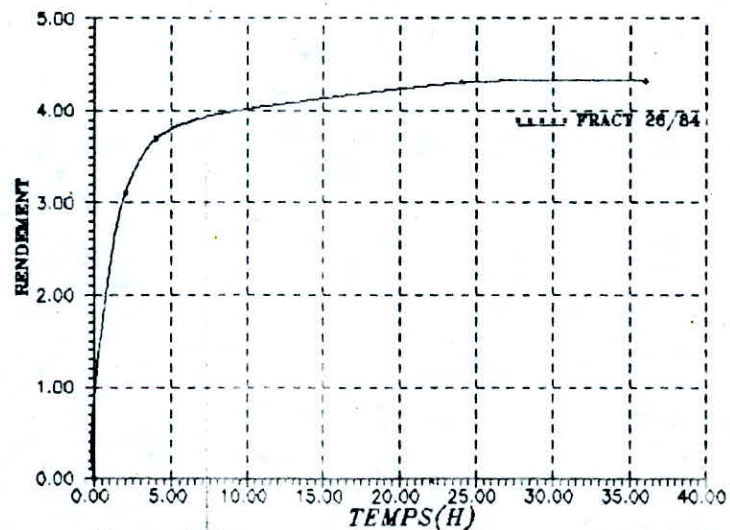


FIG 11c

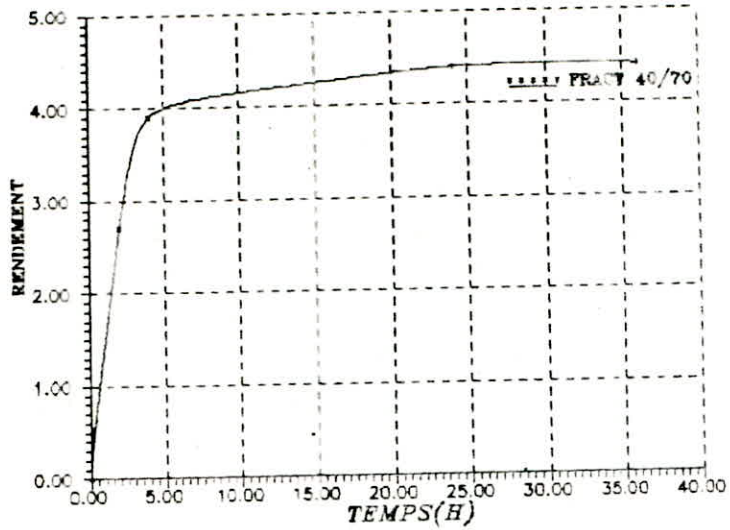


Fig 11

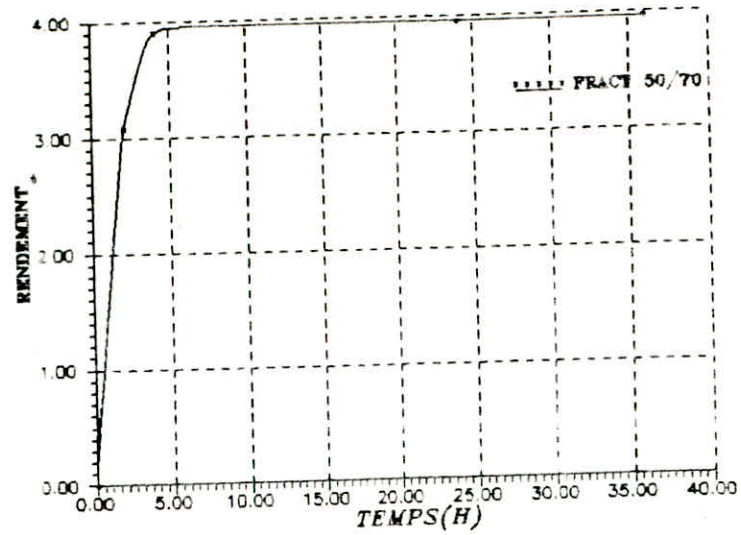


Fig 12

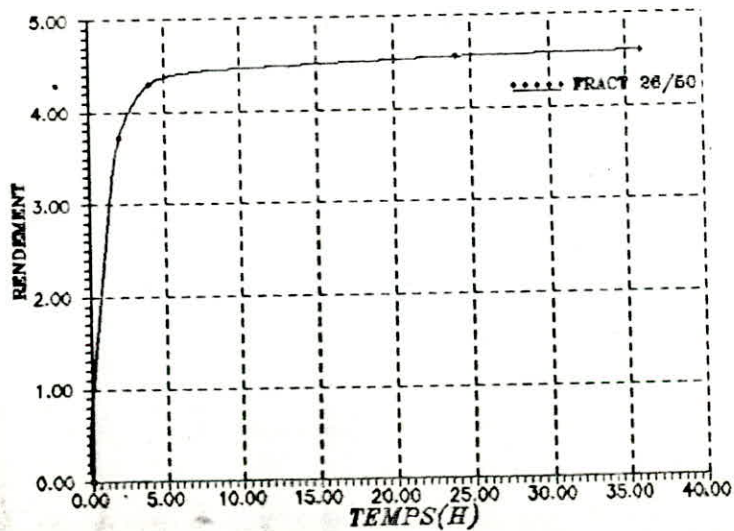


Fig 13

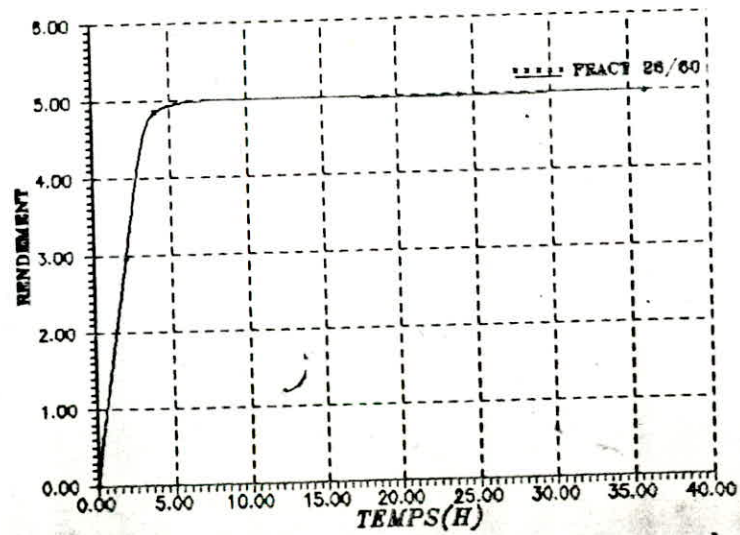


Fig 14

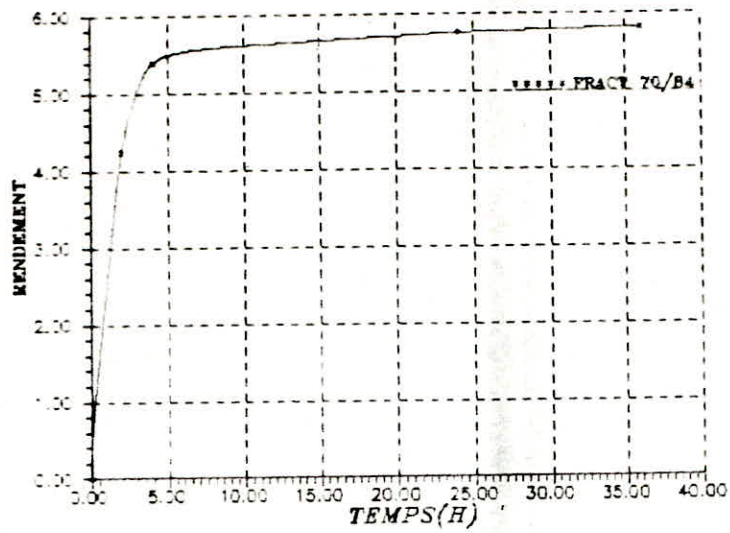


Fig 15

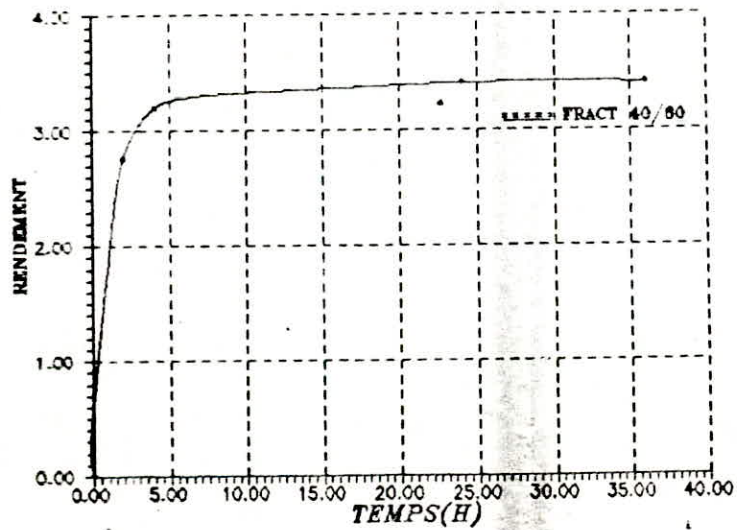


Fig 16

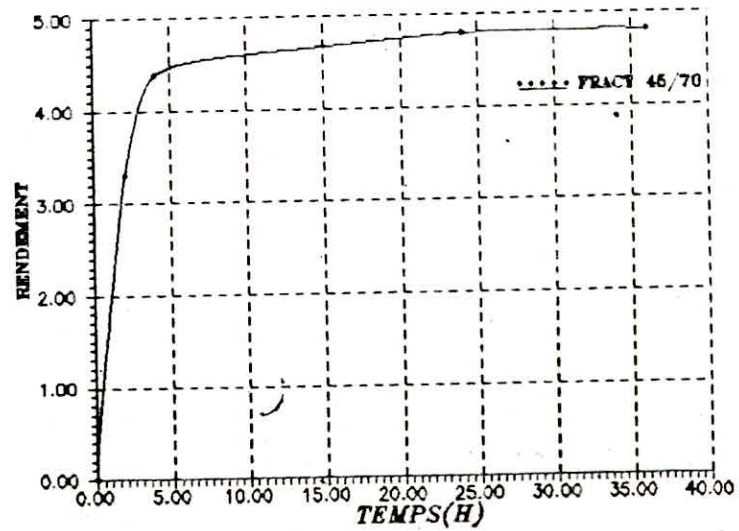


Fig 17

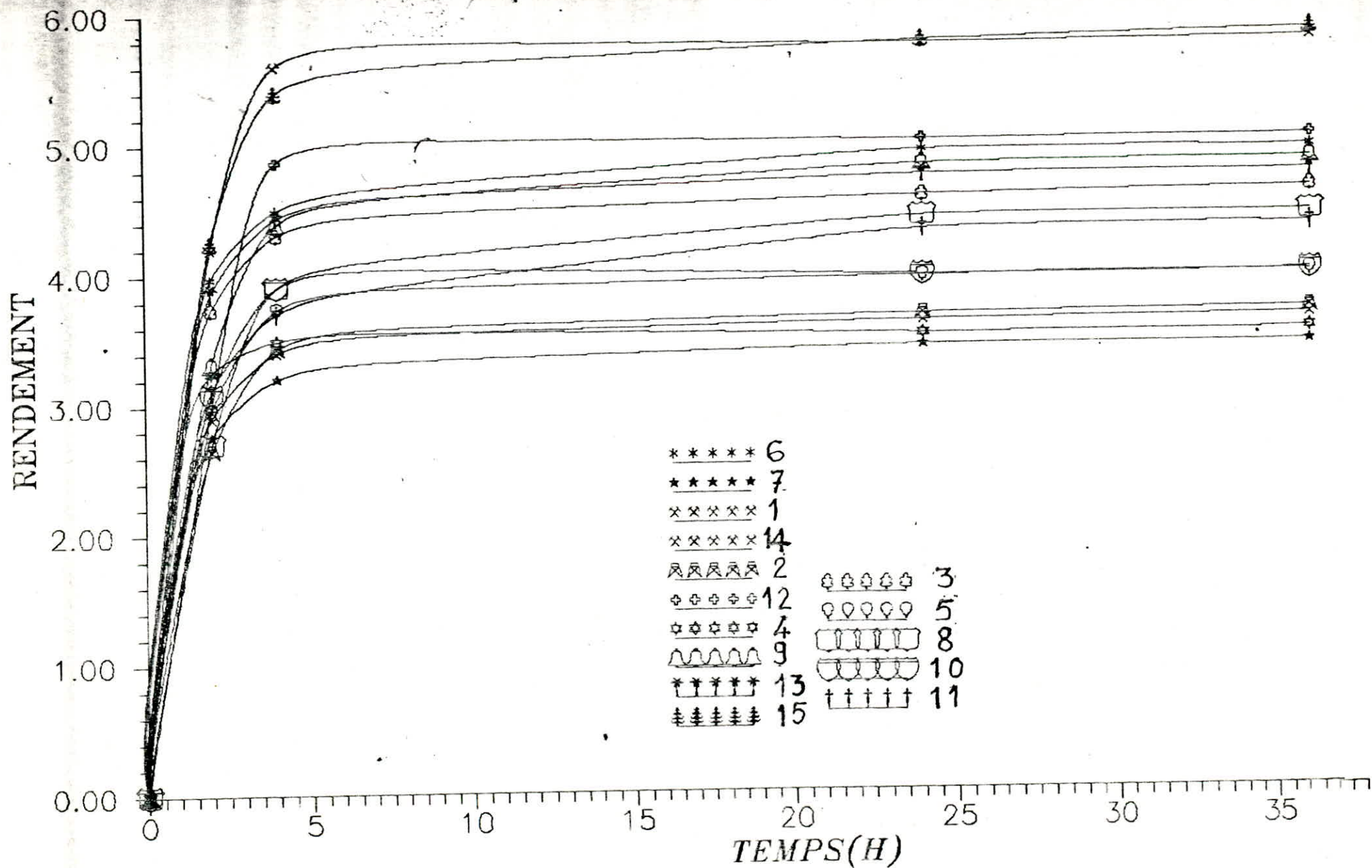


FIG. N° 18 REGROUPEMENT DES DIFFERENTES COURBES DU RENDEMENT

III-3-VARIATION DU RENDEMENT EN ABSOLUE POUR UN TEMPS ----- D'EXTRACTION DE 24 HEURES POUR DIFFERENTES FRACTIONS. -----

Les cires étant insolubles dans l'alcool à basse température, nous utiliserons cette propriété pour déterminer leur teneur dans les différentes concrètes obtenues pour un temps d'extraction qui correspond à un épuisement total de la matière végétale (24 heures).

Pour ce faire nous disposons d'une centrifugeuse fonctionnant à basse température. Cela permet la cristallisation et la séparation des cires par centrifugation.

Pour avoir une bonne séparation, on se fixe un rapport de 75% d'alcool et 25% de concrète en volume[34], une vitesse de centrifugation de 3 tours/seconde, avec un temps de séparation et une température de cristallisation qui seront optimisés.

III-3-1-OPTIMISATION DU TEMPS DE SEPARATION DE LA CIRE. -----

Pour bien suivre l'évolution de la masse de cire séparée par centrifugation à basse température (-15°C) en fonction du temps, il faut avoir une masse importante de concrète (de l'ordre de 10g.).

Pour cela plusieurs extractions avec la fraction 26-60°C ont été faites pour récupérer une masse de concrète de 11.98 g.

Puis on procède à la séparation de la cire pour des temps de 10, 15, 20, 40, 50, 60, 70 et 80 minutes, les résultats sont regroupés dans le tableau N°4.

Tableau N°4: Teneurs en cires en fonction du temps.										
Temps (mn.)	10	15	20	40	50	60	70 et plus			
Masse de cires (g.)	1.361	1.652	1.800	1.990	1.990	1.990	1.990	1.990	1.990	1.990

Pour avoir une idée sur la masse de cire en fonction du temps, on trace la courbe de la masse de cire en fonction du temps (figure N°19).

On remarque que la courbe tend bien vers un palier qui commence à un temps optimum de 40 minutes.

III-3-2-OPTIMISATION DE LA TEMPERATURE DE CRISTALLISATION

Toujours avec la même fraction 26-60°C, un temps de séparation de 40 minutes, on fait cette fois la séparation avec une masse de concrète de 10.06 grammes tout en variant la température de cristallisation de -5°C à -30°C, ce qui donne les valeurs portées dans le tableau N°5.

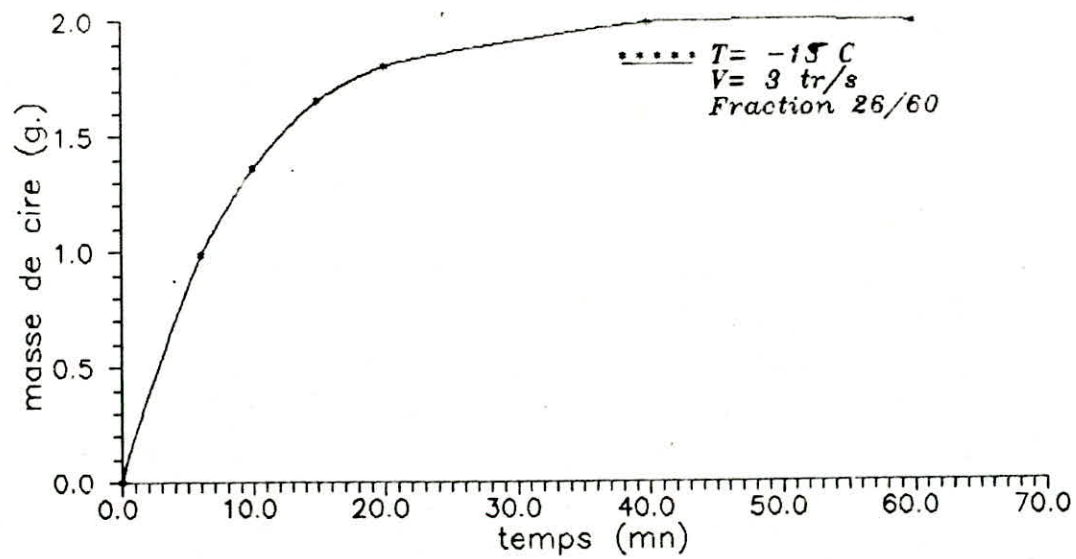


Fig.13 : Optimisation du temps de separation de la cire

Tableau N°5: Masse de cire en fonction de la température de cristallisation.										
Temperature (°C)	-5	-10	-15	-20	-25	-30				
Masse de cire (g)	1.630	1.655	1.664	1.665	1.665	1.665				

On trace la courbe, qui représente la masse de cire séparée en fonction des différentes températures de cristallisation d'où la figure N°20.

On remarque que la courbe tend bien vers un palier qui commence à une température de cristallisation de -13°C environ.

III-3-3-TENEUR EN CIRE, TENEUR EN ABSOLUE, PERTE,

 RENDEMENT EN CIRE ET RENDEMENT EN ABSOLUE.

Après séparation de la cire avec les conditions précédentes, on détermine les teneurs en cire et les teneurs en absolue puis on déduit: Les pertes, les rendements en cire et en absolue pour tous les extraits.

Les résultats sont regroupés dans les tableaux N° 6, 7, 8, ainsi que ceux du paragraphe suivant.

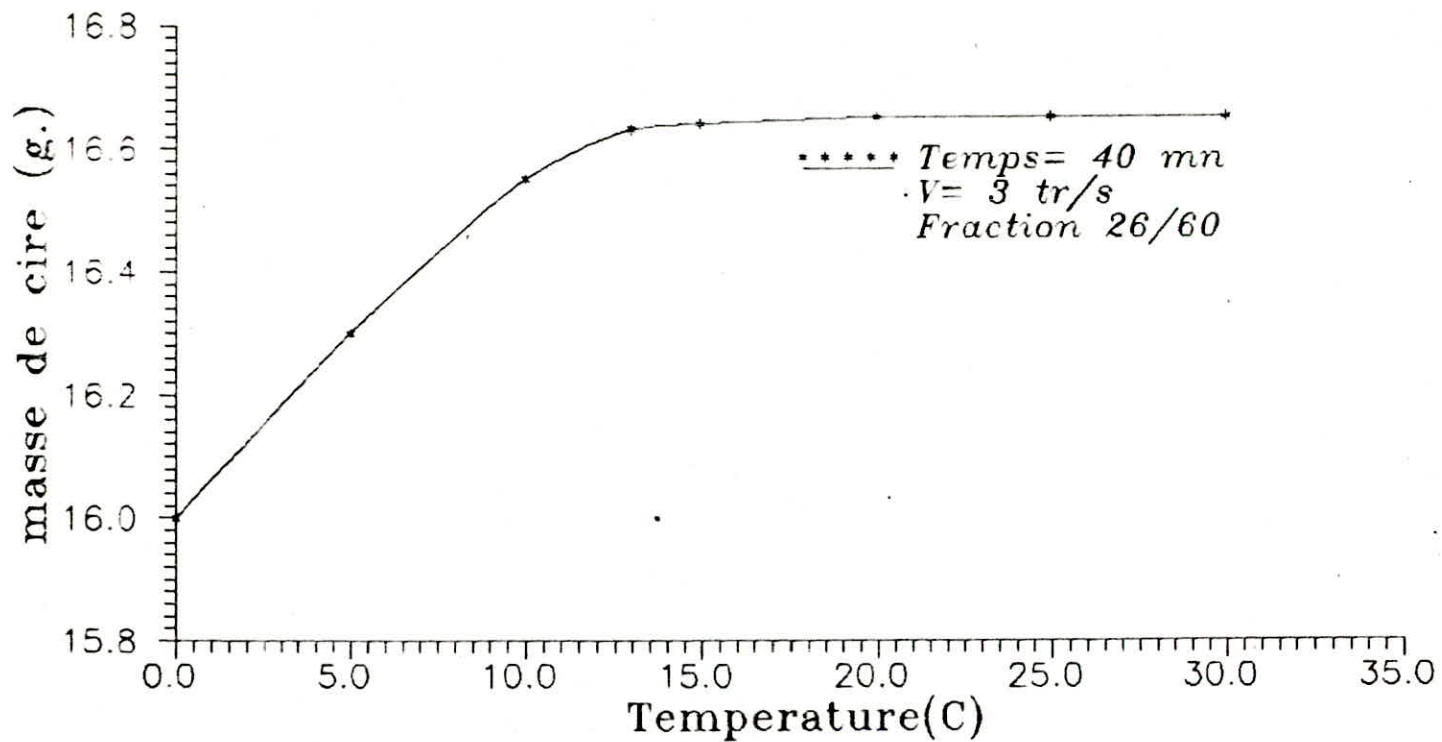


Fig.20: Optimisation de la temperature de separation

III-4-VARIATION DU RENDEMENT EN ENTRAINABLES A LA VAPEUR D'EAU

 POUR UN TEMPS DE 24 HEURES ET POUR DIFFERENTES ABSOLUES

 OBTENUES.

Pour ce faire, nous avons utilisé l'appareillage [32] de la figure N°C .En effet, une quantité d'absolue de 1 gramme est introduite dans le tube (1) du ballon rempli au tiers de son volume d'eau (2) permettant la production de vapeurs à l'aide du chauffe ballon (3), la vapeur pénètre par le tube de jonction (4), celle-ci entraînent les composés volatilisables vers le réfrigérant (5) où il seront condensées et récupérés dans un érlen Meyer (6).

L'entraînement continu jusqu'à ce que les gouttelettes condensées ne contiennent plus de volatils à leur surface (condensat devient limpide), le mélange entrainable-eau subira ainsi une extraction liquide-liquide au moyen de l'éther diéthylique.

Après décantation et élimination de ce dernier de la phase organique, l'extrait est pesé, ainsi, le rendement en composés entrainables à la vapeur d'eau est calculé à partir de la relation suivante:

$$R = \frac{h}{CE} = \frac{m}{C} \cdot \frac{CE}{h} \cdot R$$

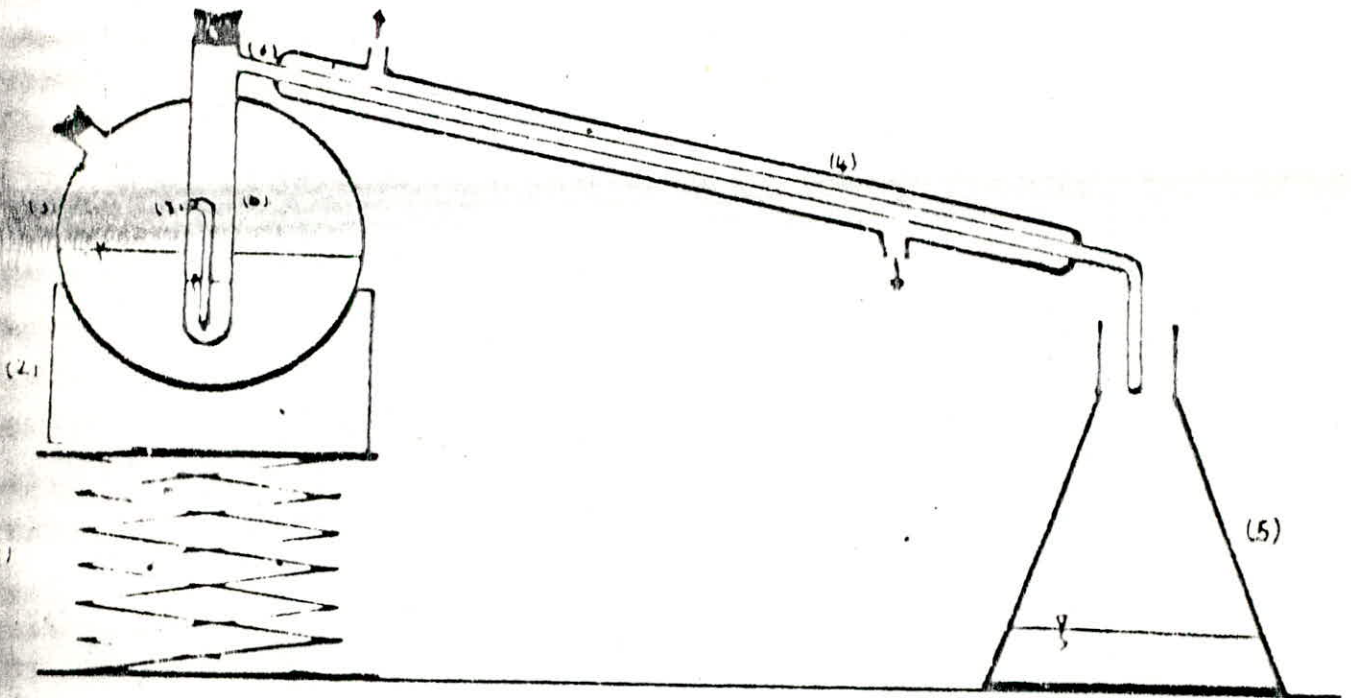


FIGURE C : APPAREILLAGE POUR LA DETERMINATION DU
TAUX DE COMPOSES ENTRAINABLES A LA VAPEUR D'EAU

- (1) Elevateur
- (2) Chauffe ballon
- (3) Ballon d'entrainement
- (4) Refrigérant
- (5) Erlen de recette
- (6) Tube contenant lechantillon
- (7) Tube de jonction
- (8) Entrée des vapeurs

Avec: h

R_{CE} : Rendement en composés entraînés, par rapport au bois humide. (%)

m_{CE} : Représente la masse de l'absolue (g).

R_h : Représente le rendement en absolue par rapport au bois humide (%).

m_C : Représente la masse de l'extrait (g).

On définit aussi:

$$R_{CE} = \frac{m_{CE}}{m_C} * R_S$$

avec: S

R_{CE} : Rendement en composés entraînés à vapeur d'eau par rapport au bois sec.

R_S : Rendement en absolue relatif au bois sec

Les résultats trouvés sont regroupés dans les tableaux

N° 6,7,8.

N°	Fractions	Teneur en cires (%)	Teneur absolue (%)	Pertes en extraits (%)	Teneur en entrainables absolue (%)
1	26-40	16.35	82.05	1.60	45.80
2	26-45	16.40	80.00	1.60	45.44
3	26-50	16.45	81.95	1.60	44.95
4	26-55	16.48	81.92	1.60	45.00
5	45-55	16.50	81.90	1.60	44.99
6	26-60	16.56	81.85	1.59	44.87
7	40-60	16.70	81.66	1.64	42.07
8	40-70	19.33	80.06	0.61	39.17
9	45-70	21.12	78.20	0.68	38.62
10	50-70	22.04	77.37	0.59	38.55
11	26-84	21.55	77.85	0.60	37.92
12	40-84	22.85	76.61	0.55	37.76
13	55-84	24.35	75.11	0.54	36.94
14	60-84	26.89	72.61	0.50	35.56
15	70-84	27.36	72.12	0.52	35.07

Tableau N°7: Rendement en cire, en absolue et entrainables pour les différents extraits								
N°	Fractions	Rendement en absolue	R (%) h	Rendement en cires	R (%) h	Rendement en entrainables	R (%) h	CE
1	26-40	2.969		0.592		1.36		
2	26-45	2.993		0.598		1.36		
3	26-50	3.737		0.702		1.68		
4	26-55	2.868		0.575		1.29		
5	45-55	3.223		0.650		1.45		
6	26-60	4.011		0.812		1.18		
7	40-60	2.781		0.568		1.17		
8	40-70	3.523		1.851		1.32		
9	45-70	3.754		1.014		1.45		
10	50-70	3.061		0.872		1.18		
11	26-84	3.349		0.927		1.27		
12	40-84	3.760		1.121		1.42		
13	55-84	3.546		1.149		1.31		
14	60-84	4.161		1.541		1.48		
15	70-84	4.248		1.601		1.49		

Tableau N°8: Rendement en cire, en absolue et entrainables								
pour les différents extraits par rapport au bois sec.								
N°	Fractions	Rendement en absolue	Rendement en CE	Rendement en cires				
1	26-40	3.272	1.498	0.652				
2	26-45	3.298	1.498	0.659				
3	26-50	4.118	1.851	0.773				
4	26-55	3.160	1.421	0.634				
5	45-55	3.551	1.597	0.716				
6	26-60	4.420	1.984	0.895				
7	40-60	3.064	1.289	0.626				
8	40-70	3.882	1.454	0.938				
9	45-70	4.137	1.598	1.117				
10	50-70	3.373	1.300	0.961				
11	26-84	3.690	1.542	1.021				
12	40-84	4.143	1.565	1.235				
13	55-84	3.907	1.443	1.226				
14	60-84	4.585	1.631	1.698				
15	70-84	4.681	1.642	1.764				

Remarque: Pour le tableau n°6 les pertes (1.6%)

correspondent à la quantité de concrète qui ne se trouve ni sous forme de cire ni sous forme d'absolue.

III-5-CONCLUSION

a-QUALITE DE L'ABSOLUE OBTENUE.

Les résultats montrent que l'augmentation du point d'ébullition final de la fraction d'essence légère implique une augmentation de la teneur en cire dans l'extrait (tableau N°9).

De même l'augmentation du point d'ébullition initial conduit à une augmentation de la teneur en cires. (tableau N°10)

De plus on peut dire, en général, que plus la température d'ébullition de l'ensemble de la fraction utilisée augmente, la teneur en cires augmente. (tableau N°11)

Tableau N°9: Teneur en cires en fonction du point d'ébullition final de la fraction d'essence légère.								
Fractions	26-40	26-45	26-50	26-55	26-60	26-84		
Teneur en cires (%)	16.35	16.40	16.45	16.48	16.56	21.55		
(%)								
Volumique	37.50	52.00	65.00	75.00	83.00	100.00		

Tableau N°10: Teneur en cires en fonction du point d'ébullition initial de la fraction utilisée.							
Fractions	26-84	40-84	55-84	60-84	70-84		
Teneur en cires (%)	21.84	22.84	24.35	26.89	27.36		
(%)							
Volumique	100.00	62.50	25.00	17.00	08.00		

Tableau N°11: Teneur en cires en fonction du point d'ébullition moyen de la fraction.							
Fractions	26-40	40-60	45-70	55-84	70-84		
Teneur en cires (%)	16.35	16.70	21.12	24.35	27.36		
(%)							
Volumique	37.50	45.50	40.00	25.00	08.00		

Les cires étant indésirables il faudrait donc choisir une fraction qui donne la plus faible quantité de cires.

Pour avoir cela on doit choisir un point initial et un point final relativement bas, ce choix doit tenir compte aussi d'autres paramètres entre autres la qualité d'absolue. Ce qui nous fait penser à la fraction 70-84°C (voir tableau N°7).

Mais le pourcentage volumique de cet intervalle récupéré par distillation T.B.P. est relativement faible (environ 8%).

Par contre la fraction 26-60°C dont la quantité d'absolue est relativement moins élevée avec une faible teneur en cires, mais son intervalle de distillation T.B.P. est meilleur (environ 83%), (voir tableau N°9).

b-TENEUR EN ENTRAINABLES A LA VAPEUR D'EAU.

La lecture du tableau N°6 montre que la teneur en cires est en entraînés varie en sens contraire. Et c'est toujours la fraction 26-60 qui donne le meilleur rendement en composés entraînés à la vapeur d'eau.

Pour cela nous proposons cette fraction comme solvant pour la production de la concrète du bois de cèdre.

IV-ETUDE ANALYTIQUE.

L'étude analytique s'intéressera à la mesure de certaines propriétés physico-chimiques telles que l'indice de réfraction, la densité et l'indice d'acide que nous définissons ci-dessous et à l'analyse chromatographique en phase gazeuse.

IV-1-ANALYSE DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES.

IV-1-1-DENSITE.

C'est le rapport du poids d'un certain volume d'échantillon à une température t au poids du même volume d'eau à température standard. Le choix de l'état standard à 4 °C permet l'identification des chiffres qui mesurent la densité et la masse volumique.

$$D_t = \frac{\text{Poids d'un volume de produit à } t}{\text{Poids du même volume d'eau à } 4^{\circ}\text{C}}$$

Pour les mesures précises de densité, correspondant à quatre décimales exacts, nous utilisons de préférence le picnomètre.

IV-1-2-INDICE DE REFRACTION.

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

La longueur d'onde spécifique est (589.30±0.30)nm , correspondant aux radiations D1 et D2 du spectre de sodium.

La température de référence est 20°C, sauf pour les huiles essentielles qui ne sont pas liquides à cette température dans ce cas, adopter les températures de 25°C ou 30°C suivant les points de fusion des huiles essentielles considérées.

Les mesures sont effectuées à partir d'un réfractomètre type SOPELEM N°3.275, l'huile étant maintenue à 20°C.

IV-1-3-INDICE D'ACIDE.

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaires pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de substance.

MODE OPERATOIERE

Pesons directement à l'aide d'une balance analytique une masse $m = 0.1$ g d'huile essentielle dans une fiole conique A de 100ml environ, nous y ajoutons 20 ml d'alcool pour dissoudre l'huile. Nous mettons, d'autre part dans une fiole témoin B, la même quantité du même solvant 20 ml .

Nous ajoutons dans A et B trois gouttes de phtaleine et nous titrons chaque éssai par une solution de potasse décimormale (N/10).

Soit: n_1 le nombre de ml de potasse utilisée pour le virage dans la fiole A et n_2 dans la fiole B.

La quantité de potasse utilisée pour neutraliser l'acidité libre de 0.1 gramme de substance est:

$$n = n_1 - n_2$$

La masse correspondante est : $5.6n/100$ en grammes ou $5.6n$ en milligrammes.

L'indice d'acide est donc :

$$I_A = 5.6 \frac{n_1 - n_2}{m}$$

Avec :

$$m = 0.1 \text{ grammes}$$

*RESULTATS OBTENUS:

Pour chaque extrait de 24 heures on a mesuré la densité, l'indice de réfraction et l'indice d'acide (voir tableau N°12)

De même pour les essences absolues de chaque fraction en ne calculant cette fois que la densité et l'indice de réfraction.

Les résultats trouvés dans cette expérience analytique seront résumés dans le tableau N°13.

N°	Fractions	D	20	Indice de réfraction à 20°C	I	A
1	26-40	0.9417		1.5206		8.440
2	26-45	0.9419		1.5215		8.860
3	26-50	0.9420		1.5216		6.250
4	26-55	0.9421		1.5219		7.660
5	45-55	0.9422		1.5218		7.650
6	26-60	0.9423		1.5220		8.600
7	40-60	0.9426		1.5223		9.330
8	40-70	0.9427		1.5227		7.770
9	45-70	0.9429		1.5229		7.367
10	50-70	0.9430		1.5230		8.600
11	26-84	0.9433		1.5228		8.416
12	40-84	0.9435		1.5229		8.243
13	55-84	0.9437		1.5230		6.113
14	60-84	0.9438		1.5235		9.500
15	70-84	0.9439		1.5237		7.500

Tableau N°13: Indice de réfraction et densité des essences absolues pour les différents extraits ,pour un temps d'extraction de 24 heures (épuisement total).					
N°	Fractions	D	20	Indice de	
				réfraction	
			4	à 20°C	
1	26-40	0.9313		1.5220	
2	26-45	0.9315		1.5223	
3	26-50	0.9317		1.5225	
4	26-55	0.9318		1.5227	
5	45-55	0.9319		1.5229	
6	26-60	0.9319		1.5228	
7	40-60	0.9322		1.5229	
8	40-70	0.9326		1.5230	
9	45-70	0.9327		1.5232	
10	50-70	0.9329		1.5233	
11	26-84	0.9330		1.5235	
12	40-84	0.9331		1.5236	
13	55-84	0.9333		1.5238	
14	60-84	0.9337		1.5239	
15	70-84	0.9339		1.5240	

Si on compare avec les valeurs de l'huile essentielle trouver par [2] pour le bois de cédre de Chréa:

$$\text{Indice de réfraction} = 1.5118, \quad D_{\frac{20}{4}} = 0.9464, \quad I_A = 4.046$$

Et avec les valeurs trouvées par [6] pour le bois de cédre de Djurdjura:

$$\text{Indice de réfraction} = 1.5097-1.5155$$

$$\begin{aligned} D_{\frac{20}{4}} &= 0.9487-0.9604 \\ I_A &= 2.24-2.94 \end{aligned}$$

On voit que l'absolue n'a pas les mêmes propriétés physico-chimiques que l'huile essentielle car le solvant solubilisé en plus des huiles essentielles des cires que l'on a éliminé (peut-être en partie) et des pigments ainsi que d'autres constituants.

Nous pourrions comparer d'une manière précise les extraits avec la connaissance de ses propriétés, nous avons pensés effectuer une analyse plus fine qui est la chromatographie en phase gazeuse.

IV-2-CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE.

La chromatographie ou écriture colorée, tient son nom du fait qu'elle a été appliquée pour la première fois en 1903 à des substances colorées (pigments végétaux) par le botaniste M.TSWETT, en utilisant le carbonate de calcium finement divisé comme support et l'éther de pétrole comme phase mobile. Ainsi est née la chromatographie, mais depuis elle a évolué puisqu'elle intéresse maintenant les substances colorées ou pas, qu'elles soient gazeuses, liquides ou solides.

IV-2-1-PRINCIPE DE LA CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE.

Cette methode a été prévue théoriquement par MARTIN et SINGER dès 1941 n'a été mise en pratique qu'en 1952 par MARTIN et JAMES. Les deux pièces maitresses d'un appareil chromatographique sont :

-La colonne contenant la phase stationnaire, à travers laquelle circule le gaz vecteur tout au long de l'essai.

-Le détecteur, opérant selon un principe physique bien déterminé, permet la détection des composés à la sortie de la colonne .Le detecteur à ionisation de flamme (FID) est ultra-sensible fonctionnant selon le principe suivant :

De l'hydrogène qui brule dans l'air, produit des ions, la présence d'hydrocarbures produira plus d'ions .Ce courant d'ions, collécté par une électrode négative (portée à 300 volts environ), est ensuite amplifiée et enregistré.

Le mélange à analyser est introduit dans l'injecteur et vaporisé, il est entraîné à travers la phase stationnaire par le gaz vecteur. La vitesse de déplacement de chacun des constituants du mélange étant différente ils quittent la colonne l'un après l'autre et arrive dans le détecteur, ce dernier envoit vers l'enregistreur un signal constant correspondant à la ligne de base et le passage, d'un composé modifie ce signal qui se traduit par l'enregistrement d'un pic. [35]

L'ensemble des pics ainsi obtenus est dit chromatogramme, le temps de rétention qui est la durée écoulée depuis l'injection jusqu'à la détection d'un composé, dépend de la nature du composé, de la nature de la phase stationnaire, de la vitesse de déplacement du gaz vecteur et de la température de la colonne. [36] Pour un composé analysé dans strictement les mêmes conditions, le temps de rétention est constant et représente une grandeur propre à ce composé, permettant donc son identification. [37]

IV-2-2-CONDITIONS OPERATOIRES. (C.P.G)

Les analyses chromatographiques peuvent être menées sur deux types de colonne (polaire et apolaire)

La colonne utilisée est une colonne capillaire PEG 20M (Carbowax 20M)

IV-2-3-ANALYSE SUR LA PHASE POLAIRE PEG 20M.

Pour chacun des extraits absolus obtenus, les constituants volatilisables ont été analysés à l'aide d'un appareil chromatographique de type PYE-UNICAM série 304 PHILIPS muni d'un détecteur à ionisation de flamme et relié à un intégrateur de type PHILIPS 3004. La séparation a été faite sur une capillaire Carbowax 20M de 25 mètres de longueur et 0.25 millimètres de diamètre, dans les conditions suivantes:

TEMPERATURE:

----- *COLONNE: Programmation de 90 à 200°C à raison de

3°C/mn avec un palier de 3mn à 200°C.

*DETECTEUR: 300°C.

*INJECTEUR : 200°C .

GAZ VECTEUR : Azote avec un debit de 50 ml/mn.

VOLUME INJECTE : 0.1 microlitres.

VITESSE DU PAPIER : 0.5 Cm/mn.

Ainsi les composés suivants ont été identifiés après comparaison avec les chromatogrammes obtenus par [2] pour l'épuisement total de la matière végétale (bois de cèdre).

α -Himachaléne.

β -Himachaléne.

γ -Himachaléne.

α -Calaroréne.

*7,8 dihydro aryl himachaléne.

γ -Atlantone

Trans γ atlantone

C₁₅H₂₂

C₁₅H₂₄

C₁₅H₂₂O

C₁₅H₂₀O (a)

C₁₅H₂₀O (b)

Les différentes teneurs de ces composés sont résumés dans le tableau N°14.

Tableau N°14: Teneur relative en composés dans l'huile essentielle du bois de cèdre obtenue par épuisement total. (%)						
Fractions	1	1	1	1	1	1
	26-60	40-60	40-70	45-70	50-70	
Composés						
α-Himachaléne	1.959	1.647	1.584	0.857	0.915	
β-Himachaléne	1.752	1.541	1.430	0.967	0.953	
γ-Himachaléne	5.850	5.379	5.120	4.606	5.147	
α-Calalaroréne	1.769	1.608	1.764	-	-	
17,8Dihydro aryl H.	1.226	0.698	1.193	-	-	
C15H22	2.056	1.650	1.565	0.573	1.055	
C15H24	1.283	1.621	1.136	1.053	1.053	
C15H220	4.833	4.945	5.123	1.318	1.658	
Epoxy himachaléne	5.837	6.368	5.827	8.062	7.826	
C15H20 (a)	4.451	4.896	4.769	7.694	5.813	
C15H20 (b)	2.581	1.766	2.630	2.533	2.676	
γAtlantone	2.342	2.523	2.441	3.340	3.113	
Cis αatlantone	2.447	2.507	2.600	3.845	3.723	
Trans αatlantone	124.992	17.705	125.995	133.120	31.328	

*Remarque: le composé 7,8dihydro aryl H. représente 7,8 Dihydro aryl Himachaléne

Tableau N°14: Teneur relative en composés dans l'huile essentielle du bois de cèdre obtenue par épuisement total.						
Fractions	1	1	1	1	1	1
	26-40	26-45	26-50	26-55	45-55	
Composés						
α -Himachaléne	1.464	1.071	2.768	0.910	1.580	
β -Himachaléne	1.493	0.994	2.550	1.047	1.473	
γ -Himachaléne	5.417	4.499	7.757	4.523	5.302	
α -Calalaroréne	-	-	2.107	0.641	1.583	
7,8Dihydro aryl H.	-	-	1.703	0.619	0.804	
C15H22	1.914	1.382	2.159	1.194	1.583	
C15H24	1.276	1.005	1.719	1.095	1.562	
C15H220	2.804	2.265	4.907	2.380	4.331	
Epoxy himachaléne	7.739	6.808	5.213	6.660	6.117	
C15H20 (a)	5.903	6.141	3.822	5.075	4.809	
C15H20 (b)	5.087	3.082	1.066	2.646	2.807	
γ Atlantone	3.712	3.137	1.935	1.752	2.505	
Cis α atlantone	3.291	3.306	1.938	2.596	2.645	
Trans α atlantone	131.937	130.440	120.687	126.656	26.831	

*Remarque: le composé 7,8dihydro aryl H. représente 7,8 Dihydro
aryl Himachaléne

Tableau N°14: Teneur relative en composés dans l'huile essentielle du bois de cèdre obtenue par (Suite) épuisement total.						
Fractions	1	1	1	1	1	1
	26-84	40-84	55-84	60-84	70-84	
Composés						
α-Himachaléne	1.202	1.442	1.115	5.404	-	
β-Himachaléne	1.291	1.276	1.237	4.202	-	
γ-Himachaléne	5.895	5.980	5.388	113.387	1.937	
α-Calalaroréne	-	-	-	1.469	-	
17,8Dihydro aryl H.	1.976	2.107	1.269	2.674	-	
C15H22	1.218	1.950	1.132	1.539	0.867	
C15H24	1.926	1.068	1.861	2.652	1.282	
C15H220	7.513	8.223	7.152	6.465	7.727	
Epoxy himachaléne	5.546	6.235	6.639	4.612	5.632	
C15H20 (a)	2.596	2.843	2.109	2.164	2.232	
C15H20 (b)	2.837	2.492	2.765	2.301	3.135	
γ Atlantone	-	-	-	1.153	1.113	
Cis α atlantone	3.187	3.709	3.175	2.585	4.063	
Trans α atlantone	129.819	134.191	128.975	124.573	34.269	

*Remarque: le composé 7,8dihydro aryl H. représente 7,8 Dihydro
aryl Himachaléne

On remarque que les teneurs relatives en composés dans l'absolue du bois de cèdre varient comme suit:

α -Himachalène.....	(00.000-05.404%)
β -Himachalène.....	(00.000-04.202%)
γ -Himachalène.....	(01.937-13.390%)
α -Calarorène.....	(00.000-02.107%)
*7,8 dihydro aryl himachalène.....	(00.000-01.703%)
δ -Atlantone.....	(01.752-03.712%)
Trans α atlantone.....	(17.705-34.270%)
C15H22.....	(00.000-02.674%)
C15H24.....	(00.867-01.621%)
C15H220.....	(01.068-04.945%)
C15H200 (a).....	(03.822-07.694%)
C15H200 (b).....	(01.066-05.087%)

On remarque que les variations sont très importantes, certaines fractions extraient peu d'Himachaléne, c'est le cas de la fraction 45-70 ou 70-84, pour d'autres au contraire la teneur en Himachaléne est relativement plus élevée c'est le cas de la fraction 60-84.

On remarque aussi que pour la plus part des chromatogrammes le pic majoritaire est le Trans α -atlantone.

On pourra donc effectuer des extractions avec la fraction 26-60 qui donnera une grande quantité d'absolue ayant une teneur moyenne en Himachaléne en outre la fraction complémentaire 60-84 peut-être également utilisée pour donner un extrait plus riche en Himachaléne si cela s'avère nécessaire.

V-EXTRACTION STATIQUE

Les extractions effectuées dans un soxhlet à l'échelle du laboratoire donnent des résultats indicatifs pour mener à bien les extractions à des échelles plus importantes. Etant donné que dans l'industrie c'est surtout l'extraction statique qui est réalisée, c'est à dire que l'on met en contact la masse végétale et le solvant durant un certain temps à froid et l'on récupère l'extrait. Pour vérifier les conditions opératoire trouvées par [2] et [31], nous procédons à plusieurs séries d'expériences avec le solvant qui est la fraction 26-60.

V-1-L'HYDROMODULE.

On fait des extractions pour différents volumes de solvant 26-60 avec une masse de bois de 10 g. et une durée de 3 heures. Les résultats trouvés sont résumés dans le tableau suivant.

Volume (ml)	100	150	200	210	220	240
R (%) h	1.93	2.03	2.14	2.18	2.20	2.22
R (%) s	2.13	2.24	2.36	2.40	2.42	2.42
Hydromodule m(kg.)/v(l.)	1:10	1:15	1:20	1:21	1:22	1:24

L'étude déjà menée dans ce domaine par [2] avec comme solvant l'héxane n'a pu donner de valeur d'hydromodule relativement faible dans l'installation semi-pilote utilisée; à l'échelle du laboratoire nous avons pu atteindre certaines valeurs d'hydromodule (1:10 à 1:24) contre (1:20 à 1:60). On voit que lorsque l'hydromodule augmente le rendement en concrète augmente pour atteindre le maximum à 1:22. Ces résultats concordent avec les résultats de [2] qui a trouvé un maximum pour un hydromodule de 1:20.

V-2-VARIATION DU RENDEMENT EN FONCTION DU TEMPS.

En faisant des extractions statiques à l'échelle du laboratoire pour différents temps (avec une masse de matière végétale de 40 g. et un volume de solvant de 880 ml). Les résultats trouvés sont regroupés dans le tableau N°16.

Pour bien voir l'influence du temps sur la masse d'huile extraite on trace la courbe masse d'huile en fonction du temps (figure N°21).

V-3-INTERPRETATION DES RESULTATS.

La courbe présente plusieurs extrémums de la masse extraite dont le maximum est obtenue au bout de 3 heures environ.

Tableau N°16: Variation du rendement en fonction du temps.

Temps (h)	Masse d'huile (g.)	R (%) h	R (%) s
0.42	0.5735	1.433	1.580
0.80	0.7635	1.908	2.100
1.00	0.8000	2.000	2.203
1.10	0.8080	2.020	2.226
2.00	0.8800	2.200	2.424
3.00	0.9200	2.300	2.534
3.25	0.9600	2.400	2.640
3.83	0.9200	2.300	2.534
4.00	0.9170	2.292	2.526
5.00	0.9000	2.250	2.479

Tableau N°16: Variation du rendement en fonction du temps (suite).			
Temps (h)	Masse d'huile (g.)	R (%) h	R (%) s
5.50	0.8800	2.200	2.226
6.00	0.8400	2.100	2.424
6.50	0.7985	1.996	2.200
7.00	0.7360	1.840	2.027
8.00	0.4900	1.225	1.349
9.00	0.3066	0.766	0.840
10.00	0.2500	0.625	0.688
11.00	0.2300	0.575	0.633
12.42	0.2371	0.593	0.650
16.75	0.2965	0.741	0.820

Tableau N°16: Variation du rendement en fonction du
 temps (suite).

Temps (h)	Masse d'huile (g.)	R (%) h	R (%) s
19.00	0.5000	1.250	1.400
20.00	0.5820	1.455	1.600
23.25	0.6502	1.625	1.790
27.00	0.5960	1.490	1.640
34.20	0.5063	1.265	1.390
41.66	0.4624	1.156	1.270
43.00	0.4840	1.210	1.330
48.00	0.4620	1.155	1.270
51.00	0.5740	1.435	1.580
53.25	0.6090	1.522	1.680

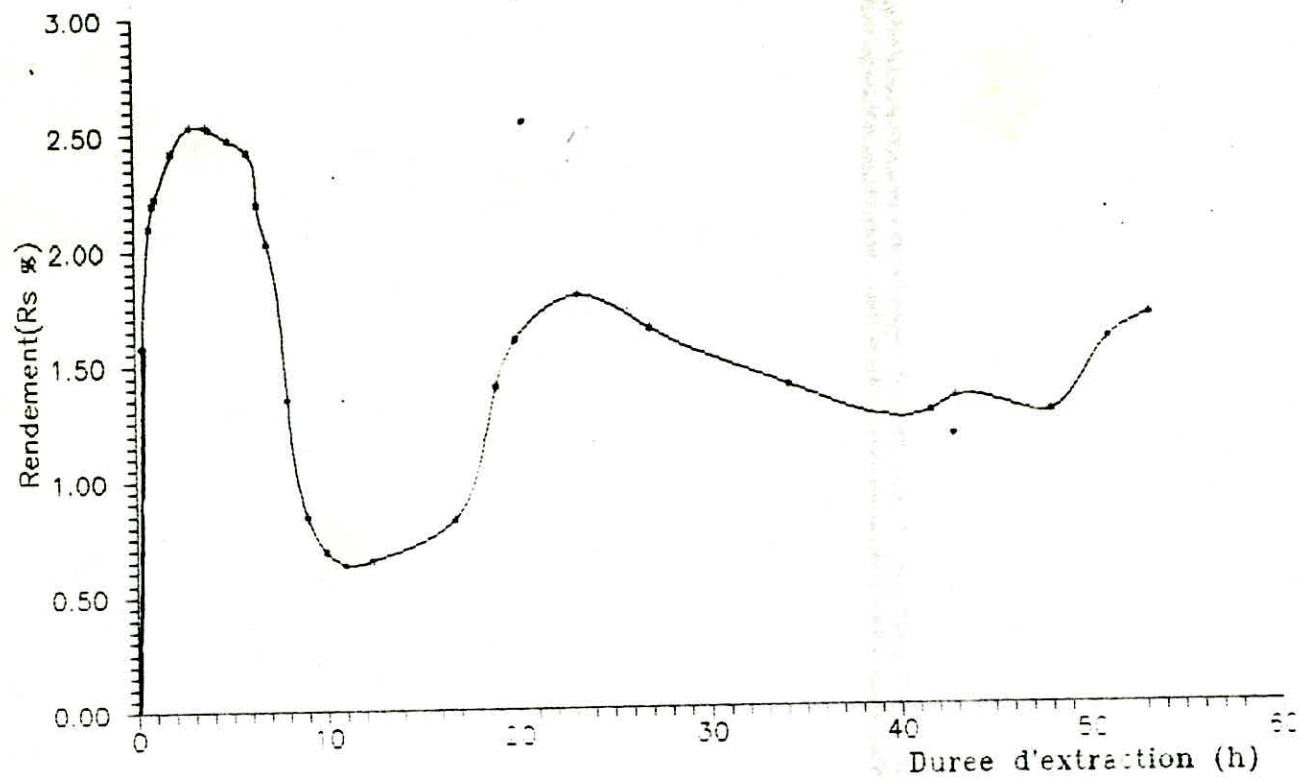


FIG. N°21 : EXTRACTION STATIQUE.

V-4-INFLUENCE DU TEMPS SUR LE RENDEMENT EN CONCRETE.

(seconde méthode)

Pour bien vérifier ces résultats on a pensé à une autre méthode d'extraction statique plus simple qui se présente comme suit:
V-4-1-BUT.

Pour éviter les pertes en concrète au niveau de la distillation sous vide, on peut ne pas l'utiliser et établir des courbes d'étalonnage donnant l'indice de réfraction en fonction de la concentration en concrète.

V-4-2-COURBES D'ETALONNAGE.

Pour chaque intervalle de temps d'une heure d'extraction statique, la concrète récupérée est analysée pour s'assurer de sa pureté et est diluée dans différentes quantités de solvant (fraction 26-60). Pour chaque solution obtenue, on mesure l'indice de réfraction et on trace des courbes d'étalonnage dont l'ordonnée représente l'indice de réfraction du mélange concrète-solvant et l'abscisse représente la concentration de la solution en concrète (g/l).

Les courbes sont tracées pour chaque concrète extraite pour les temps de 1 heure, 2 heures, 3 heures, ... (figures N°22 à 31). Etant donné que l'indice de réfraction est fonction de la concentration de chaque élément existant dans la concrète. Les résultats trouvés sont regroupés dans les tableaux N° 17 à 23.

On remarque que lorsqu'on regroupe les courbes d'étalonnage sur un même graphe (fig.31a) on voit bien que la composition est fonction du temps puisque les courbes ne sont pas superposables d'où la nécessité de les avoir toutes.

Tableau N° 17: Indice de réfraction en fonction de la concentration de la solution extraite.

TEMPS D'EXTRACTION: 1 h.		TEMPS D'EXTRACTION: 2 h.	
C(g/l)	n (20°C) D	C(g/l)	n (20°C) D
3.42	1.3923	4.88	1.3931
5.07	1.3932	6.30	1.3934
6.70	1.3936	8.87	1.3938
15.02	1.3947	18.12	1.3948
18.29	1.3952	24.36	1.3956
28.05	1.3960	29.00	1.3959
38.25	1.3970	33.46	1.3966
60.00	1.3990	39.54	1.3970
84.16	1.4004	48.33	1.3980
		62.14	1.3987
		87.00	1.3992

Tableau N° 17: Indice de réfraction en fonction de la
concentration de la solution extraite. (suite)

TEMPS D'EXTRACTION: 3 h.		TEMPS D'EXTRACTION: 4 h.	
C (g/l)	n (20°C) D	C (g/l)	n (20°C) D
1.71	1.3942	1.51	1.3883
3.64	1.3946	4.97	1.3884
6.24	1.3952	6.96	1.3888
8.74	1.3958	11.60	1.3906
10.92	1.3963	17.40	1.3920
12.48	1.3966	25.00	1.3930
14.56	1.3970	34.80	1.3941
17.56	1.3979		
26.30	1.3988		
34.96	1.3990		

Tableau N° 17: Indice de réfraction fonction de la concentration de la solution extraite.

TEMPS D'EXTRACTION: 5 h.		TEMPS D'EXTRACTION: 6 h.	
C(g/l)	n _D [°] (20° C)	C(g/l)	n _D [°] (20° C)
2.12	1.3871	2.94	1.3848
2.50	1.3878	3.53	1.3850
5.52	1.3885	5.88	1.3852
9.20	1.3897	8.82	1.3856
13.80	1.3900	11.76	1.3859
18.40	1.3910	17.65	1.3864
27.60	1.3921	23.53	1.3870
55.20	1.3950	35.30	1.3886
		70.60	1.3909

Tableau N° 17: Indice de réfraction on fonction de la
concentration de la solution extraite.

TEMPS D'EXTRACTION: 9 h.		TEMPS D'EXTRACTION: 20 h.	
C(g/l)	$n_D^{20\text{ C}}$	C(g/l)	$n_D^{20\text{ C}}$
3.56	1.3912	2.91	1.3829
4.64	1.3916	3.23	1.3829
5.47	1.3918	3.63	1.3830
6.66	1.3920	4.15	1.3834
8.51	1.3931	5.29	1.3837
9.84	1.3934	5.82	1.3838
11.79	1.3940	7.27	1.3841
12.77	1.3944	9.70	1.3845
13.93	1.3945	11.64	1.3848
15.33	1.3948	14.55	1.3854
17.03	1.3954	19.40	1.3865
19.16	1.3964	29.10	1.3878
21.19	1.3972		
25.55	1.3982		
30.66	1.3984		

Une fois les courbes d'étalonnage établies on va suivre l'extraction statique comme suit:

Pour une masse de bois humide de 40 g. mise dans 880 ml de solvant (26-60°C) pendant une durée d'une heure. La même opération sera réalisé avec une masse identique pour des durées de 3,4,5 et 6 heures. Les extraits en solution récupérés subissent une distillation atmosphérique afin d'augmenter leur concentration en concrète. En mesurant leurs indices de réfraction et en se référant aux courbes d'étalonnage, on peut déduire les masses de concrète qui se trouve dans les différentes solutions. D'ou le tableau N° 18:

Tableau N°18: Rendement en fonction du temps (en utilisant les courbes d'étalonnage)

Temps(h)	1	2	3	4	5	6
Masse de concrète (g)	0.836	0.896	0.960	0.920	0.932	0.845
R (%) h	2.090	2.240	2.401	2.301	2.330	2.112
R (%) s	2.303	2.468	2.644	2.534	2.568	2.327

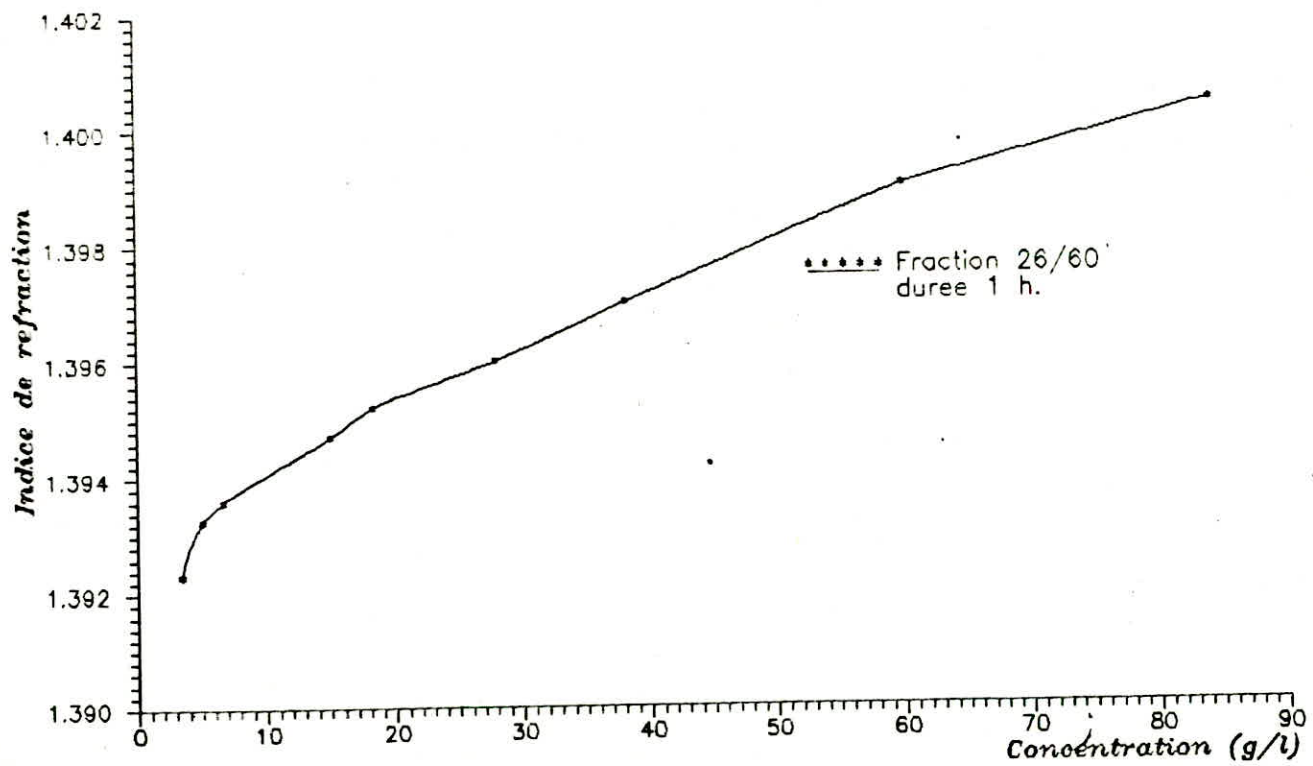


fig. 22 COURBE D'ETALONNAGE

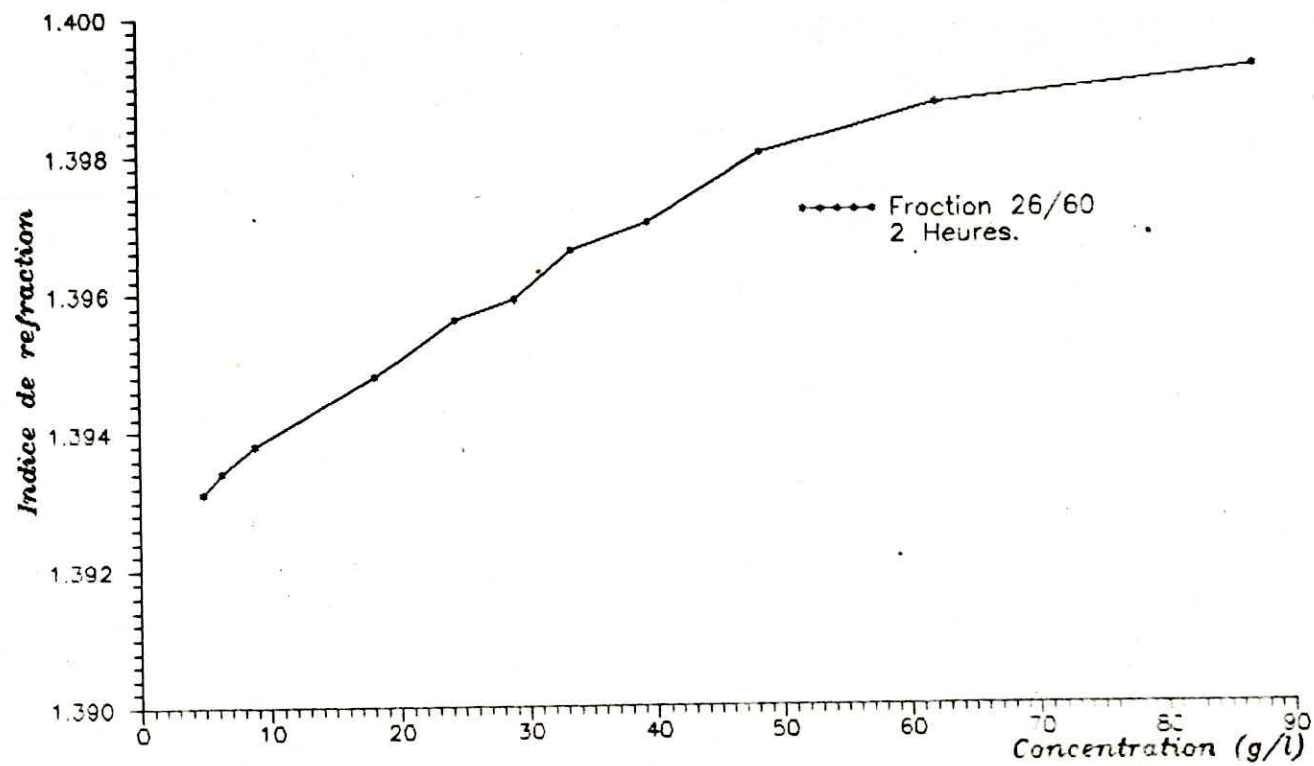


fig. 23 COURBE D'ETALONNAGE

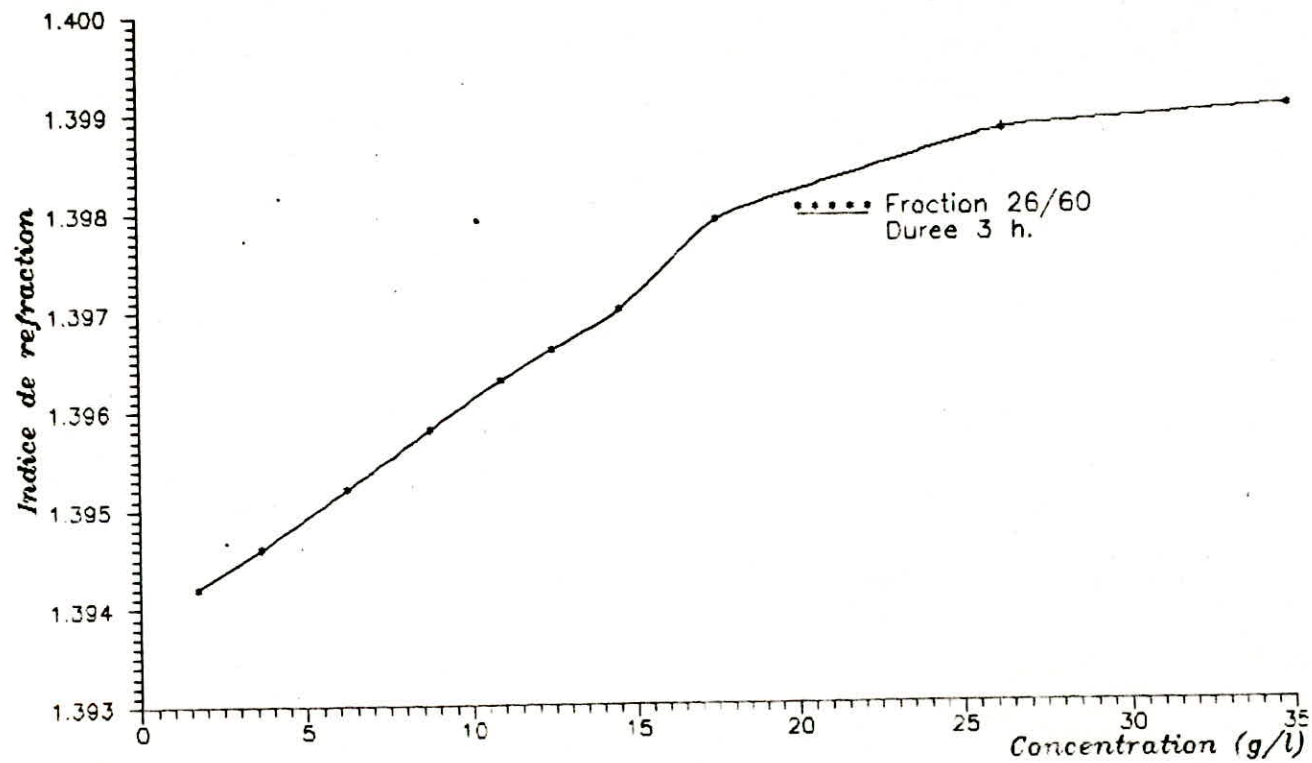


fig. 24 COURBE D'ETALONNAGE

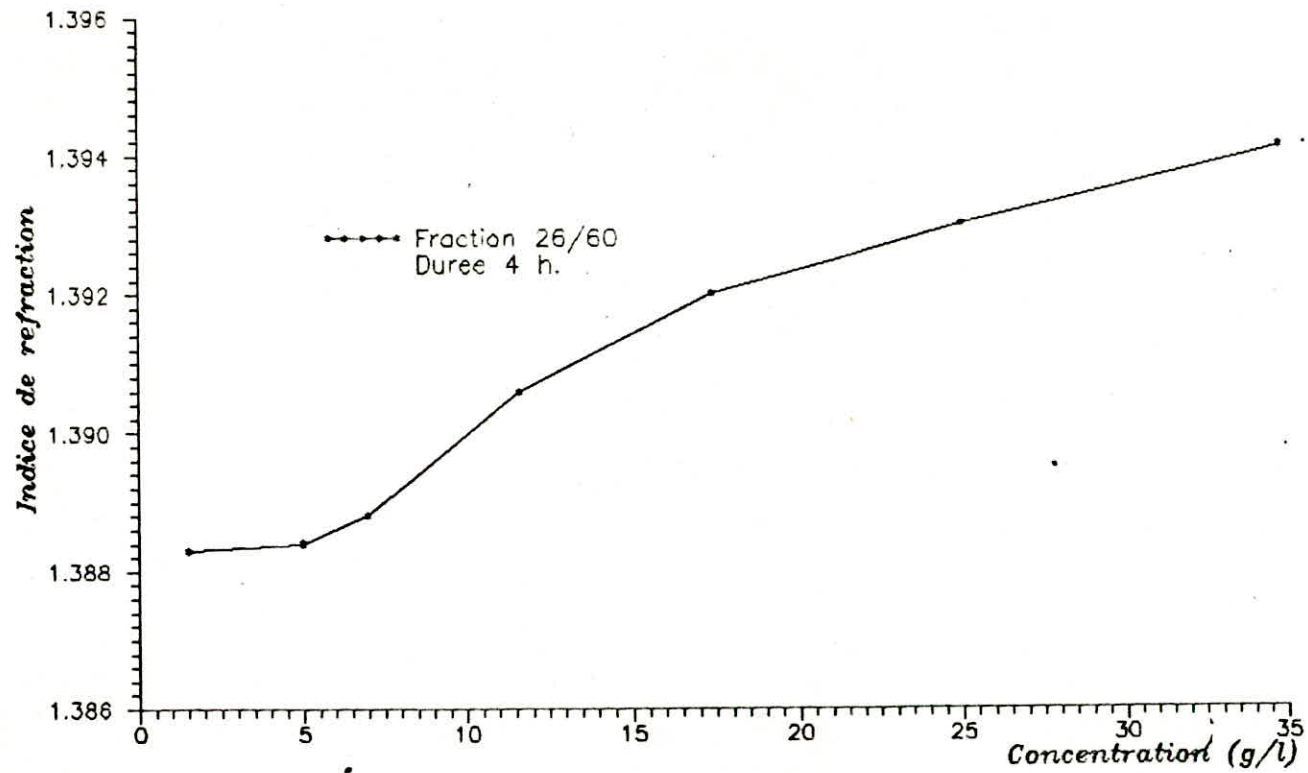


fig. 27 COURBE D'ETALONNAGE

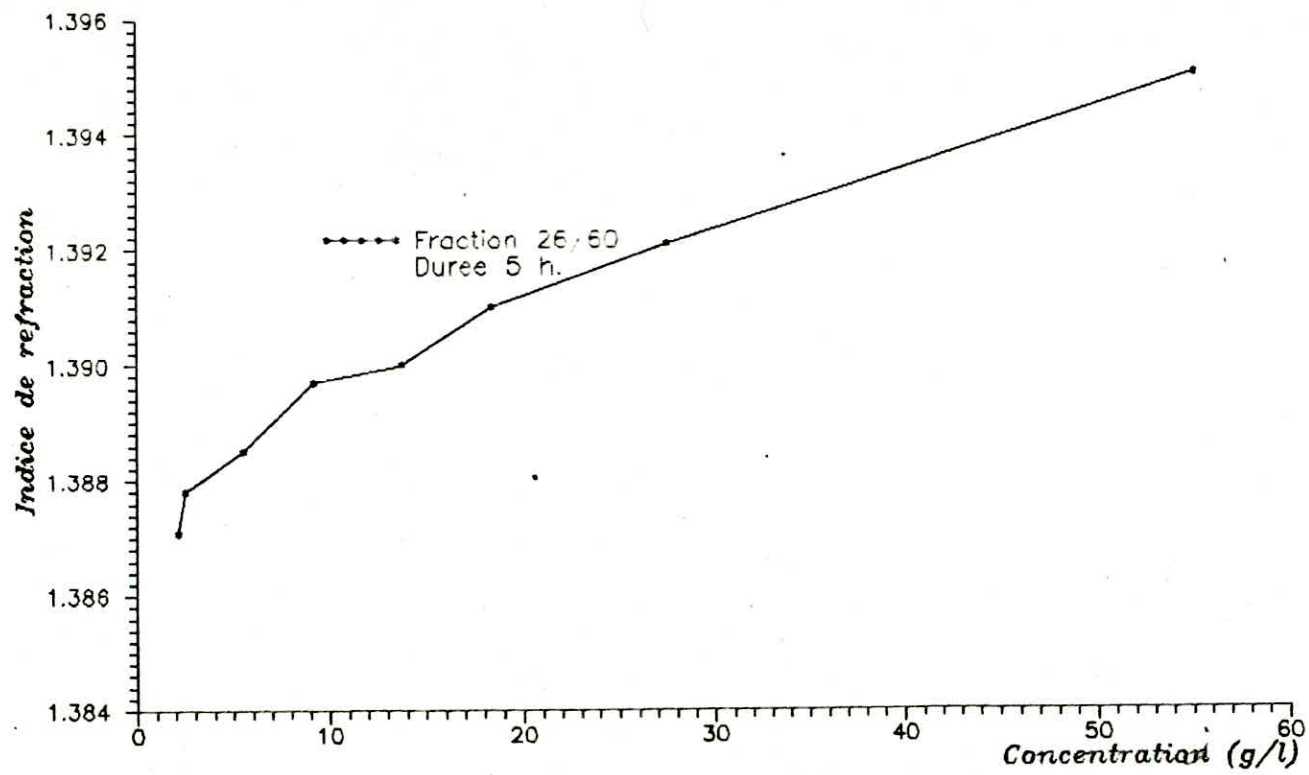


fig. 28 COURBE D'ETALONNAGE

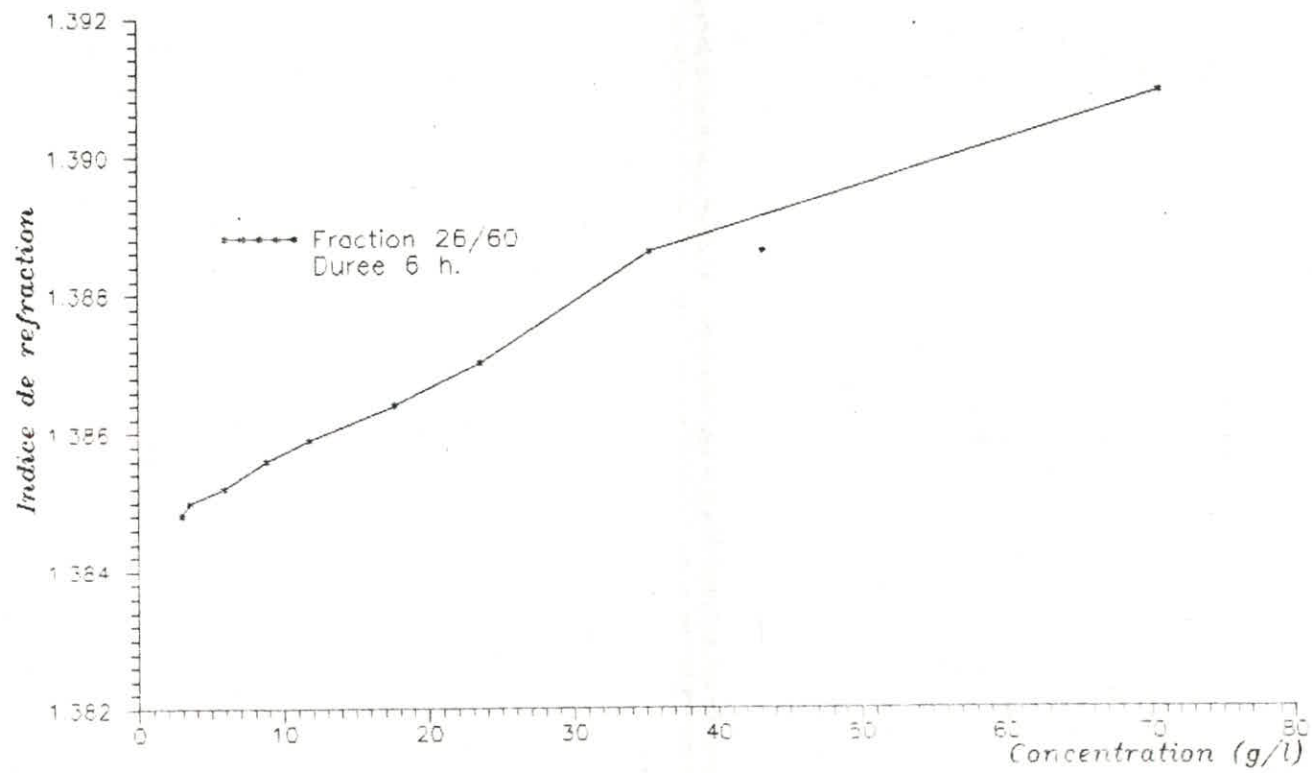


fig. 29 COURBE D'ETALONNAGE

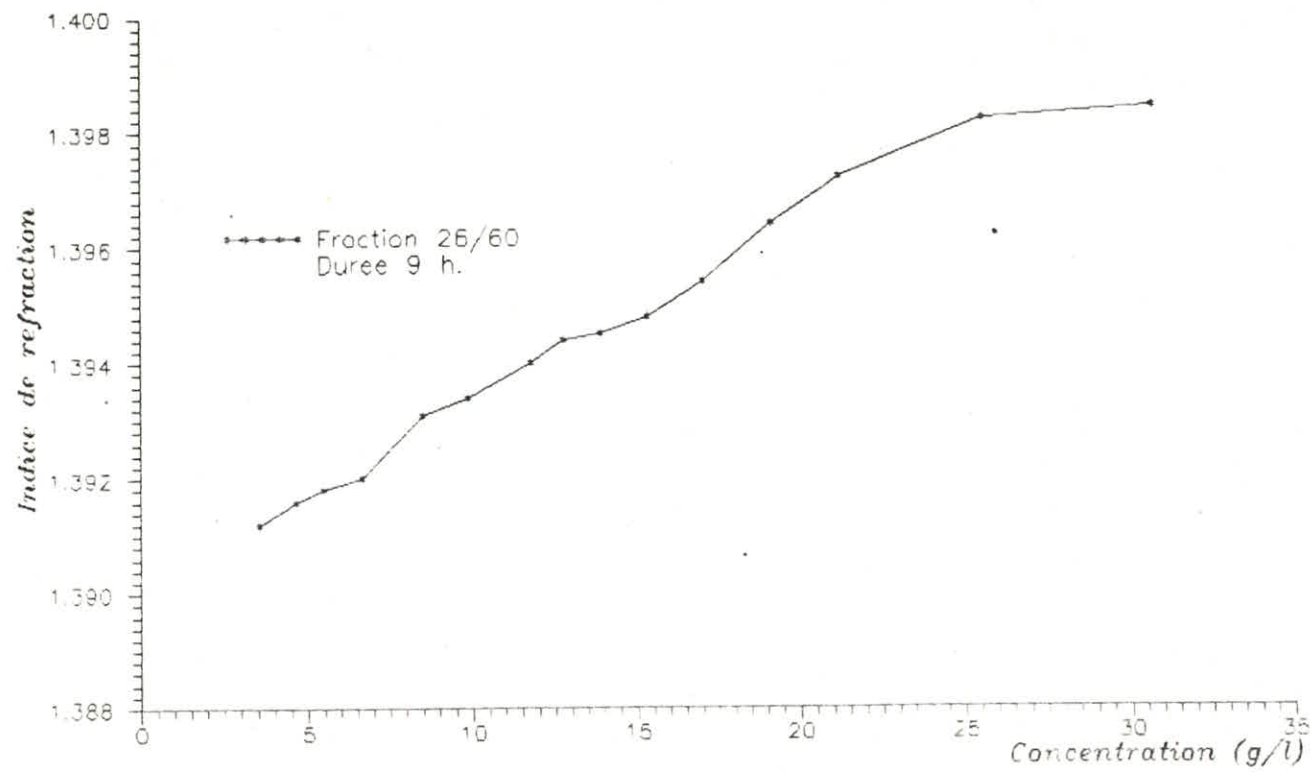


fig. 30 COURBE D'ETALONNAGE

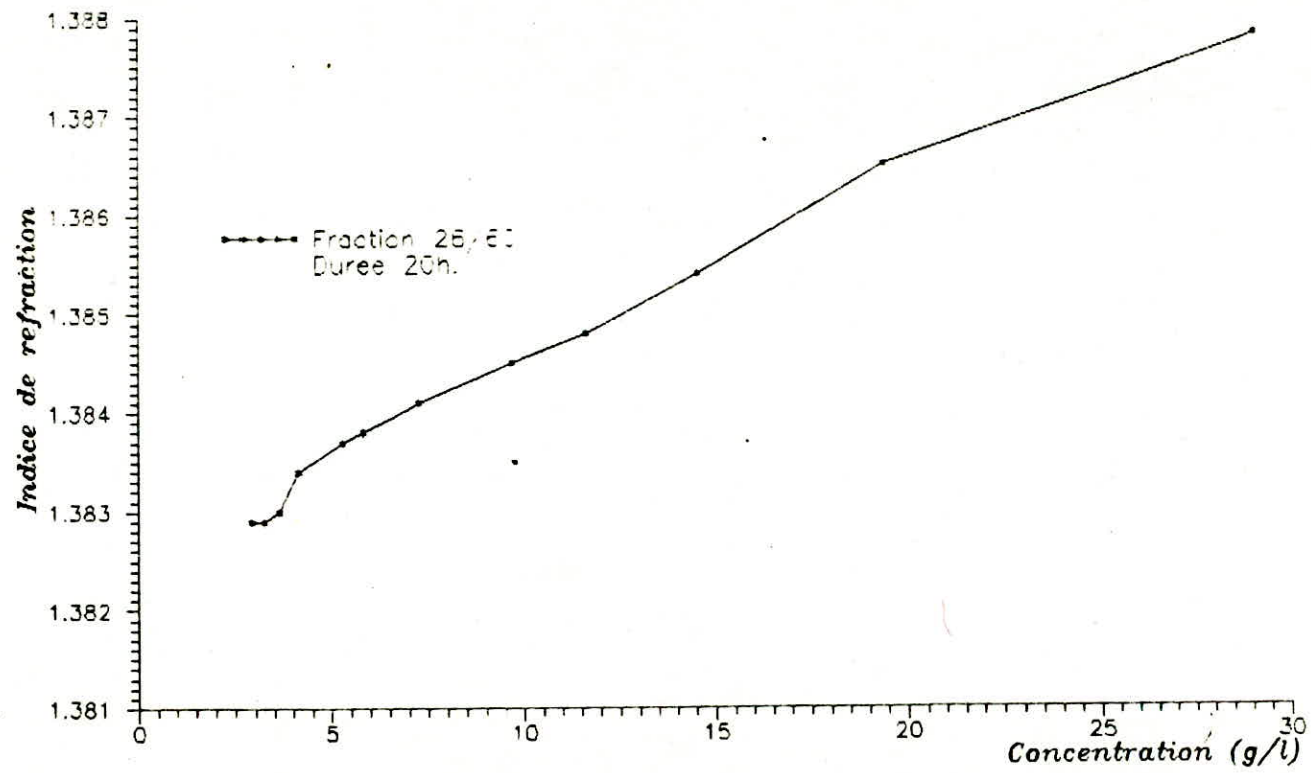


fig. 31 COURBE D'ETALONNAGE

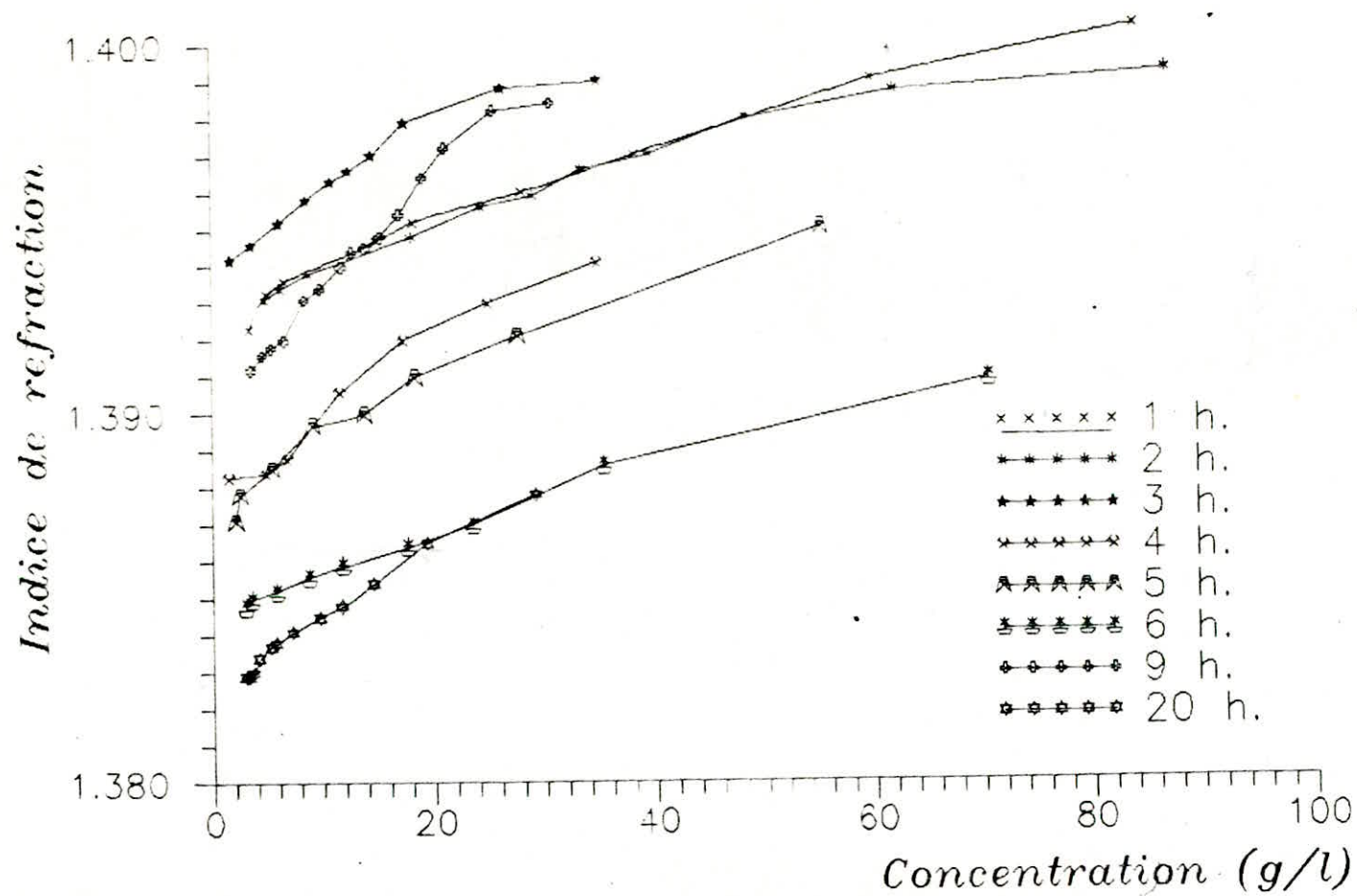


fig. 31a : COURBES D'ETAISONAGE

Les résultats obtenus présentent la même allure que les résultats trouvés précédemment donc on peut dire que les courbes d'étalonnage sont valables tant qu'on ne dépasse pas les intervalles de concentrations limités .

V-5-INFLUENCE DU TEMPS SUR LE RENDEMENT EN CONCRETE

3eme méthode: Suivre l'évolution par la pesée du
-----bois.

Pour introduire cette méthode il faut avoir une idée sur l'évolution du séchage du bois immergé dans le solvant (26-60) en fonction du temps, dans les conditions normales de pression et température. Donc il faut trouver la quantité maximale de solvant qui peut être imprégnée dans le bois, puis suivre l'évolution du séchage de ce bois en fonction du temps.

V-5-1-DEGRE D'IMPREGNATION DU SOLVANT DANS LE BOIS

Pour avoir une idée sur la quantité de solvant imprégnée dans le bois en fonction du temps en extraction statique on place 17.5 grammes de bois dans un récipient, puis on le remplit au maximum avec le solvant (26_60) et on suivra la diminution du volume libre en fonction du temps pour déduire la variation du volume de solvant absorbé par le bois en fonction du temps (tableau N°19).

Tableau N°19: Volume retenu par le bois en fonction du
----- temps

Temps (mn)	0	2	4	7	12	17	31	37	49	77	100
V(ml)	0	30	32	36	39	41.5	46	47.3	48.5	50	50

Pour bien voir l'influence du temps sur le volume de solvant retenu par le bois on trace la courbe (figure N°32).

V-5-2-SECHAGE A L'AIR.

Pour une masse de bois de 50 grammes qui atteint une masse maximale de 140 grammes après immersion dans le solvant (26-60) en un temps optimum de 77 minutes environ. On étudie le séchage de cette dernière en fonction du temps à l'air libre, les résultats trouvés sont portés dans le tableau N°20.

On trace la courbe qui donne la variation de la masse du bois en fonction du temps afin de déduire le temps optimum de séchage (figure N°33)

De la courbe on déduit le temps optimum de séchage qui correspond au début du palier (1 heure environ).

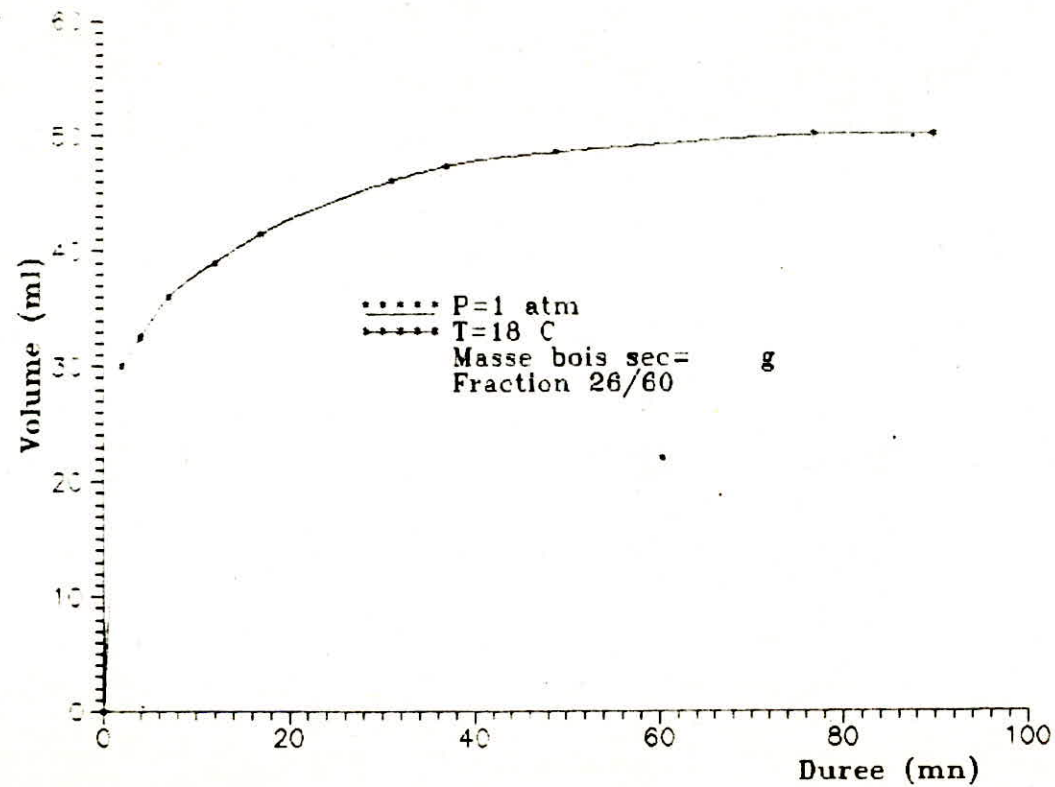


FIG32: Evolution du volume de solvant dans le bois

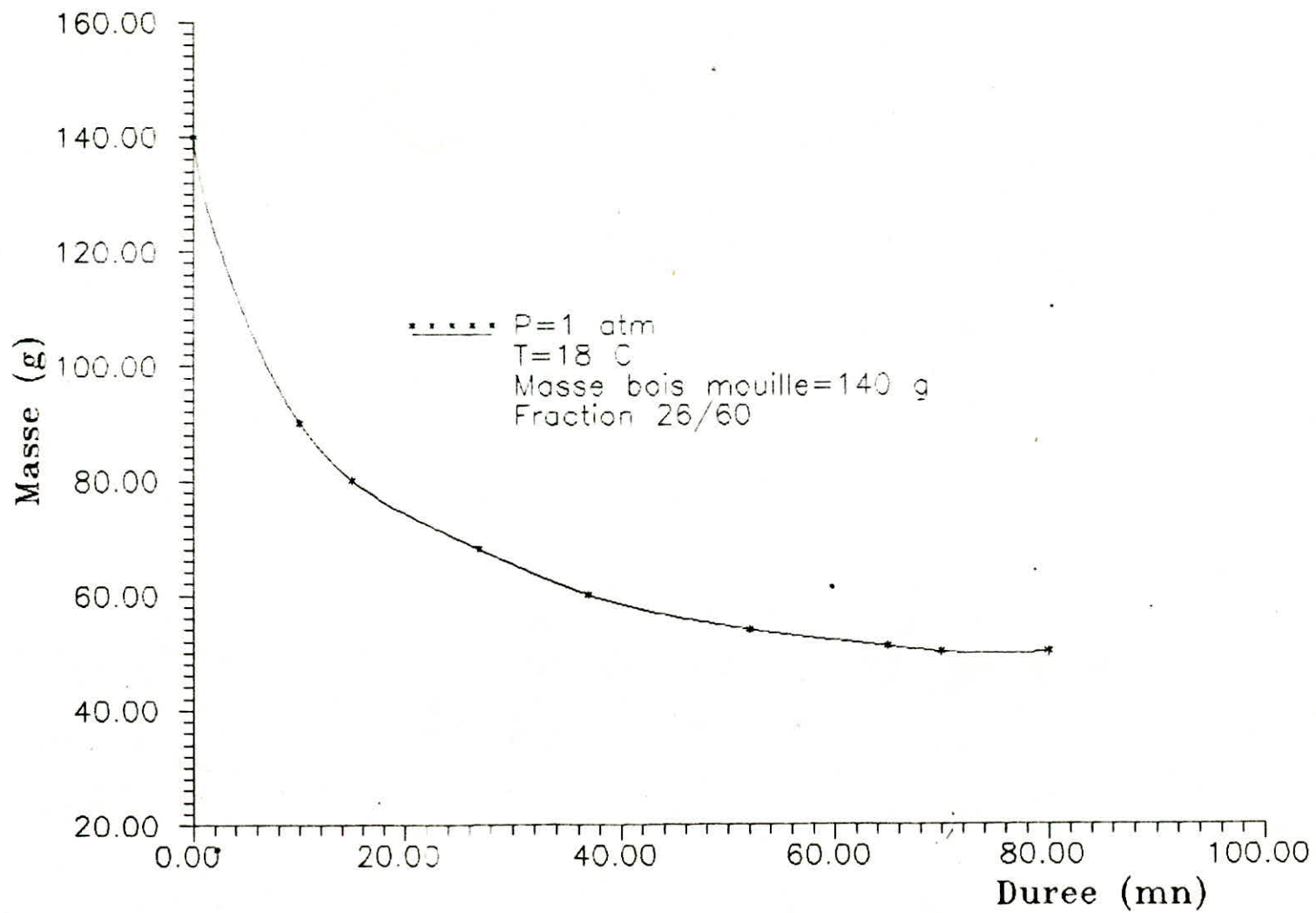


FIG 3.3 : Sechage du bois a l'air

Tableau N°20: Séchage du bois à l'air libre en fonction
----- du temps.

Temps (mn)	0	10	15	27	35	52	65	70	80	90	100
Masse du bois (g)	140	90	80	68	60	54	51	50	50	50	50

V-5-3-VARIATION DU RENDEMENT EN CONCRETE EN FONCTION DU

TEMPS.

Pour une masse de bois de 10 grammes et un volume de solvant de 220 ml on a essayé de suivre la variation du rendement comme suit:

On met le bois dans le solvant pendant une durée t puis on le récupère et on le laisse sécher à l'air libre pendant une heure. La différence de pesée entre la masse initiale et la masse correspondant au temps t après séchage, nous donne la masse de concrète qui est passé dans le solvant, les résultats trouvés sont portés dans le tableau N°21.

On peut dire, que ces résultats sont conformes aux résultats trouvés par les deux premières méthodes c'est à dire que le maximum de rendement est obtenu pour un temps de trois heures, et les rendements obtenus pour ce temps sont :

R :2.534 ,2.644 et 2.755 pour les trois méthodes on voit que l'erreur est relativement faible et qu'elle est du même ordre de grandeur pour les différents temps.

Tableau N°21: Rendement en concrète en fonction du temps

Temps (h)	1	2	3	4	5	6
R (%) h	2.110	2.370	2.500	2.390	2.420	2.241
R (%) S	2.325	2.612	2.755	2.634	2.666	2.470

V-6-REGROUPEMENT DES RESULTATS OBTENUS PAR LES TROIS
METHODES

Soit les notations suivantes:

R (1):Rendement deduit par la première
S
méthode .

R (2):Rendement deduit par la deuxième
S
methode .

R (3):Rendement obtenu par la troisième
S
methode.

On regroupe les trois résultats dans un même tableau
(N°22)

Tableau N°22: Rendement en concrète en fonction du temps pour les différentes méthodes						
Temps (h)	1	2	3	4	5	6
R (1) S	2.203	2.424	2.534	2.526	2.479	2.424
R (2) S	2.303	2.468	2.644	2.534	2.567	2.327
R (3) S	2.325	2.612	2.755	2.634	2.666	2.470

On remarque que le rendement diffère légèrement pour les trois méthodes et cela en croissance, de la première à la troisième méthode cette augmentation est légèrement remarquable dans la 3ème méthode, ceci est due aux pertes subit par la distillation sous vide et atmosphérique.

VI-EXTRACTION AVEC CIRCULATION CONTINUE DU SOLVANT.

Dans le but d'étudier la cinétique d'extraction et de déterminer la quantité maximale d'essence pouvant être extraite, nous avons conçu et réalisé un montage à l'échelle laboratoire, qui a permis l'épuisement total de la matière (figure N°34).

VI-1-MODE OPERATOIRE.

La matière végétale est placée dans une colonne en verre avec support, et baigne dans le solvant (26-60), le bas de la colonne se termine par un tube relié au ballon par un système de réglage du débit (2) de la miscella sortante de la colonne. le ballon (4) contenant la miscella, et relié à l'extracteur (1) par un tube (5), est porté à la température d'ébullition du solvant. La vapeur de ce dernier, après avoir traversé le tube (5) est condensée dans le réfrigérant, donne du solvant purifié qui s'écoulera sur la charge végétale dans l'extracteur.

VII-1-2-RESULTATS ET DISCUSSIONS.

Sur une masse de 100 grammes de bois (avec un taux d'humidité de 9.25%) nous avons fait circuler du solvant avec un débit de l'ordre de 20 ml par minute. Les résultats de cette expérience sont représentés dans le tableau N°23.

Les résultats montrent que la circulation continue du solvant améliore considérablement le rendement global en extrait

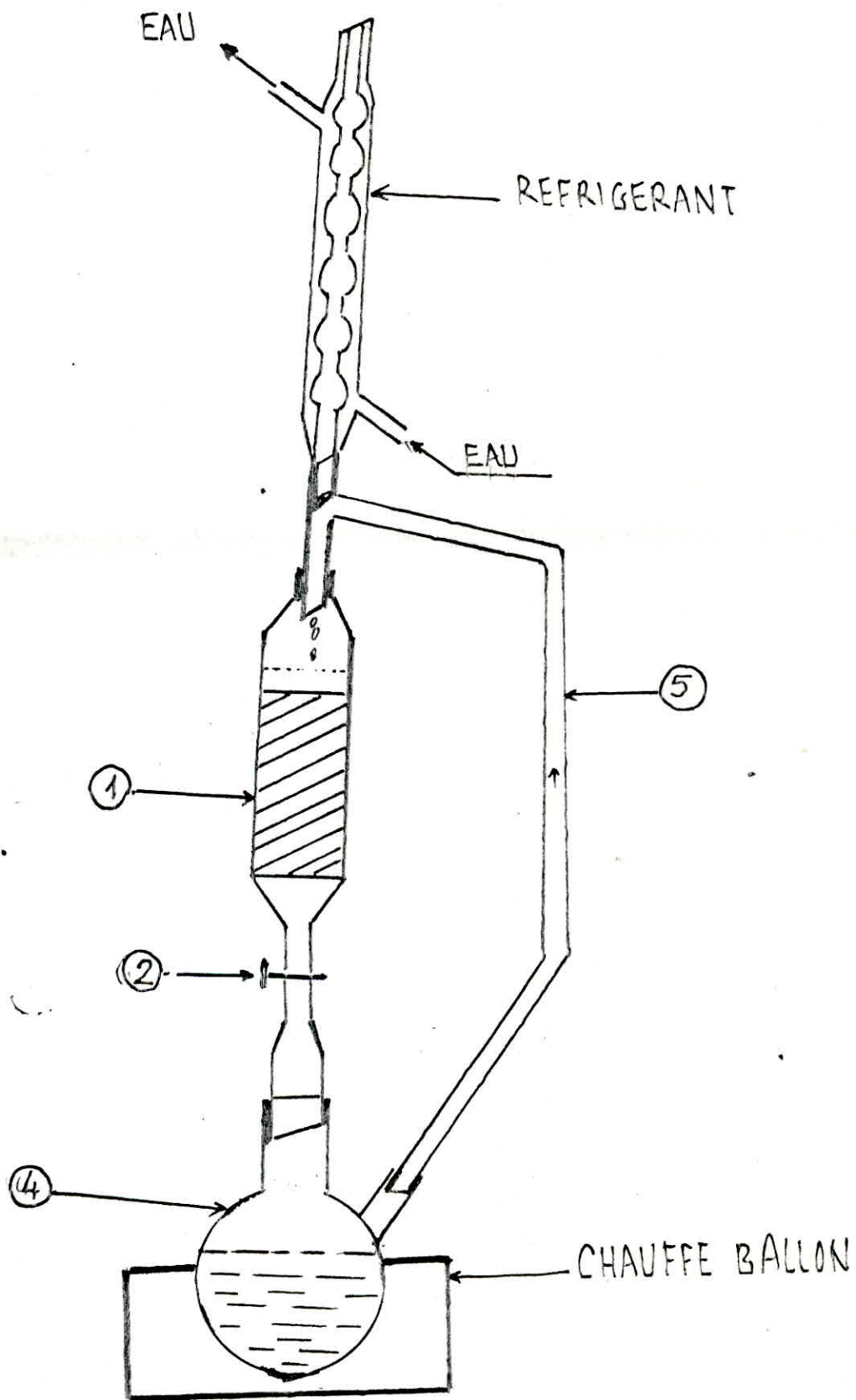


FIG. N°34 : EXTRACTEUR EN CONTINUE

Le graphe présentant la variation du rendement en fonction de la durée d'extraction (figure N°35), montre que la quantité d'extrait croit très rapidement en début d'extraction, ensuite nous rencontrons une branche curviligne, suivie d'une partie à tendance linéaire de faible pente, enfin nous rencontrons un palier vers 24 heures.

Tableau N°23:Extraction avec circulation
continue du solvant

Durée (heures)	R (%) h	R (%) S
1	1.89	2.08
2	2.72	3.00
3	2.95	3.25
4	3.33	3.67
5	3.63	4.00
6	3.90	4.30
9	4.64	5.11
18	6.24	6.88
24	6.72	7.40
36	6.72	7.40

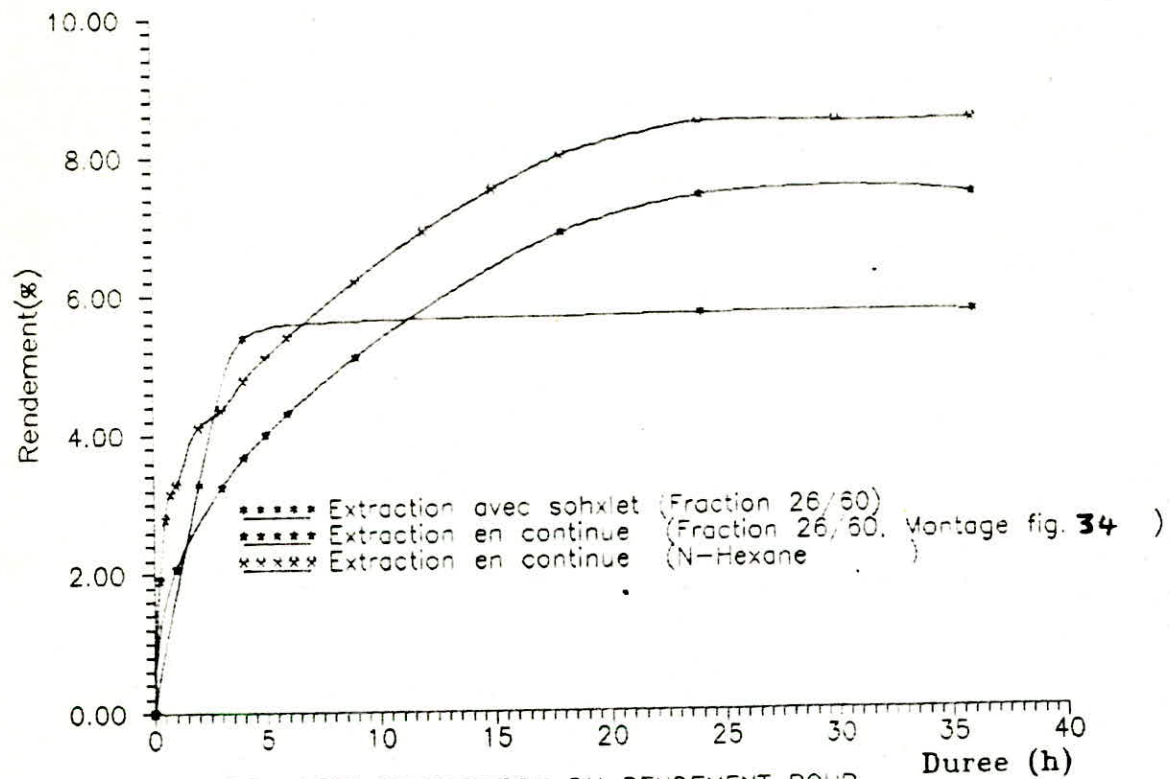


FIG. N 35 COMPARAISON DU RENDEMENT POUR DIFFERENTS MODES D'EXTRACTION.

Ce comportement montre encore que le mécanisme proposé par ANGELIDIS[24] représente très bien notre processus.

VI-3-RESULTATS TROUVES POUR L'EXTRACTION AVEC

 CIRCULATION CONTINUE DU SOLVANT (n-héxane)[2]

Les résultats de l'étude cinétique de l'extraction trouvés par [2], sont portés dans le tableau N°24)

Tableau N° 24:Extraction avec ----- circulation continue du solvant	
Durée (heures)	R (%) S
0.25	1.910
0.50	2.800
0.75	3.160
1.00	3.290
2.00	4.110
3.00	4.360
4.00	4.780
5.00	5.110
6.00	5.400
9.00	6.200
12.00	6.910
15.00	7.510
18.00	7.990
24.00	8.450
30.00	8.456

VII-COMPARAISON DES RESULTATS DES DIFFERENTES

EXTRACTIONS EN CONTINU.

Pour bien voir la difference qui existe entre les differents types d'extraction en continu, on trace sur un même graphe les trois courbes de la cinétique d'extraction, avec le n-héxane faite par BENYOUCEF[2], avec la fraction 26_60 réalisée par le montage de la figure N°34 et celle faite avec Soxhlet (figure N°35).

A partir de ce graphe on remarque que l'allure des deux courbes montrant les extractions par le n-héxane et la fraction 26-60 est la même, avec un écart dans le rendement, en effet celle avec l'héxane reste toujours la meilleure. En revanche la courbe montrant la cinétique de l'extraction avec Soxhlet est différente des deux précédentes, car elle atteint le palier rapidement qui correspond à un rendement plus faible.

En fin la figure N°36 montre que le rendement obtenu par l'extraction statique est inférieur à celui du soxhlet.

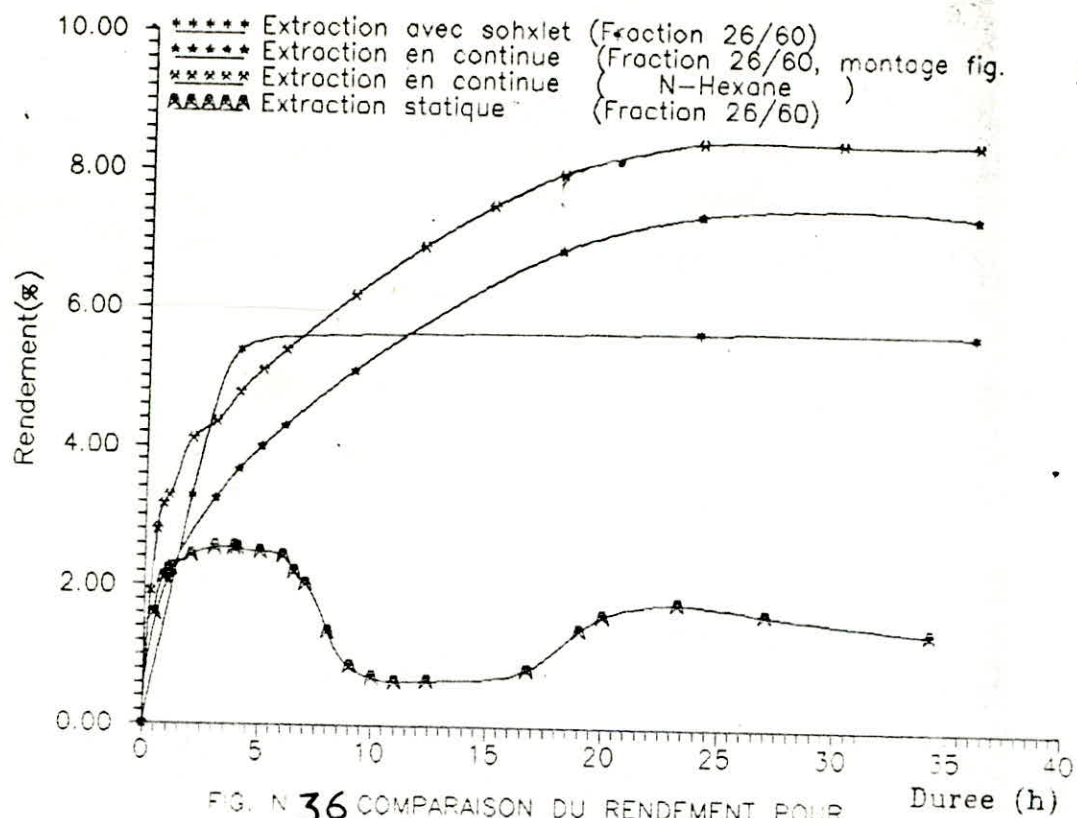


FIG. N 36 COMPARAISON DU RENDEMENT POUR DIFFERENTS MODES D'EXTRACTION.

VIII-CONCLUSION

La combinaison des différents points d'ébullitions initial et finale de la fraction essence légère SR (26-84°C), nous a permis d'avoir 15 fractions différentes dont le pourcentage volumique est relativement important .

Pour déterminer la quantité maximale de concrète pouvant être extraite de la matière végétale par les différentes fractions, un extracteur en continu de type SOXHLET a été utilisé .Cet extracteur a permis d'avoir des rendements relativement élevés (3.412-5.857%), de tracer les courbes rendement en fonction de la durée d'extraction dans le but d'avoir une idée sur l'évolution du rendement en fonction des différentes fractions. Nous avons ainsi remarqué que plus la température d'ébullition moyenne de la fraction est élevée plus le rendement est grand, l'optimum est atteint au bout de 4 heures environ pour toutes les fractions.

Cette étude ne permet pas de faire un choix de la meilleure fraction vu que les concrètes obtenues contiennent des cires indésirables en teneurs différentes.

La détermination des teneurs en cires et en absolues nous a conduit à conclure que plus la température d'ébullition initiale, finale ou moyenne de la fraction est élevée la teneur en cires dans la concrète augmente et que la fraction qui donne le bon rendement en absolue (4.011%) avec une faible teneur en cires (16.56%) et un pourcentage de distillation T.B.P important (83%) est la fraction (26-60°C) .

Pour vérifier ces résultats une autre étude analytique à été effectuée elle consiste à la détermination du taux de composés entraînés à la vapeur d'eau de chaque absolue.

Ce taux varie de 35.07 à 45.80% ,en remarque que c'est toujours la fraction (26-60°C) qui donne le meilleur taux en composés entraînés à la vapeur d'eau (44.87%) donc on choisi comme solvant la fraction (26_60°C).

Une autre étape a consisté en l'évaluation des propriétés physico-chimique des extraits des concrètes par la détermination des densités des concrètes (0.9417-0.9439) et des absolues (0.9313-0.9339), les valeurs obtenues montrent que la densité ne varie pas beaucoup et qu'elles sont inférieures à l'unité. Nous remarquons aussi que les indices d'acide obtenus pour un epuisement total sont relativement élevées (6.113-9.500) donc on peut dire que l'huile a un caractère acide. Puis une analyse par chromatographie en phase gazeuse a été menée afin d'évaluer la teneur en constituants majoritaires présents dans les absolues pour un épuisement total de la matière végétal. On a constaté que le composé majoritaire est le trans -atlantone et que la fraction (60-84°C) donne le maximum d'himachalène (22.993%) qui est la complémentaire de la fraction (26-60°C).

Enfin une étude comparative a été mené avec la fraction (26-60°C) entre les différentes extractions (Soxhlet, statique et le montage de la figure N°34) on déduit que l'extraction faite par le montage N°34 donne le meilleur rendement et l'extraction statique donne le plus faible.

- 1-T.SHIBAMOTO. Chromat.Sci. 105.1981,455
- 2-EL.HADI.BENYOUSSEF. Etude du procédé d'extraction du bois de
cèdre de l'atlas algérien par l'hexane
contribution à l'étude analytique des
extraits obtenus .
Thèse de magistère.ENP Alger,juillet 1990
- 3-BOUDY.P Economie forestière nord africaine,monographie et
traitement des essences forestières, Ed la rose TII
1950,878
- 4-NEDJAH.I.A La croissance et la productivité du cèdre de
l'atlas à chréa,Annales de la recherche forestière en Algérie
sem INRF Vol II
1987
- 5-GUEORGUIEV.E Technologie des produits aromatiques.plodiv
1980,7
- 6-BOUMGHAR.M.Y Techniques d'extraction appliquées aux espèces
forestières,le cèdre de djurdjura.contribution à
l'étude analytique des huiles essentielles
extraites. Thèse de majister ENP Mars 1989
- 7-GRIMAL. Comptes rendus de l'accadémie des sciences,paris 1902
- 8-PFEAV.A Herb.Chim acta.1932,15
- 9-PFEAV.A et PLATTNER.PI Herb.Chim Acta,1934,17
- 10-BRENDENBERG.J.B et ERDTMANN.H
Acta.Chem.1961,15
- 11-KRISHNA RA.G.S Sukh.dev et P.C.Guha,J.INDIAN
Chem.Soc,1952,29
- 12-JOSEPH.T.C Sukh.Dev.Tetrahedron 1968,24
- 13-PLATTIER.M et TEISSERE.P Recherche,19,1974,153
- 14-PLATTIER.M et TEISSERE.P Recherche,24,1974,167.
- 15-BLAKEWAY.J et SEN SALERNO.M La mousse de chéne une base
parfumerie,pour la science,
Mai 1987
- 16-A.F.N.O.R. Recueil des normes Les huiles essentielles
AFNOR 2éme Ed PARIS 1986.
- 17-NAVES.Y.R Technologie des parfums naturels,Masson,PARIS
1974

- 18-BERNARD.T,PRINEAV.F,BRAVO.R et GASET.A
Informations chimie 298(10)1988.
- 19-BOCCHIO.E Parfums cosmétiques Aromes,61(63) 1985
- 20-PHARMACOPEE FRANCAISE T1 4,5,8,Maison Neuve,PARIS 1985
- 21-PEYRON.L Parfums cosmetique Aromes,1984,(55)47
- 22-PERUT.M Imformations chimie,1986,(272)129
- 23-VIGNON.V Papier de 4éme conference nationale,N.T.S.C.P
Pharma.chim,varna 1982 (196) 211
- 24-ANGELIDIS.O.M Revue des oléagineux,N°8,9 Aout Sep 1968.
- 25-TATU.H Industrie moderne des parfums 1932
- 26-GUERGIEV.E et KUTCHKOVA.D.G Rivista.italiana.E.P.P.O.S
Maggio 1987
- 27-TECHNIQUES DE L'INGENIEUR J1077
- 28-Y.R.NAVES,S.SBETAY et L.PALERAY. L'analyse des parfums
naturels 1980
- 29-M.ISSAD Contribution à l'étude de certains extrait issus du
bois de cèdre et réalisation d'un dispositif
d'extraction en continu PFE juin 1989
- 30-J.ARTOZOUL Preparation de concentrés décolorés à partir de
concrètes florales 1982
- 30-Y.DAHOUN Influence du mode d'extraction sur le rendement et
la composition des essences du bois de cèdre de
l'atlas Algérien. PFE 1990
- 32-BESSIERE Conference données à l'ENP Juin 1990
- 33-WUITIER.P Raffinage et genie chimique t1 Ed Technip 1982
- 34-GILDMEISTER et HOFFMANN. Les huiles essentielles 1916
- 35-LORIENT.D,LHUGUENOT.J.C et VALLEY.A
Chromatographie,Techniques d'analyse et de controle
dans les industries agro-alimentaires,Techniques de
documentation, 1981,59
- 36-TRANCHANT.J
Manuel pratique en CPG,Ed Masson PARIS 1982

ANNEX 1

DETERMINATION DU TAUX D'HUMIDITE

DETERMINATION DU TAUX D'HUMIDITE DE LA MATIERE VEGETALE

Pour ce faire, il faut se munir de l'appareil de DEAN & STARK, le réactif utilisé est le xylène ou le toluène .Nous procédons de la manière suivante:

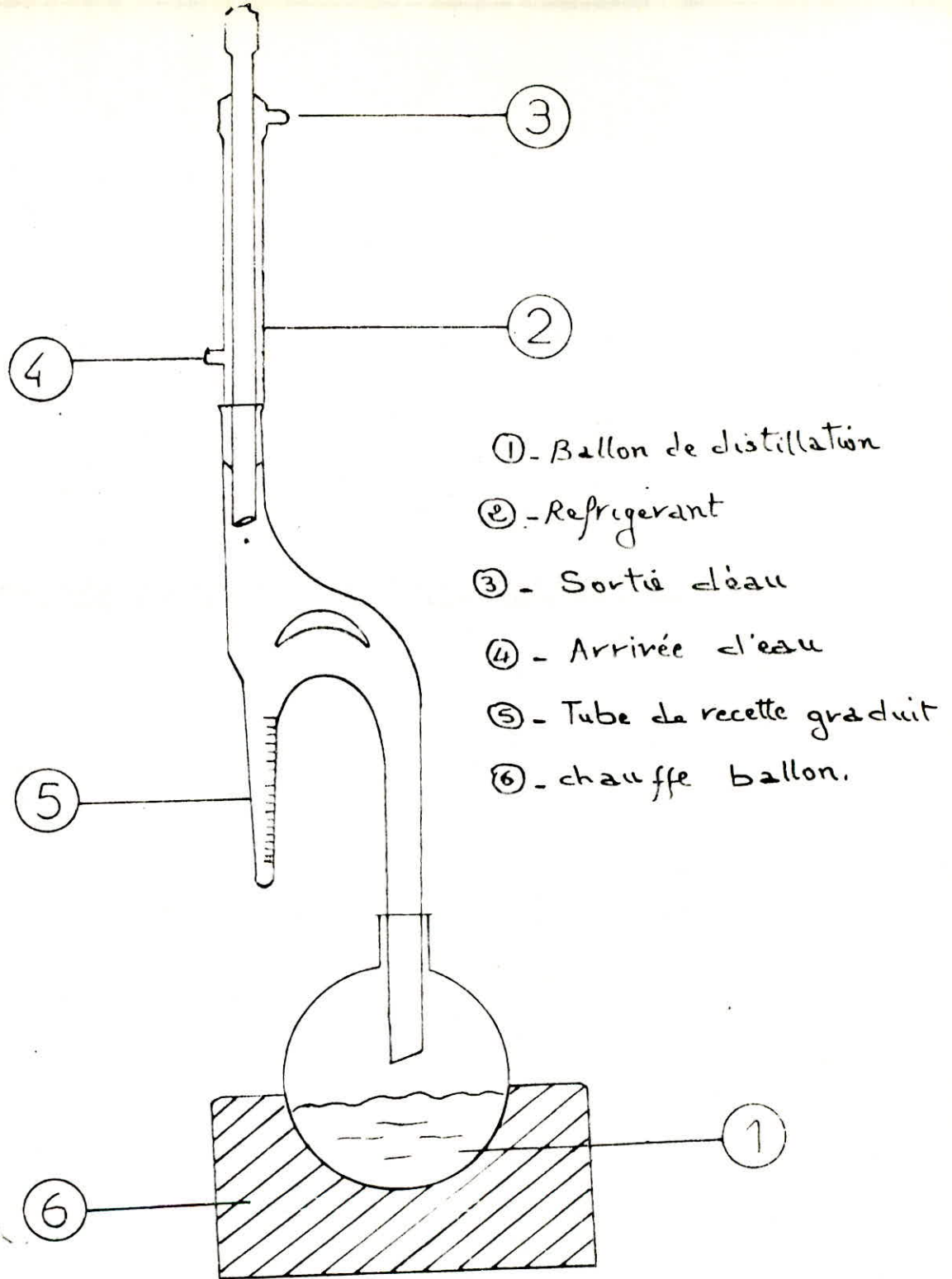
Dans un ballon de 500 millilitres, nous introduisons 20 à 30 grammes de matière végétale. Nous versons ensuite 200 millilitres de xylène dans le ballon , que nous surmontons d'un réfrigérant muni d'un récipient gradué. Ensuite nous portons à reflux (2 à 3 gouttes par seconde) jusqu'au moment où le niveau d'eau reste constant et le solvant surnageant l'eau dans le récipient devient limpide, à la fin de l'opération, nous augmentons le chauffage dans le but de récupérer toutes les gouttes d'eau déposées sur les parois du réfrigérant; après refroidissement le volume d'eau est noté et le taux d'humidité est calculé par l'expression:

$$H = \frac{V * 0.998}{G} * 100$$

Où H : represente le taux d'humidité (%)

V : represente le volume d'eau (millilitres)

G : represente la masse de matière végétale
(grammes)



APPAREIL DE DEAN
ET STARCK

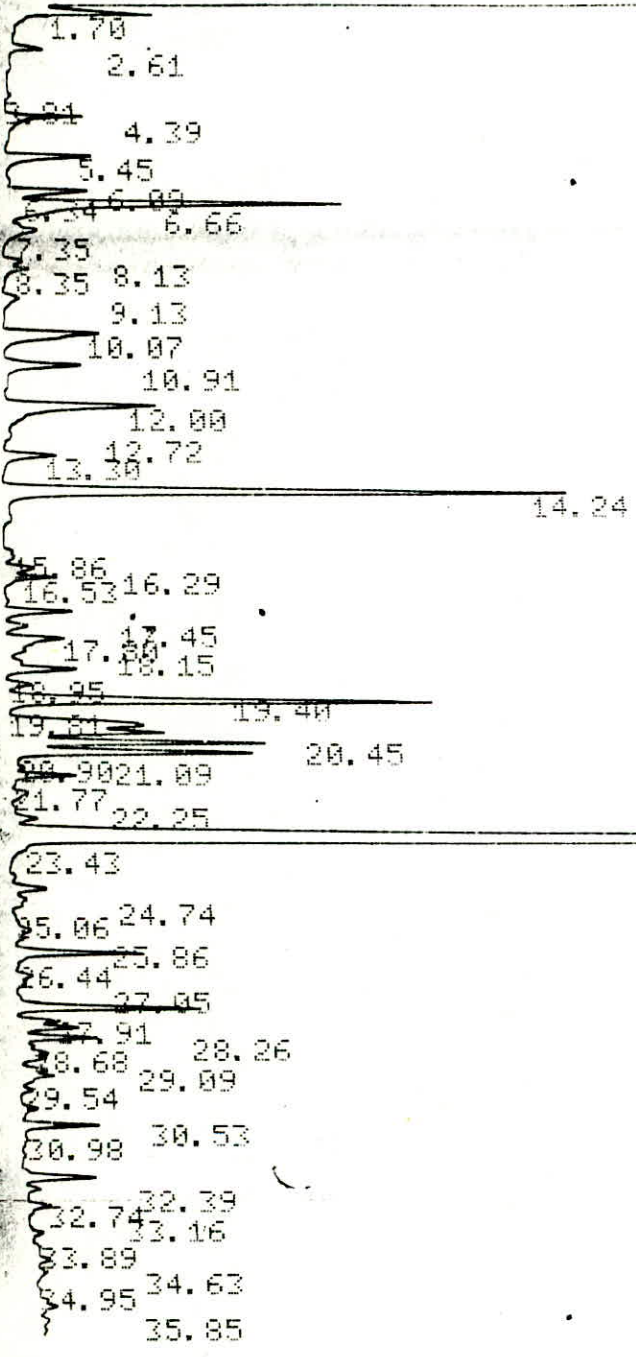
ANEXE 2

=====
#####

CHROMATOGRAMME DE L'ABSOLUE OBTENU
#####

POUR L'EPUISEMENT TOTAL DE LA MATIERE
#####

VEGETALE.
#####



Lab solus extract
 pure Ra
 Fraction (26-40°C)

.17

1.71

1.25

2.61

3.78

4.39

5.46

~~5.00~~

7.35

~~6.24~~ 6.66

8.15 8.35

9.13

~~9.05~~

10.92

12.00

13.30

~~11.96~~

14.24

~~15.56~~ 15.62

~~16.56~~ 16.33

17.48

~~17.85~~ 18.20

~~18.52~~ 19.01

19.85

~~19.41~~ 19.85

~~20.19~~ 20.43

~~22.28~~ 21.81

22.95

23.48

24.77 24.45

~~25.00~~ 25.06

~~26.40~~ 26.10

~~27.30~~ 27.08

~~28.20~~ 27.94

~~28.70~~ 28.45

~~29.50~~ 29.11

~~30.10~~ 29.72

~~31.00~~ 30.59

~~31.65~~ 31.05

~~32.73~~ 32.44

~~33.93~~ 33.21

~~34.68~~ 34.58

~~35.49~~ 34.98

~~36.31~~ 35.93

~~37.27~~ 36.89

~~38.12~~ 37.67

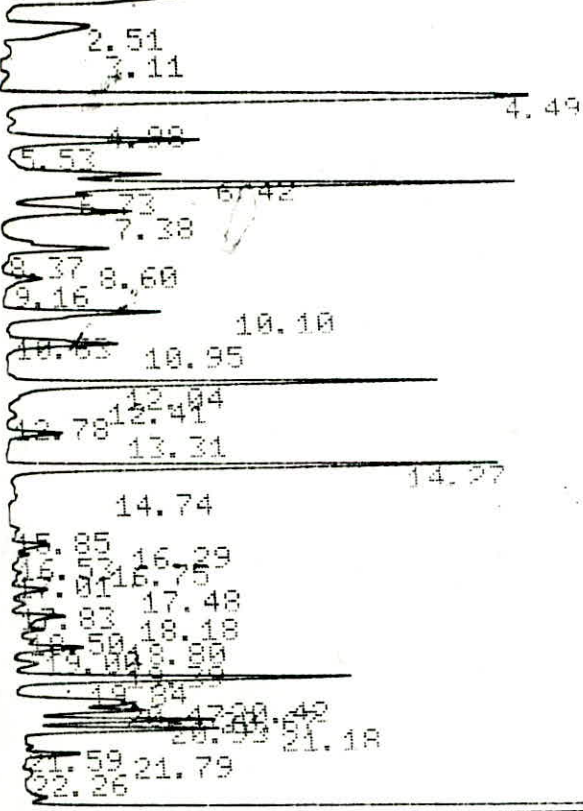
~~39.22~~ 38.93

39.62

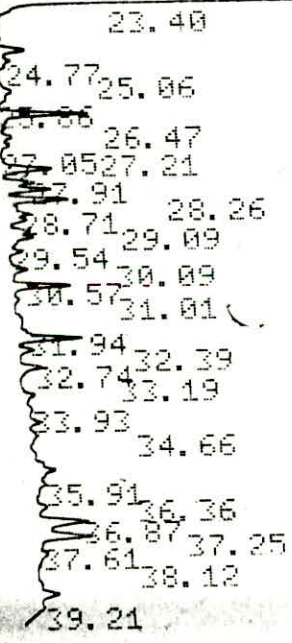
Fraction (26-45°C)

area Ia

Lipid solus extract



Lipidolus extract
avec la
Fraction (26-50°C)



1.37 1.05
 2.32
 4.12
 5.17
 6.09
 6.41
 6.08
 7.91
 8.93
 10.01 9.89
 10.75
 11.88
 12.28
 13.17
 14.14
 14.81
 15.77
 16.46 16.20
 17.75 17.39
 18.44 18.10
 18.93 18.73
 19.79
 20.39
 21.72 21.55 21.13 20.88
 22.22
 22.89
 23.45
 24.41 24.23
 25.01 25.17
 26.44
 27.05
 27.88
 28.26 28.39
 29.15 29.06
 29.85 29.51
 30.98 30.53
 31.91
 32.39 32.69
 33.17
 33.89
 34.63 34.98
 35.88
 36.84
 37.25 37.61
 38.09
 39.17

Lab solvent extract
area la
Fraction (26-55)

1.59 1.61

1.26

2.27 53

3.75

4.27

5.44 80

6.66

7.33

8.33

9.11

10.92

12.03

13.30

14.27

15.87

16.73

17.49

18.49

19.82

19.89

21.84

23.46

24.81 25.09

26.50

27.24

28.29

29.13

29.57

30.60

31.85

32.45

33.22

34.31

35.01

35.94

36.42

37.32

37.67

38.15

39.24

L'absolu extrait
avec la
Fraction (45-55°C)

1.54

1.19

2.249
3.01

1.39

5.45

6.36
6.50

7.36

8.34
8.57

10.09

10.68
10.82

12.04

12.79

14.31

14.95

15.89
16.38

16.58

17.04
17.51

18.02
18.21

18.92
19.05

19.92

21.00
21.12

21.86
21.95

22.32

23.53

25.16
24.84

25.93

26.53

27.11

27.97

28.33

28.77
29.16

29.61
30.15

30.62
31.08

32.49

33.25

33.99
34.31

34.73
35.05

35.94
36.33

36.93
37.32

37.70
38.18

39.27

Fraction (26-60)

one lb

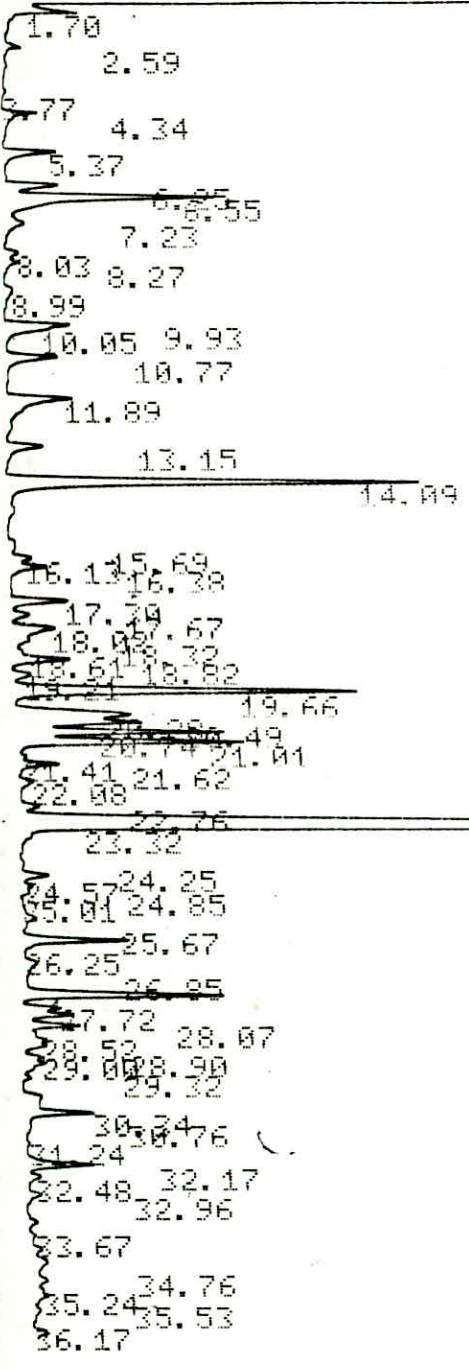
l'absolu extrait

		1.59	1.82
3.52	2.28		
3.74	3.01		
4.92		4.38	
	5.45		
5.15	5.34		
5.50	5.84		
6.15	7.35		
6.15	8.34		
9.13			
10.21	10.09		
10.95	11.61		
12.04	11.48		
12.32	12.76		
15.01		14.29	
16.34	15.89		
17.05	16.56		
17.87	17.52		
18.74	18.52		
19.94	19.04		
	19.90		
20.98	21.24		
21.96	21.86		
22.33			
23.01			
		23.60	23.54
24.52	24.85		
25.11	25.94		
	26.54		
27.33	27.13		
	27.97		
28.48	28.49		
28.77	29.16		
29.61	30.12		
30.82	31.08		
31.86			
32.77	32.49		
	33.25		
34.00	34.29		
34.73	35.05		
35.97	36.33		
36.93	37.33		
37.72	38.18		
38.90	39.29		

Liésoles trait
avec la
Fraction (40-60°C)

		1.50	
2.69	22.485		
	2.98		
4.89		4.78	
	5.44		
6.44	5.87		
7.33			
8.55	8.33		
	9.11		
10.59	10.09		
	10.81		
	11.40		
12.02			
13.32	12.76		
		14.29	
14.95			
15.85	15.87		
16.55	16.32		
17.50	17.04		
18.21	17.85		
19.83	18.55		
	19.04		
	19.89		
21.65	21.85		
22.32	22.47		
			23.58
25.53	24.85		
25.10	25.27		
	26.53		
27.10	27.34		
	28.30		
	28.45		
	29.01		
	29.13		
30.63	31.08		
	32.49		
32.76	33.25		
33.99	34.31		
34.72	35.03		
35.96	36.31		
36.93	37.33		
37.70	38.18		
39.01	39.27		
39.57			

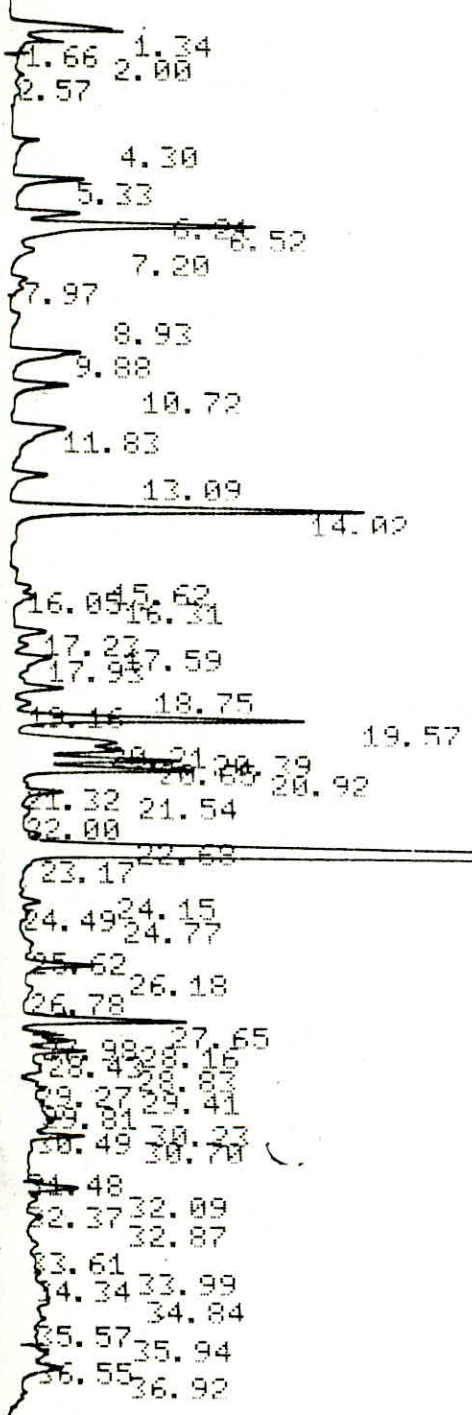
Lihsolus extract
one ka
Fraction (40-70%)



Lab solus extract
avec la
Fraction (45 - 70°C)

1.38 1.69 38
 2.58 2.97
 4.34
 5.35
 6.25 6.55
 7.22
 8.25 8.01
 9.00
 9.91 10.03
 10.76
 11.86
 13.13
 14.07
 15.81 16.11
 16.35 17.27
 17.63 17.97
 18.78 19.63
 19.20
 20.23
 20.71
 21.58 21.37
 22.05
 22.71 23.24
 24.21 24.53
 24.82 25.64
 25.89 26.23
 26.82
 27.69
 28.20
 28.47 28.85
 29.46 29.83
 30.31 30.76
 31.09 32.14
 32.43 32.93
 33.64
 34.69
 35.14 35.46
 36.58 38.97

Absolute extract
 mac
 la
 Fraction (50 - 70%)



La fraction
(26 - 84°C)
La solution extrait avec

Lab solus extract

one
do

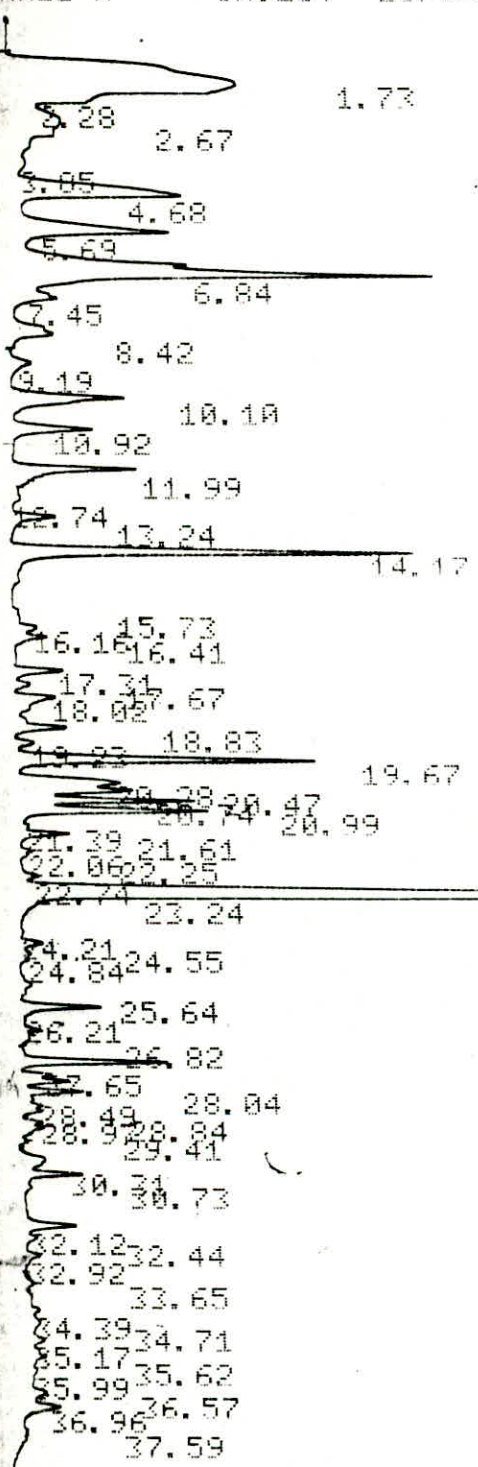
Fraction (40-84°C)

1.67 1.42
2.33
3.71
4.53
5.23 5.46
6.02 6.63
7.49 8.31
9.05 10.01
11.17
12.00
13.86 14.10
14.97 15.33
15.67 16.42
16.31 17.21
17.85 17.99
18.25 18.50
19.13 19.57
20.24 20.65
22.01
23.67 23.11
25.45 25.09
25.80 25.61
26.87 26.40
28.13 27.73
29.51
30.30 31.03
31.75
33.00
33.94 34.32

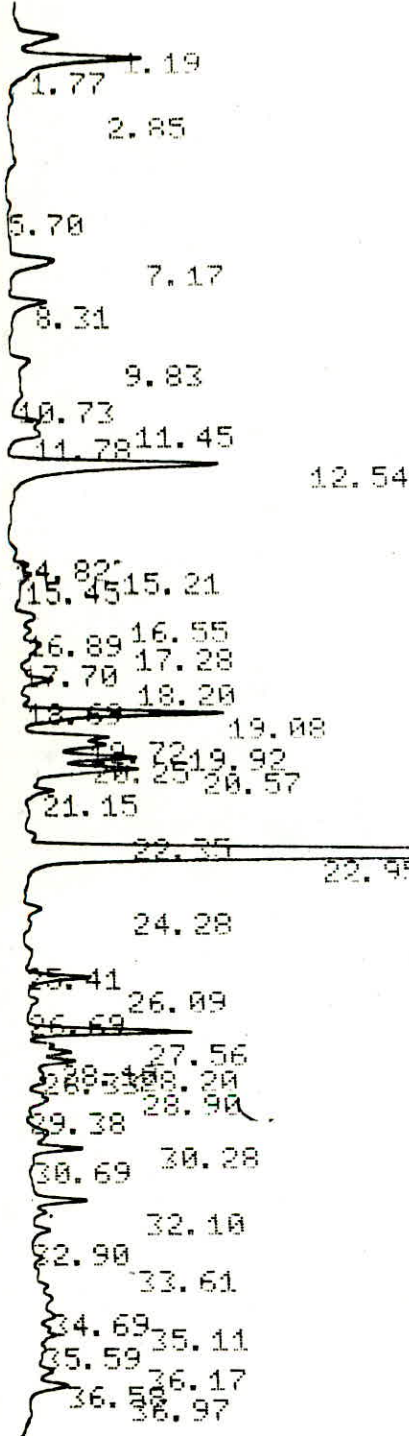
1000 999
 1.76 1.44
 2.63
 4.37
 5.38
 6.56
 7.23
 8.26 8.01
 8.97
 9.91 10.03
 10.75
 11.85
 13.10
 14.05
 15.79 16.08
 16.33
 17.60 17.24
 17.95
 18.76
 19.60
 20.31
 20.58
 21.56 21.34
 22.02
 22.69
 23.19
 24.18 24.49
 24.79
 25.61
 26.20
 26.81
 27.62
 27.42
 28.84 28.93
 29.38
 30.73 30.31
 31.21
 32.10
 32.90
 33.61
 34.34
 35.14 35.56
 36.55
 36.93
 37.57

Libsolvie extrait
avec la
Fraction (55-84°C)

CHANNEL A INJECT 20/05/91 11:33:33



Fraction (60-84°C)
over to
absolute extract



Lihsalua extract
over
Lea
Fraction (70-84)

