

وزارة التعليم العالي
Ministère de l'Enseignement Supérieur

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département : Génie Chimique

مكتبة الوثائق المتعددة اللغويات
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Mémoire de Fin d'Etudes

THEME

*Influence du mode d'extraction
sur le rendement et la
composition des essences du
bois de cèdre de l'Atlas Algérien*

Proposé par :

Mme Derriche R.

Etudié par :

Mlle Daboun Y.

Dirigé par :

Mme Derriche

وزارة التعليم العالي
Ministère de l'Enseignement Supérieur

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département : Génie Chimique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Mémoire de Fin d'Etudes

THEME

*Influence du mode d'extraction
sur le rendement et la
composition des essences du
bois de cèdre de l'Atlas Algérien*

Proposé par :

Mme Dezzièche R.

Etudié par :

Mlle Dahoun Y.

Dirigé par :

Mme Dezzièche

= DEDICACES =

A ma tres chère mere .

A la mémoire de mon père .

A mon frère .

A mes sœurs .

A tous ceux qui me sont chers.

Amine

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
DÉPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

Élève Ingénieur : M^{lle} Y. DAHOUN
Promoteur : M^{me} R. DERRICHE

وزارة التعليم العالي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
دائرة الهندسة الكيماوية
التلميذ المهندس : الأناثة دحون
الموجه: السيدة دريش

المخلصي :

يستهدف هذا البحث دراسة نوعية وكمية مخالغ
شجرة الأرز محمد عليها بواسطة الجربخار الماء
والخلع ببعلى السيول
من تحليل الزيوت الأسامية تم بواسطة كورمانوغرافيه

RESUME :

Le présent travail consiste en une étude quantitative et qualitative des essences de bois de cèdre de l'Atlas obtenues par divers modes d'extraction à savoir l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodistillation et l'extraction par solvants volatils .
L'analyse des extraits obtenus a été faite par chromatographie en phase gazeuse .

ABSTRACT :

This work is a quantitative and a qualitative study of the essential oil of the Atlas cedar several ways of extraction. That is to say : steam distillation, hydrodistillation and extraction using volatiles solvents.
The analysis of the extracted components has been done by gas chromatography .

= MEMBRES DU JURY =

PRESIDENT : M^r BELABBES

Professeur à l'ENP

EXAMINATEURS: M^{me} DJELLAS

Chargée de cours à l'ENP

M^r BENYOUSSEF

Maitre assistant à l'ENP

M^{me} DERRICHE

Chargée de cours à l'ENP

— REMERCIEMENTS —

C'est avec une émotion pathétique que j'adresse mes chaleureux remerciements à Madame DERRICHE pour son aide si précieuse, ses encouragements et ses conseils bénéfiques prodigués .

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

Mes remerciements vont à :

- Madame DJELLAS .
- MONSIEUR BENYOUSSEF .

pour avoir accepté de participer à la critique de ce travail par leur présence au jury .

Je tiens à remercier vivement mon amie BEDDEK MADIA pour son soutien moral, ses encouragements son aide et ses conseils.

Que l'équipe du laboratoire C₁ trouve ici mes remerciements sincères, en particulier Monsieur BENYOUSSEF pour son aide et ses critiques constructives .

Ma reconnaissance va également à mes camarades pour leur soutien moral .

Je ne saurais oublier de remercier la famille DEKHLI pour sa gentillesse et sa sympathie .

= SOMMAIRE =

INTRODUCTION

1

PARTIE THEORIQUE

I- MATIERE PREMIERE VEGETALE : LE CEDRE

I-1- INTRODUCTION	2
I-2- CARACTERISTIQUES BOTANIQUES	2
I-3- USAGE DU BOIS DE CEDRE	5
I-4- LOCALISATION DE L'HUILE ESSENTIELLE DANS LE CEDRE	6

II- EXTRACTION

II-1- INTRODUCTION	7
II-2- PROCEDES D'EXTRACTION	7
II-2-1- Expression	8
II-2-2- Extraction par solvants fixes	8
II-2-2-1- Enfleurage	8
II-2-2-2- Maceration	9
II-2-3- Distillation	9
II-2-3-1- Distillation à l'eau	10
II-2-3-2- Entraînement à la vapeur d'eau	10
II-2-3-3- Distillation mixte	11
II-2-4- Extraction par solvants volatils	11
II-2-5- Extraction au CO ₂	17
II-2-6- Extraction au Forane 113	18

III- CONTRIBUTION A LA CONNAISSANCE DE L'HUILE

ESSENTIELLE DE CEDRE

III-1- GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES	19
III-2- HUILES ESSENTIELLES DU BOIS DE CEDRE	22
III-2-1- Introduction	22
III-2-2- Travaux anterieurs	22
III-2-2-1- Propriétés physico-chimiques	23
III-2-2-2- Composition chimique	25
III-3- METHODES D'ANALYSE DES HUILES ESSENTIELLES	27

PARTIE EXPERIMENTALE

<u>INTRODUCTION</u>	30
---------------------	----

I- DISTILLATION

I-1- ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU	32
I-1-1- Description de l'appareil d'extraction	32
I-1-2- Protocole opératoire	34
I-1-3- Récupération des huiles essentielles	35
I-1-4- Résultats	36
I-2- HYDRODISTILLATION	38

II- EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS

Introduction	40
II-1- Extraction par l'ether diethylique	40
II-1-1- Appareillage	40
II-1-2- Protocole opératoire	41
II-1-2-1- Caractéristiques du solvant	41
II-1-2-2- Extraction	41
II-1-2-3- Récupération du solvant	41
II-1-3- Résultats et discussions	42
II-2- EXTRACTION PAR LE DICHLOROMETHANE	43

II-3- EXTRACTION PAR LE n HEXANE	44
II-3-1- Appareillage	44
II-3-2- Purification du solvant	45
II-3-3- Récupération du solvant	45
II-3-4- Optimisation des temps de lavage	46
II-3-5- Comparaison des résultats obtenus	48
II-3-6- Extraction a partir de la matière végétale ayant subi l'entraînement à la vapeur d'eau	49
<u>III- RECUPERATION DES ENTRAINABLES A LA VAPEUR D'EAU</u>	49
<u>IV- ANALYSE DES ESSENCES OBTENUES</u>	
IV-1- Evaluation des propriétés physico-chimiques	53
IV-2- Analyse des essences du bois de cèdre par chromatographie en phase gazeuse	57
<u>CONCLUSION</u>	65
<u>ANNEXES</u>	
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	

= SIGNIFICATION DES MOTS =

Il nous apparait souhaitable de définir avec précision certains termes que l'on retrouvera dans l'exposé :

- Antiseptique* : prévient ou arrête les infections .
- Balsamique* : qui a les propriétés du baume .
- Dextrogyre* : qui fait tourner à droite le plan de polarisation de la lumière .
- Diurétique* : favorise l'excretion urinaire .
- Endogène* : se trouvant à l'intérieur des organes du végétal .
- Lévogyre* : qui fait tourner à gauche le plan de polarisation de la lumière .
- Xérophile* : se dit d'une plante adaptée aux climats secs.

— LISTE DES TABLEAUX —

- TABLEAU I : Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles et des concrètes des différents types de bois de cèdre
- TABLEAU II: Teneur des principaux constituants de l'huile essentielle de cèdre .
- TABLEAU III: Rendement en huile essentielle du bois de cèdre obtenue par entraînement à la vapeur d'eau .
- TABLEAU IV: Rendement en huile essentielle du bois de cèdre obtenue par hydrodistillation .
- TABLEAU V : Rendement en concrètes obtenues au moyen de l'ether diéthylique .
- TABLEAU VI: Rendement en concrète obtenue par le dichloromethane
- TABLEAU VII: Optimisation des temps de lavage.
- TABLEAU VIII: Pourcentage de récupération en concrète après lavage .
- TABLEAU IX: Rendement en essence du bois de cèdre obtenue par diverses méthodes d'extraction (%).
- TABLEAU X : Extraction par solvant de la matière ayant subi l'entraînement à la vapeur d'eau .
- TABLEAU XI: Rendement des entraînés à la vapeur d'eau des différents extraits .
- TABLEAU XII: Influence des propriétés physico-chimiques en fonction du mode d'obtention de l'essence du bois de cèdre .
- TABLEAU XIII: Composition en constituants des essences du bois cèdre .

TABLEAU XIV: Masses des constituants majoritaires
du bois de cèdre .

TABLEAU XV : Teneur relative des constituants majoritaires des
extraits après lavage .

TABLEAU XVI : Composition relative des constituants
majoritaires des extraits à l'hexane .

= LISTE DES FIGURES =

- FIGURE 1 : Schéma de l'appareil distillatoire .
- FIGURE 2 : Schéma du jerrican en verre .
- FIGURE 3 : Montage de la distillation atmosphérique .
- FIGURE 4 : Schéma de l'appareil d'extraction par solvants
- FIGURE 5 : Schéma du rotavapeur .
- FIGURE 6 : Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau.
- FIGURE 7 : Schéma de l'appareil de Dean et Stark .

INTRODUCTION

A l'aube de l'humanité, l'homme cueillait très certainement des fleurs pour conserver avec lui les parfums qu'il trouvait dans la nature et qu'il jugeait agréables .

L'origine des parfums est à base d'huiles essentielles qui se définissent comme étant des mélanges complexes de divers composés organiques contenus dans les tissus végétaux .

Ainsi, afin de valoriser des ressources végétales nous isolons leurs huiles essentielles dont l'importance économique est considérable, tant il est vrai qu'en plus de leurs utilisations dans les cosmétiques et les parfums, elles trouvent des applications dans les domaines des industries alimentaires et pharmaceutiques .

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

Dans cette perspective, nous avons entrepris l'extraction et l'étude analytique des essences du bois de cèdre de l'Atlas Algérien .

En effet, notre étude tentera d'approcher l'influence des deux procédés, les plus largement utilisés à savoir la distillation et l'extraction par solvants volatils sur le rendement et la composition de l'essence du bois de cèdre, de sorte que la première partie traitera l'entraînement à la vapeur

d'eau puis l'hydrodistillation, la seconde s'intéressera au processus d'extraction par solvants volatils (le n-hexane, l'éther diéthylique et le dichlorométhane).

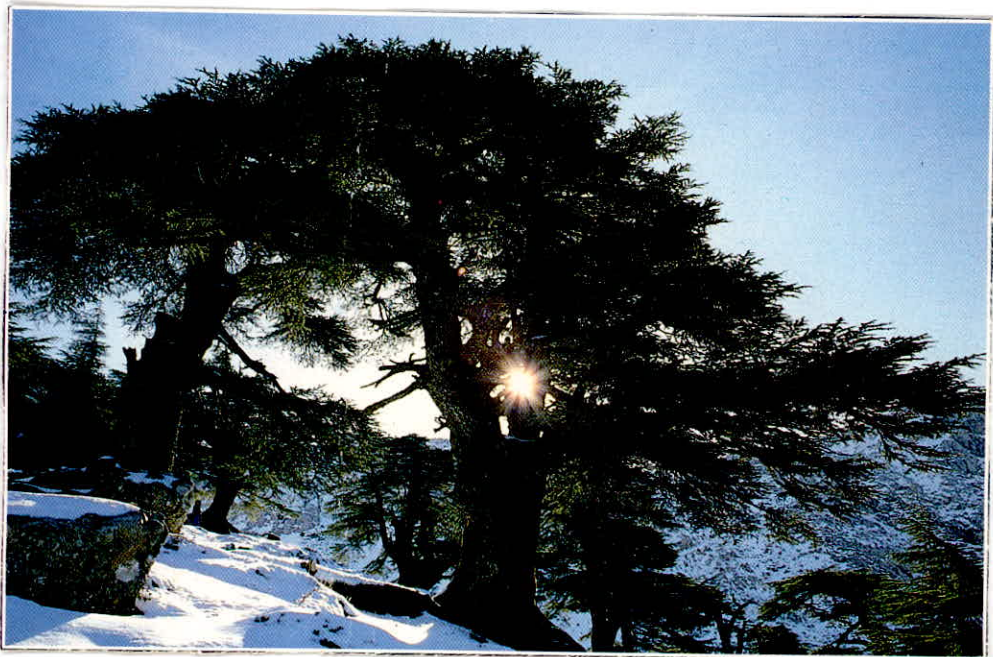
Enfin, pour une meilleure valorisation du bois, une extraction par le n-hexane à partir de la matière végétale ayant déjà subi l'entraînement à la vapeur d'eau sera effectuée et ce dans le but d'extraire les éléments non volatils présents encore dans le bois .

La qualité des essences extraites sera évaluée en mesurant d'une part leurs propriétés physico-chimiques et d'autre part, en procédant à l'analyse de leurs constituants majeurs par chromatographie en phase gazeuse .

**PARTIE
THEORIQUE**

« I »

MATIERE PREMIERE VEGETALE :



LE CEDRE

I-1- INTRODUCTION :

La qualité et la valeur commerciale d'une huile essentielle dépendent de nombreux facteurs qui ont une incidence, non seulement sur la composition mais aussi sur le rendement. Ces facteurs sont liés à :

- l'espèce botanique : origine de la plante, son âge,...
- conditions climatiques et géologiques : nature du sol, situation géographique, ensoleillement, pluviosité et hygrométrie .
- l'extraction : mécanique, hydrodistillation ou par solvant .

Il est donc indispensable, avant de procéder à l'extraction, de bien connaître l'origine et la définition botanique de la plante .

I-2- CARACTERISTIQUES BOTANIQUES:

Cèdre... ce nom seul fait rêver les uns qui ont un jardin et aussi les autres qui n'en ont pas !

Le *cèdre* est un arbre *résineux* de première grandeur. Les feuilles ; des aiguilles légèrement piquantes, sont isolées sur les longues pousses de croissance et groupées en rosette sur les rameaux courts. Les cônes, assez arrondis, se remarquent surtout en été lorsque avant de mûrir, ils revêtent de tendres nuances de vert [1].

Ce genre ne comprend que quatre espèces habitant les montagnes de la région méditerranéenne et l'Himalaya occidentale à savoir :- Cédrus Atlantica Manetti : en Afrique du Nord;

- Cédrus Libani Barrel: au proche orient notamment rencontré en Turquie, Syrie et au Liban ;
- Cédrus Brevifolia Dodé : à Chypre;
- Cédrus Deodora Loudon : dans l'Himalaya. [2].

Afin d'avoir une idée sur la description botanique du cèdre, nous avons jugé utile de présenter brièvement les quatres espèces précitées :

I-2-1 CEDRUS LIBANI [3,4] :

Cette espèce est bien connue du grand public par les nombreuses descriptions qui ont été faites des vestiges de forêts .

Le cèdre de Liban a des feuilles aiguës atteignant 3 à 3,5 centimètres et ses cônes sont assez gros (8 à 10 centimètres) .

I-2-1 CEDRUS BREVIFOLIA :

Il vit naturellement dans les montagnes de l'île de Chypre. Il n'est également qu'une variété du précédent. Il s'en distingue cependant par des dimensions plus faibles dans toutes ses parties et par une croissance plus lente. Il est rarement cultivé .

I-2-3 CEDRUS DEODORA :

Très grand arbre, remarquable par ses feuilles longues de 3,5 à 5 centimètres, ses cônes sont assez gros (7 à 12 centimètres), souvent violacés avant maturité. Il vit librement dans d'immenses forêts. Ce cèdre va bien partout où il se fait pas trop froid, avec toutefois, une préférence pour le Sud-Est, Ouest français et la région des grands lacs italiens .

I-2-4 CEDRUS ATLANTICA MANETTI :

Le cèdre de l'Atlas est un arbre essentiellement montagnard de première grandeur, il peut atteindre 40 et même 60 mètres de hauteur [5].

Le tronc est droit à écorce écailleuse et de couleur grisâtre. Les feuilles sont groupées au sommet de courts rameaux en petits bouquets de 10 à 30 aiguilles ayant un à deux centimètres de long et vivent généralement trois ans .

On écrit partout, et on a raison de le faire, que le cèdre de l'Atlas est *xérophile*, qu'il est très bien adapté à la sécheresse, mais il ne faut pas prétendre qu'il n'aime pas une humidité atmosphérique simplement moyenne : c'est l'excès de cette humidité qu'il craint. Les sols meubles, caillouteux profonds et perméables lui sont les plus favorables .

Le cèdre de l'Atlas se trouve à l'état naturel dans deux pays du maghreb : l'Algérie et le Maroc, cependant il est absent en Tunisie.

Le Maroc par rapport à l'Algérie, en possède la plus grande superficie 116.000 hectares des 145.000 hectares de la surface totale pour les deux pays. [6].

En Algérie le cèdre de l'Atlas se trouve à l'état isolé sur les sommets des montagnes telles que les Aurès, l'Atlas Blidien, le Djurdjura et Theniet-El-Haad couvrant une superficie de 29.000 hectares répartie comme suit :

- Aurès : 25.000 hectares .
- Djurdjura et Babors : 2.000 hectares.
- Chréa et Theniet-El-Haad: 2000 hectares. [7]

Le point commun de toutes les cédraies algériennes est l'altitude, en effet dans tous les endroits où on le trouve, le cèdre commence à apparaître vers 1300-1400 mètres.

A Chréa, on le trouve à l'état naturel entre 1200 et 1600 mètres d'altitude avec une surface terrière moyenne de 26,25 mètres carrés par hectare et un volume sur pied moyen de 318,34 mètres cubes par hectare. [8].

I-3- USAGE DU BOIS DE CEDRE :

A l'instar des autres essences forestières du pays, le cèdre de l'Atlas est une richesse naturelle non négligeable .

Il constitue une des belles curiosités naturelles de l'Algérie .

Le cèdre par ses qualités diverses est considéré comme un excellent bois d'oeuvre (par excellence le meilleur bois d'oeuvre en Afrique du Nord). Grâce à son imputréxibilité, due à l'essence qui l'imprègne, le bois de cèdre peut durer plusieurs siècles.[6].

L'usage du bois de cèdre est multiple, il est d'autant meilleur pour la construction des armoires que son odeur aromatique et son amarure qui se communiquent à tout ce qu'on y renferme empêchent les insectes de ne jamais y déposer leurs oeufs. Aussi un certain nombre de produits sont tirés du bois de cèdre tels que les goudrons et une essence employée en pharmacie et en parfumerie.[9].

I-4- LOCALISATION DE L'HUILE ESSENTIELLE DANS LE CEDRE :

Les espèces végétales de la famille du cèdre possèdent des canaux contenant l'huile essentielle dont les parois sont formées de cellules à sécrétion. Ces canaux sont entourés d'une couche de cellules mortes, lesquelles évitent leur aplatissement.

Dans les racines et le tronc cette couche est mince mais dure. Les canaux forment un réseau infini dans le tronc et dans les racines; tandis que dans les feuilles (aiguilles) ils ne sont pas nombreux et sont disposés sur la longueur de la feuille.[10]

« II »

EXTRACTION

II-1- INTRODUCTION :

Nous ne possédons aucun témoignage sur l'invention du premier procédé d'élaboration du parfum: c'est un sort commun à tous les procédés techniques qui sont à l'origine de notre civilisation. Les étapes de la création de l'industrie du parfum furent parcourues lentement. La première manipulation fut le fait des thérapeutes, ils utilisèrent les ressources immédiates de la nature, puis au fur et à mesure que l'expérience se développa, se dégagèrent l'industrie déjà profane des aromataires; ceux-ci établirent les premières formes et contribuèrent aux connaissances qui ont acheminé vers les techniques des parfumeurs, appliquées aux herbes et aux fleurs et qui se cantonneront sous un climat et sur un territoire favorables.[11].

Cependant, grâce à la chimie moderne, les méthodes d'extraction des principes odorants des matières végétales ont considérablement progressé. Selon les techniques utilisées, l'extraction permet d'obtenir des huiles essentielles, des concrètes, des absolues, des pommades, des résinoïdes ou des infusions.[12].

II-2- PROCÉDES D'EXTRACTION :

Nous allons considérer tour à tour les procédés d'extraction les plus utilisés à savoir :

- L'expression .
- L'extraction par solvant fixe (macération et enfleurage).
- La distillation .
- L'extraction par solvants volatils.

- L'extraction au dioxyde de carbone .
- L'extraction au Forane 113.

II-2-1- EXPRESSION [13] :

Ce procédé ne s'emploie que pour les écorces fraîches très riches en essence comme les écorces d'oranger et de citron .

La matière première est fortement pressée, à froid, dans des sacs solides, au moyen des presses hydrauliques ou bien à nu dans des presses spécialement aménagés .

Les essences ainsi extraites, renferment en même temps une certaine quantité d'eau dont il faut les débarasser, cette séparation se fait d'elle même jusqu'à un certain point par décantation .

II-2-2- EXTRACTION PAR SOLVANT FIXE :

Les solvants fixes utilisés sont principalement les matières grasses, l'extraction peut se faire soit à chaud par macération soit à froid par enfleurage, ce type d'extraction intéresse particulièrement les fleurs.

II-2-2-1- ENFLEURAGE : [12]

Il permet la récupération des produits odorants de certaines fleurs très fragiles et consiste en une extraction à froid par contact sans immersion en utilisant des corps gras.

Les fleurs sont délicatement déposées une à une sur des plaques de verre recouvertes de graisse.

La graisse est recueillie, ensuite fondue au bain-marie, décantée et enfin filtrée. Après refroidissement, une pommade qui restitue fidèlement l'odeur de la fleur est obtenue .

II-2-2-2- MACERATION : [13]

A l'inverse de l'enfleurage où l'extraction s'effectuait à température ambiante, la macération utilise les mêmes graisses mais à chaud, ce qui a pour effet d'augmenter leur pouvoir absorbant .

En effet les fleurs à épuiser sont introduites dans la matière grasse fondue vers 50-70°C, puis on remue constamment. On laisse en contact 12 à 48 heures. La pommade est décantée de l'eau de végétation apportée par les fleurs. Les fleurs épuisées, imprégnées de matière grasse sont passées à la presse ou traitées par un dissolvant volatil .

II-2-3- DISTILLATION :

La distillation est un processus de séparation des constituants d'un mélange qui est basé sur la différence de leur volatilité ou de leur tension de vapeur .

La distillation à la vapeur est une technique dans laquelle la vapeur d'eau est en contact avec le mélange à distiller.[14].

Il est communément assuré que la vapeur pénètre les tissus de la plante et vaporise toutes les substances volatiles .

Une terminologie a été développée, pour distinguer trois types de distillation :

- Hydrodistillation ou distillation à l'eau .

- Entraînement à la vapeur d'eau .
- Distillation mixte: hydrodistillation couplée à l'entraînement à la vapeur d'eau .[15].

II-2-3-1- DISTILLATION A L'EAU :[16]

La matière végétale à distiller est en contact direct avec l'eau bouillante. Elle peut flotter sur l'eau ou être complètement immergée selon sa densité et la quantité à traiter. La vapeur formée au sein de l'eau bouillante entraîne les constituants de l'huile essentielle.

II-2-3-2- ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU :

Elaboré par le médecin et philosophe Avicenne (980-1037),[16], l'entraînement à la vapeur d'eau est un procédé industriel basé sur le fait que la plupart des composés odorants contenus dans les végétaux sont susceptibles d'être entraînés par la vapeur d'eau du fait de leur point d'ébullition relativement bas, pour ce faire, la plante ou organe de la plante est déposé sur une grille placée à une certaine distance du fond de l'appareil distillatoire. Le volume ainsi délimité est exempt d'eau. Traversant la matière végétale, la vapeur d'eau produite par un générateur de vapeur, entraîne les principes volatils qui sont, après condensation, séparés du distillat par décantation.[17] .

II-2-3-3- DISTILLATION MIXTE [16]:

Dans ce cas de distillation, la matière végétale n'est pas en contact direct avec l'eau de l'appareil distillatoire mais plutôt avec de la vapeur, cette dernière produite par une génératrice externe traverse l'eau afin de la chauffer et arrive au niveau de la charge .

Cependant un certain nombre d'inconvénients sont liés à cette technique d'extraction. En effet :

- la perte d'éléments volatils est importante au niveau du décanteur fonctionnant à l'air libre;
- les constituants hydrosolubles qui sont présents en quantité très importante dans les essences ne sont récupérables que par extraction des condensats grâce à un solvant organique ;
- la haute température de fonctionnement comprise entre 100 et 120°C entraînent, en plus des phénomènes d'hydrolyse, la destruction d'un grand nombre de produits, la modification de beaucoup d'autres et la production de nombreuses artefactes qui finissent par être considérées comme des constituants standards des huiles essentielles.[18].

II-2-4- EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS :

C'est le procédé d'usage pour l'extraction des concrètes, résinoïdes et absolues. Il consiste à épuiser la matière végétale au moyen d'un solvant, dans la plupart des cas à la température ambiante . Le solvant chargé, appelé miscilla est ensuite récupéré par distillation .

Les concrètes, produites de l'extraction, sont obtenues au moyen de solvants organiques tels que l'hexane, le benzène, l'éther de pétrole...Autres que les substances aromatiques, celles-ci contiennent également de la cire et des colorants naturels c'est pourquoi que dans la plupart des cas, elles subissent plusieurs lavages à l'alcool (95 %) et à basses températures afin d'éliminer la cire et se transforment ainsi en absolues.[19].

**II-2-4-1- FACTEURS A CONSIDERER POUR LA MISE EN OEUVRE
DE L'EXTRACTION DES CONCRETES**

Plusieurs facteurs influençant l'extraction par solvant doivent être pris en considération pour la mise en oeuvre du procédé.[20]. Parmi les plus importants concernant la production de la concrète figure :

a) La nature de la matière première :[21]

La composition de la matière végétale peut varier en fonction du lieu et de la période de végétation, les récoltes, le stockage et, de ce fait, un certain nombre de mesures doit être envisagé pour assurer la qualité constante de l'extrait.

b) La nature du solvant :

De toute évidence, le solvant doit extraire aisément l'ensemble des constituants odorants (selectivité, pénétration cellulaire) il doit être chimiquement inerte à l'égard du parfum et de l'appareillage, être peu altérable et ne renferme qu'un minimum d'impuretés nuisibles. Il serait en outre souhaitable qu'il soit ininflammable et ne soit pas toxique.[22].

Aussi, l'usage du solvant doit être économique et on est de ce fait conduit à considérer son prix d'achat, le coût de la distillation, les pertes en particulier au sujet du traitement des végétaux dans lequel on utilise une forte proportion de solvant compte tenu du rendement en extrait .

En fait, il n'existe pas de solvant avec lequel toute ces exigences soient satisfaites, aussi le choix du solvant repose t-il sur la considération d'avantages d'importance majeure et sur l'empirisme. Cependant, on peut perfectionner la récupération du solvant, sélectionner des matériaux d'appareillages inertes, éliminer les impuretés nuisibles, améliorer la sécurité vis à vis des dangers d'incendie, d'explosion, d'intoxication.[11].

c) La durée de l'extraction :[23]

Etant donné que le solvant est en mesure d'extraire non seulement le produit désiré mais aussi des matières étrangères, il convient d'arrêter l'extraction à un moment donné pour obtenir un produit de meilleure qualité.

La durée de l'extraction à envisager est alors un compromis entre le rendement et la qualité de l'huile.

d) La température :

La température élevée 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 souvent indésirables.

e) Le degré de division de la matière végétale :

Il est généralement admis que le transfert de la matière à extraire est favorisée lorsque la surface d'échange entre le solvant et le végétal est grande; et dans le cas de l'extraction solide-liquide, la division, voire le broyage du solide est d'usage.[24].

Cependant, pour l'extraction des concrètes, il est important 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 (cas de cèdre). Par contre pour les végétaux à dépôts *exogènes*, un découpage très fin ou broyage sont à éviter car ils provoquent la perte de l'huile essentielle.[10].

f) L'hydromodule [23]

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

g) Les extractions successives (lavages)[25]

Après un premier contact entre la matière végétale et le solvant pendant un temps parfois limité, ce dernier n'arrive pas à extraire la totalité des produits aromatiques et, d'autre part, une partie de la miscella (solvant chargé) est retenue par la matière végétale. Pour remédier à ceci, la matière végétale est traitée à nouveau par le solvant frais .

II-2-4-2 MECANISME DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT DES PLANTES

L'extraction des matières végétales par solvant pour obtenir des produits aromatiques est un processus assez complexe, basé sur le phénomène du transfert de matière.

Dans une forme simplifiée, ce processus peut être résumé en trois étapes :

- pénétration du solvant dans le tissu végétal;
- dissolution des substances s'y trouvant;
- transfert de la matière extraite de la surface du végétal vers le solvant non saturé.[20]

En étudiant en détail l'extraction par solvant des matières oléagineuses, Angeledis & Coll [26] décrivent le mécanisme de l'extraction comme suit :

- La première phase comprend la dissolution de l'huile située à la surface et son voisinage immédiat par le solvant.

- La seconde phase est contrôlée pour la diffusion de l'huile de l'intérieur des pores, lesquels entre temps ont été remplis par le solvant. Pendant cette phase la vitesse d'entrée du solvant dans les pores est plus grande que la vitesse de diffusion et la quantité de l'huile extraite dépend de cette dernière .

- La troisième phase consiste en un écoulement du solvant contenu dans les espaces vides restant des pores capillaires. Leurs dimensions étant très petites, la vitesse d'écoulement est très lente et c'est elle qui contrôle la vitesse de cette phase et non la diffusion .

Ce mécanisme est parfaitement valable à notre avis pour l'extraction de la concrète à condition de tenir compte de l'endroit où sont situées les cellules sécrétrices de l'huile essentielle.

La préparation d'un extrait qui comporte le contact d'un végétal avec un solvant et la distillation du solvant parfumé donne toujours un résultat. Mais c'est la fin qui est délicate, la fin de l'élimination du solvant, le moment où il faut en séparer les dernières traces sans entraîner des composants du parfum et on sait bien que la perte des matières aromatiques les plus volatiles fait disparaître la finesse et la fraîcheur que le végétal frais était en mesure d'exprimer [27].

Pour contourner ces difficultés, un nouveau procédé d'extraction risque de s'imposer dans les années à venir, il s'agit de l'extraction au dioxyde de carbone (CO₂) dont le principe est résumé par le paragraphe suivant :

II-2-5 EXTRACTION AU DIOXYDE DE CARBONE (CO₂)

Le dioxyde de carbone possède une originalité qui lui donne une dimension particulière. Il est le seul qui soit considéré comme non toxique et dont les extraits naturels ne pourront pas être respectés de contenir des impuretés d'origine chimique.[27]

L'extraction au dioxyde de carbone peut s'effectuer de deux manières, soit au CO₂ liquide soit encore au CO₂ supercritique représentant un état intermédiaire entre l'état liquide et l'état gazeux dans des intervalles définis de pression et de température.

En effet, la première citée convient bien aux substances volatiles des matières végétales et produits naturels.[28,29]. Quant à la seconde, elle intéresse en particulier les composés de faible volatilité ou de stabilité thermique limitée .

II-2-6 EXTRACTION AU FORANE 113 [30]

Un autre procédé d'extraction a vu le jour ces dernières années, il s'agit de l'extraction mettant en oeuvre le 1.1.2 trichloro1.2.2 trifloroéthane ou Forane 113, l'emploi d'un tel solvant permet une valorisation multiple du substrat végétal et ce au moyen d'une séparation séquencée, sans dégradation des différents constituants d'une plante. En effet, la concrète produite donnera lieu d'une part à une extraction à l'éthanol vers l'obtention d'une absolue, d'autre part à une extraction par entraînement à la vapeur d'eau vers l'obtention d'une huile essentielle .

« III »

CONTRIBUTION A LA CONNAISSANCE
DE L'HUILE ESSENTIELLE
DE CEDRE

III-1- GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES :

L'arôme est l'odeur qui caractérise les corps volatils issue des aliments ou boissons au cours de leur dégustation. La flaveur est l'ensemble des sensations olfactives perçues pendant la consommation d'un produit.

Les parfums sont des produits chimiques volatils à la température ordinaire et possédant une odeur agréable.[31].

Une huile essentielle est définie comme étant une matière volatile dérivée par un processus physique d'une matière odorante .

Elle communique généralement la parfum (odeur, goût) de la plante d'origine .

Les huiles essentielles sont largement réparties dans le règne végétal, certaines familles en sont particulièrement riches (conifères, rutacées, myrtacées embillifères, labiées et composées) .

Elles peuvent se rencontrer dans tous les organes végétaux, les feuilles, les fleurs, les fruits, les tiges ou les racines . Dans une même plante, elles peuvent être présentées à la fois dans différents organes, la composition peut alors varier selon qu'elles sont extraites de l'un ou de l'autre organe.[32].

La connaissance d'une huile essentielle demande des informations concernant la matière végétale d'où elle provient, son mode d'élaboration, sa composition chimique et ses usages. Cette connaissance est hérissée de difficultés .

En effet, il arrive souvent que les huiles essentielles provenant d'une même partie de la plante accusent entre elles des différences notables dues à l'état de maturité, aux conditions climatiques ou encore à la nature du sol : même si ces conditions sont identiques, il est possible parfois d'obtenir des essences (ou huiles essentielles) de caractère différent si l'on apporte quelques modifications au mode d'obtention.[33].

Malgré leurs différences de constitution, les huiles essentielles possèdent en commun un certain nombre de propriétés physiques. En effet, ce sont généralement des liquides à température ambiante, leur volatilité les oppose aux huiles fixes, cette propriété engendre la caractéristique odorante et la possibilité de les obtenir par entraînement à la vapeur d'eau. Leur densité varie entre 0,8 et 1,2. Elles sont *déxtrygyres* et *lévogyres*, rarement inactives sur la lumière polarisée. Enfin, elles sont solubles dans l'alcool, l'éther, les huiles fixes et dans la plupart des solvants organiques, peu solubles dans l'eau à laquelle, elles communiquent leur odeur.[34].

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

On sait maintenant toutefois que ce sont des mélanges de nombreux composants appartenant en majeure partie à la série des *terpènes* (monoterpènes et sesquiterpènes). Toutefois les séries aliphatiques et aromatiques y sont également représentées par des aldéhydes, esters, alcools, acides et éthers. [35]. Notons que la nomenclature a pour base une unité terpenique en C_{10} , c'est ainsi que les monoterpènes ont pour formule brute $(C_5H_8)_2$, les sesquiterpènes $(C_5H_8)_3$ et les polyterpènes $(C_5H_8)_n$. [36].

Par leur richesse en terpènes et en phénols, ainsi qu'en alcools et en aldéhydes, les essences naturelles, depuis la découverte de leurs constituants ont toujours été considérées comme devant obligatoirement être douces de propriétés *antiséptiques*. En effet jusqu'en 1840 environ, leur fabrication était du domaine de la pharmacie, elle ressortit ensuite à celui de la chimie industrielle et peu à peu leurs propriétés physico-chimiques furent décrites. Depuis que cette industrie a pris un essor considérable, si le parfumeur recherche dans les huiles l'effet olfactif, le pharmacien met à profit leur action thérapeutique et les divers pharmacopées font largement mention de leurs emplois. [37].

Il convient enfin de mentionner que la conservation des huiles essentielles exige des flacons bien bouchés, leur maintien à l'abri de l'air et de la lumière (verres colorés). Il importe, en effet d'éviter leur oxydation, leur polymérisation, leur résinification que chacun a été à même d'observer lorsque ces précautions n'étaient pas respectées .

III-3 HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE .

III-2-1 INTRODUCTION .

L'essence de cèdre paraît avoir été préparée la première fois à Alger en 1899. Peu après la maison Gros et Chiris traitant dans son usine de Boufarik du bois de cèdre eut un rendement de 5% , M.E GRIMAL établit partiellement sa composition chimique en 1902 [38] .

Comme toutes les essences végétales, l'huile essentielle du bois de cèdre est très utilisée dans le domaine pharmaceutique et cosmétique .

Ces propriétés varient d'une espèce à une autre, c'est ainsi que l'essence du cèdre de l'Atlas est utilisée comme *antiseptique*, et *diurétique*, grâce à la propriété qu'elle possède de s'éliminer par les voies respiratoires et urinaires. Cette essence entre également dans la formule des champoings pour cheveux gras [39].

Enfin, et c'est dans son ensemble, tout à l'honneur de l'esprit scientifique, l'homme a toujours cherché à forger son opinion sur des chiffres, des résultats d'analyses objectifs. Sa base scientifique manqua longtemps pour expliquer l'action thérapeutique des plantes .

III-2-2- TRAVAUX ANTERIEURS :

Il ne suffit pas seulement de produire de l'huile essentielle mais de connaître ses propriétés, son identité, afin

de la traiter à sa juste valeur.

A cet effet de nombreux travaux ont été effectués sur les divers types de cèdre existant dans le monde, entre autre; cèdre de l'Atlas Algérien qui a fait l'objet d'articles et de publications scientifiques [40,41].

III-2-2-1 : Propriétés physico-chimiques .

D'une manière générale, toute huile essentielle est caractérisée par un ensemble de grandeurs physico-chimiques dont nous rappellerons brièvement quatre d'entre-elles à savoir la densité, l'indice de réfraction, l'indice d'acide et la solubilité dans l'alcool:

Densité [42]

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. Ainsi la densité relative à 20°C d'une huile essentielle est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile essentielle à 20°C à la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20°C ou 4°C .

Indice de réfraction [43]

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 spécifiée est $(589,3 \pm 0,3)$ nm, correspondant aux radiations D_1 et D_2 du spectre de sodium .

La température de référence est prise à 20°C , sauf pour les huiles essentielles qui ne sont pas à l'état liquide à cette température. Dans ce cas , il est préconisé d'adapter les températures de 25°C ou de 30°C suivant les points de fusion des huiles essentielles considérées .

Indice d'acide [44]

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenues dans un gramme d'huile essentielle .

Solubilité dans l'alcool à 90% [45]

Une huile essentielle est dite miscible à V volumes et plus d'éthanol de titre alcoométrique déterminé, à la température 20°C , lorsque le mélange d'un volume de l'huile considérée avec V volumes de cet éthanol est homogène et le reste après addition graduelle d'éthanol de même titre, jusqu'à un total de 20 volumes.

Les principales caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles et des concrètes, des différents types de cèdre sont rassemblées dans le tableau I .

TABLEAU I : *Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles et des concrètes des différents types de bois de cèdre*

Types de cèdre	couleur	odeur	d_4^{20}	n_D^{20}	α_D	solubilité dans l'alcool à 90%	référence bibliog.
cèdre de Djurdjura	jaune pâle	boisée	10,9487-	1,5097 -	2,24-	4,8V à 5,2V	[40]
			10,9604	1,5155	2,94		
cèdre de Chréa "concrète"	brun	boisée	1,0124-	1,5136-	16,4-	-	[41]
	rougeâtre		1,0266	1,5150	19,1		
cèdre de Virginie	presque incolore	balsamique	10,943 -	1,5000-	sup. à 1,5	-	[46]
			10,964	1,5100			
cèdre de Texas	brun à brun rougeâtre	caractéristique	10,952-	1,5029 -	-	8V à 10 V	[47]
			10,966	1,5090			
cèdre de l'Himalaya	jaune pâle	balsamique	10,9530-	1,5150 -	1,6-	-	[49,50]
			10,9756	1,5230	5,6		
cèdre du Liban	-	-	0,9400-	1,5125-	0,5-	-	[48]
			0,9470	1,5134	1,5		
cèdre du Maroc	-	-	0,9450-	1,5120 -	sup. à 2	1V à 10V	[46]
			0,9680	1,5170			

III-2-2-2- COMPOSITION CHIMIQUE :

Comme il a été signalé précédemment, la composition de l'huile essentielle du cèdre varie, d'une espèce à l'autre, d'un milieu à un autre, jusqu'à même d'un arbre à un autre .

Des travaux récents [40,41] ont été menés dans le but de contribuer à la connaissance des huiles essentielles de deux catégories de bois de cèdre Algérien : cèdre de Djurdjura et cèdre de Chréa. l'étude et l'analyse de ces huiles ont révélé les constituants que nous récapitulons par le tableau II :

Notons par ailleurs que la teneur en constituants majoritaires varie avec les conditions opératoires de l'extraction, c'est pourquoi nous avons donné les limites extrêmes.

TABLEAU II: <i>Teneur des principaux constituants de l'huile essentielle de cèdre</i>			
Bois de cèdre de Durdjura [40] (par entraînement à la vapeur d'eau)		Bois de cèdre de Chrèa [41] (par épuisement dans le n hexane)	
CONSTITUANTS	TENEURS (%)	CONSTITUANTS	TENEURS (%)
α Himachalène	1,87 - 10,75	α Himachalène	0,3-13,4
β Himachalène	3,81 - 26,87	β Himachalène	0,6-31,3
γ Himachalène	-	γ Himachalène	0,2-9,9
α Caryophyllène	1,83 - 7,82	α Caryophyllène	-
Epoxy Himachalène	6,86 - 17,46	Epoxy Himachalène	6,7-22,4
Sesquiterpenes (b) C ₁₅ H ₂₆ O M=222	6,91 - 9,40	Sesquiterpènes(b) C ₁₅ H ₂₆ O M=222	2,0 -5,1
Sesquiterpenes (a) C ₁₅ H ₂₂ O M=218	-	Sesquiterpènes(a) C ₁₅ H ₂₂ O M=218	1,0-10,7
Cis α atlantone	2,94-4,20	Cis α atlantone	0,3-6,3
Trans α atlantone	20,24-22,46	Trans α atlantone	3,0-22,8
γ atlantone	-	γ atlantone	1,0-1,5
α calaronène	-	α calaronène	1,0-4,2
Dihydro aryl Himachalène	-	Dihydro aryl Himachalène	2,5-10,2
Déodorane	1,34-2,04	Déodorane	-
Alcool sesquiterpénique	4,08-4,87	Alcool sesquiterpénique	-
C ₁₅ H ₂₂	-	C ₁₅ H ₂₂	2,1-4,8
C ₁₅ H ₂₄	-	C ₁₅ H ₂₄	1,2-3,5

III-3- METHODES D'ANALYSES

DES HUILES ESSENTIELLES :

De compositions très complexes, les huiles essentielles contiennent un nombre très important de constituants appartenant en majeure partie à la série des terpènes. Toutefois les séries aliphatiques et aromatiques y sont également représentées par des aldéhydes, esters, alcools, acides et éthers .

La complexité de ces mélanges naturels volatils a nécessité d'avoir des techniques de séparation de grande efficacité et de haute résolution. Aussi, dans le domaine des huiles essentielles, l'avènement des colonnes capillaires a été d'un apport analytique incomparable [51].

En effet, depuis quelques années, la chromatographie en phase gazeuse a donné une efficacité nouvelle à l'analyse des substances volatiles .

Inventée par *TSWET* en 1903, fondée théoriquement par *MARTIN & SYNGE* en 1941 et réalisée expérimentalement en 1952 par *JAMES & MARTIN*, la chromatographie en phase gazeuse est une méthode permettant la séparation des constituants des mélanges complexes de gaz ou liquides susceptibles d'être volatilisés sans se décomposer. A cet effet, elle est actuellement employée au laboratoire et dans l'industrie .

STRAIN a défini la chromatographie comme étant basée sur la migration différentielle des composants d'un mélange sous l'influence du déplacement d'un fluide (phase mobile) sur un milieu poreux, possédant des propriétés d'adsorption, de partage, d'affinité ou d'échange (phase stationnaire) .

En chromatographie en phase gazeuse, la phase mobile est un gaz appelé gaz vecteur et la phase stationnaire, un liquide déposé sur un granulé poreux que renferme la colonne [52].

Tout appareil chromatographique comporte principalement :

- une chambre d'injection ;
- une colonne de séparation ;
- un détecteur ;
- un enregistreur ;
- une alimentation en gaz vecteur .

Les deux pièces maîtresses de l'appareil sont :

- La colonne; contenant la phase stationnaire à travers laquelle circule le gaz vecteur tout le long de l'essai .
- Le détecteur; opérant selon un principe physique bien déterminé, permet la détection .

Evaporée dans la chambre d'injection, les constituants du mélange sont entraînés par le gaz vecteur à travers la colonne. Retenus de manière différente par la phase stationnaire, ils quittent la colonne après avoir séjourné chacun pendant un temps bien déterminé.

Ce temps, appelé temps de rétention caractérise qualitativement le constituant et arrive dans le détecteur, ce dernier envoie vers l'enregistreur un signal constant appelé ligne de base .

Le passage d'un constituant modifie le signal et un pic est enregistré .

L'ensemble des pics ainsi obtenu est appelé chromatogramme.

L'aire du pic correspondant dans le chromatogramme permet de mesurer la teneur relative du composé dans le mélange.[53].

Les constituants du mélange peuvent être identifiés à partir du chromatogramme par comparaison de leurs temps de rétention à ceux des composés purs (étalons), déterminés dans les mêmes conditions d'analyse .[54].

Enfin, il y a lieu de noter qu'une meilleure rentabilité de cette technique d'analyse est due à son couplage à la spectrométrie de masse : le chromatographe sépare les constituants d'un mélange complexe et le spectromètre de masse joue alors la fonction de détecteur très sensible.

PARTIE
EXPERIMENTALE

INTRODUCTION

L'étude expérimentale s'intéresse aux deux grands procédés d'extraction à savoir la distillation et l'épuisement dans des solvants volatils. En effet notre objectif consistera à donner un meilleur jugement de ces méthodes d'extraction du point de vue quantitatif et qualitatif de l'essence du bois de cèdre de l'Atlas .

Dans un premier temps, nous traiterons l'entraînement à la vapeur d'eau puis l'hydrodistillation .

Dans un second temps, nous étudierons le processus d'extraction par solvants volatils de sorte que cette partie comportera trois étapes; extraction par l'ether diéthylique, celle au moyen du dichlorométhane et optimisation des temps de lavage à l'hexane .

Enfin, pour une meilleure valorisation du bois, nous effectuerons l'extraction par le n hexane à partir de la matière végétale ayant déjà subi l'entraînement à la vapeur d'eau et ce en vue d'extraire les éléments non volatils présents encore dans le bois .

Ayant obtenu des essences du bois de cèdre, nous aborderons leur étude analytique, et ce par mesure de certaines propriétés physico-chimiques, et par analyse des extraits en chromatographie en phase gazeuse.

Le bois de cèdre utilisé lors de cette étude est issu d'une portion de tronc d'arbre mort dépourvu de son écorce provenant de la cédraie de Chréa (Wilaya de Blida), la situation géographique du lieu est définie par :

- l'altitude : 1500 mètres .
- la pente : 50 degrés .
- l'exposition: sud .

L'âge de l'arbre est de 82 ans, ce qui représente approximativement l'âge moyen de cette cédraie .

*** I ***

DISTILLATION

I-1- EXTRACTION PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU :

En se basant sur les travaux antérieurs relatifs au cédre de l'Atlas [40]; nous avons opté pour les conditions opératoires suivantes :

- Masse du bois coupé en copeaux : 100 g par plateau.
- Nombre de plateaux: 4 .
- puissance de chauffe de 4,62 KW conduisant à un débit de distillat de 3 l/h .
- Temps d'extraction : 4 h .

I-1-1- DESCRIPTION DE L'APPAREIL D' EXTRACTION

L'appareil distillatoire est schématisé par la figure 1. Nous examinerons les différentes parties essentielles composant cette installation en l'occurrence la génératrice de vapeur ou chaudière, le distillateur ou alambic et enfin le condenseur .

I-1-1- LA CHAUDIERE :

La chaudière se présente sous la forme d'un bac parallépipédique surmonté à sa partie supérieure d'une sortie de vapeur commandée par une vanne et d'une soupape de sécurité.

Le contrôle du niveau d'eau de la chaudière est assuré par un tube en caoutchouc fixé le long de la paroi latérale externe du bac.

- .1. Alambic
- .2. Chapiteau
- .3. Col de cygne
- .4. Condenseur
- .5. Entrée d'eau de refroidissement
- .6. Sortie d'eau de refroidissement
- .7. Sortie de distillat
- .8. Drides
- .9.10. Purges
- .11. Génératrice de vapeur

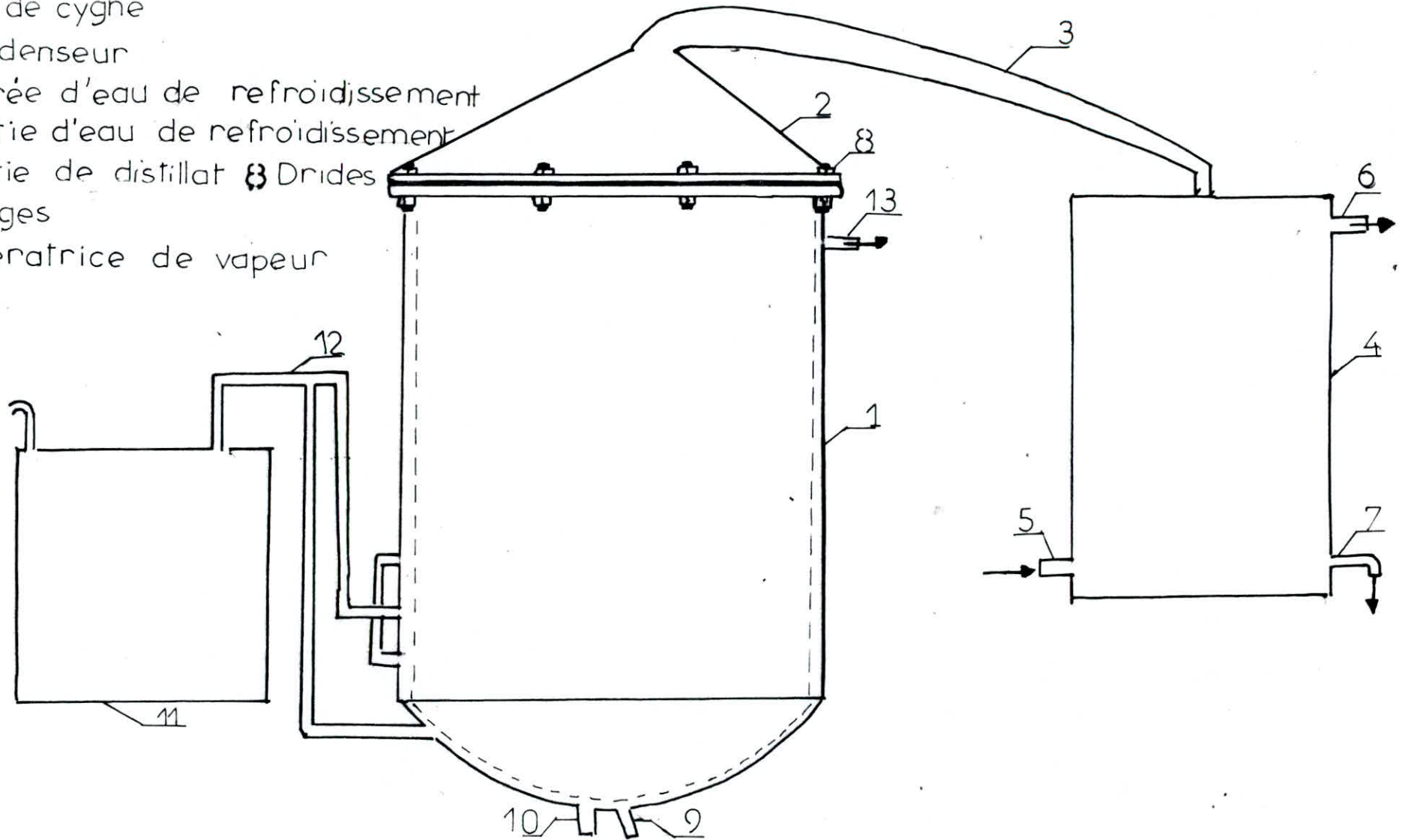


FIGURE 1 : SCHEMA DE L'APPAREIL DISTILLATOIRE

Le chauffage est réalisé par une série de rampes à gaz placée au **dessous** du bac. Enfin, dans le but de minimiser les pertes de chaleur par convection naturelle, les faces de la chaudière sont recouvertes de plaques d'amiante .

I-1-1-2- LE DISTILLATEUR DU ALAMBIC :

Il sert avant tout, de récipient recevant la charge de la matière végétale. Il présente deux parties essentielles : l'une cylindrique appelée cucurbite, l'autre conique appelée chapiteau se terminant par une conduite du mélange de vapeur (eau-huile) nommée col du cygne .

La cucurbite est constituée par la superposition de deux cylindres créant ainsi une double paroi. Ils se terminent à leur base par des fonds légèrement sphériques, lesquels se prolongent par des purges permettant d'évacuer les eaux condensées après chaque distillation .

Sur les parois internes de la cucurbite sont soudés des **ergots** permettant de fixer les plateaux qui ne sont autres que des disques circulaires perforés .

Un distributeur de vapeur est placé en bas de la cucurbite sans pour autant toucher le fond, et ce pour éviter que ce distributeur ne plonge dans l'eau qui se condense au cours de la distillation. Un autre distributeur de vapeur est placé entre les deux cylindres pour maintenir le mélange eau-huile à l'état vapeur .

I-1-1-3- LE CONDENSEUR :

Le condenseur est un échangeur de chaleur ayant pour rôle de refroidir et de condenser la vapeur venant de l'alambic.

C'est un cylindre en cuivre, muni d'un serpentín fait du même métal .

Le condenseur comporte à sa partie supérieure; une sortie d'eau de refroidissement et à sa partie inférieure une entrée d'eau de refroidissement et une sortie du distillat (eau/huile) qui est recueillie dans une éprouvette .

I-1-2- PROTOCOLE OPERATOIRE :

Nous avons procédé à l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle contenue dans le bois de cèdre de l'Atlas .

Pour ce faire, la matière végétale, pesée, est étalée uniformément sur chaque plateau par quantité égale en évitant le tassement. Un échantillon du bois est réserve pour la détermination du taux d'humidité *.

La vapeur est mise en circulation dans la double paroi. Dès que celle-ci est chauffée, la vapeur est envoyée à l'intérieur de l'alambic, les vapeurs venant de l'alambic chargées de l'huile sont refroidies, condensées et récupérées .

* Avant chaque expérience, nous avons déterminé le taux d'humidité de la matière végétale pour pouvoir ensuite estimer les rendements par rapport à la matière séchée afin de les comparer sur la même base, (voir Annexe I).

REMARQUES :

- Le débit de distillat de 3 l/h a été réglé en lavant l'appareil de distillation .
- L'eau de vidange qui n'est autre que la vapeur condensée et accumulée dans l'alambic durant toute l'opération de la distillation est récupérée et son volume est mesuré, celle-ci est jetée a l'égout malgré qu'elle est colorée (jaunâtre) du fait qu'elle ne contient pratiquement pas d'huile .
- La température du distillat ne dépasse pas 25° à 30°C, chaque fraction du distillat obtenue dans un intervalle de temps de 30 mn est récupérée dans un récipient à part et son volume est mesuré, et ce afin de vérifier le débit de distillat.

I-4- RECUPERATION

DES HUILES ESSENTIELLES

L'huile phase surnageante est séparée de l'eau par décantation dans des ampoules à décanter et relarguée par addition de chlorure de sodium (NaCl) au distillat. Enfin, dans le but de récupérer les traces d'huiles, nous lavons les ampoules ainsi utilisées au moyen de l'ether diéthylique que nous laisserons s'évaporer à la température ambiante.

I-64 RESULTATS

Lors de cette première expérience, nous avons constaté que durant la dernière heure d'extraction, le distillat était riche en huiles essentielles c'est pourquoi, nous nous sommes proposés de prolonger le temps d'extraction jusqu'au moment où le distillat devient limpide .

Le tableau III met en évidence les résultats obtenus lors de nos extractions .

Notons par ailleurs que le rendement en huile essentielle a été calculé à l'aide de la relation suivante :

$$R (\%) = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

Expression dans laquelle m représente la masse de l'huile essentielle (en grammes) et m_0 celle de la matière première sèche .

TABLEAU III <u>RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE</u>			
<u>OBTENUE PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU</u>			
<i>Experience N°</i>	1	2	3
<i>Masse du bois (g)</i>	400	400	400
<i>Taux d'humidité (%)</i>	9,98	9,98	9,98
<i>Temps d'extraction (h)</i>	4	5	5
<i>Domaine de variation du débit de distillat (l/h)</i>	2,20-2,28	2,24-3,20	2,50-3,36
<i>Masse de l'huile essentielle (g)</i>	13,2509	17,1794	17,6800
<i>Rendement en huile (%)</i>	3,68	4,77	4,91

L'examen de ce tableau montre les faits suivants :

- l'obtention d'un rendement optimal correspond à un temps d'extraction de 5 heures. Comparé à la valeur de référence [40], ce résultat montre que les conditions opératoires à mettre en oeuvre peuvent dépendre du lieu de végétation .
- La légère variation existante entre les rendements lors des expériences 2 et 3 durant un même temps d'extraction est à notre avis attribuée à la précision du débit de vapeur et aux erreurs de manipulation .

Il est à noter que l'appareil tel qu'il a été conçu ne permet pas de maintenir rigoureusement constant le débit de vapeur pendant toute la durée d'extraction, ceci nous a mené à estimer les intervalles de variations .

I-2- HYDRODISTILLATION :

Ce procédé d'extraction diffère du précédent par le fait que la matière végétale à distiller est en contact direct avec l'eau bouillante .

Pour ce faire, 100 grammes de la matière végétale (1 seul plateau) sont introduites dans l'appareil distillatoire, la vapeur formée au sein de l'eau bouillante entraîne les constituants de l'huile essentielle

Ainsi, le tableau IV donne le rendement en huile obtenue lors de cette opération .

<u>TABLEAU IV : Rendement de l'huile essentielle du bois</u>	
<u>de cèdre obtenue par Hydrodistillation</u>	
<i>Masse du bois (g)</i>	100
<i>Temps d'extraction (h)</i>	5
<i>Débit de distillat (l/h)</i>	3,16 - 4,00
<i>Masse de l'huile essentielle (g)</i>	2,78
<i>Rendement en huile essentielle (%)</i>	2,78

Nous constatons à travers ce tableau que le procédé d'extraction par hydrodistillation permet l'obtention d'un rendement en huile essentielle de 2,78 %, valeur faible comparée

à l'entraînement à la vapeur d'eau, ceci est dû à notre avis aux conditions opératoires qui ne sont pas optimisées .

Nous dirons alors, que ce résultat reste à parfaire en déterminant l'influence des différents paramètres précités .

*** II ***

**EXTRACTION PAR SOLVANTS
VOLATILS**

INTRODUCTION :

Cette deuxième partie est consacrée à l'étude de l'extraction des essences du bois de cèdre par solvants volatils à savoir l'éther diéthylique, le dichlorométhane et le n hexane. A ceci s'ajoute l'optimisation des temps de lavage à l'hexane et extraction à l'hexane à partir de la matière végétale ayant subi l'entraînement à la vapeur d'eau .

Pour ce faire nous avons opté pour les conditions opératoires suivantes. [41] .

- Masse du bois coupé en copeaux : 100 g .
- Volume du solvant : 2 l .
- Hydromodule : 1:20 (20 l pour 1 Kg) .
- Temps d'extraction : 3 heures .
- Température ambiante : 18°-20°C .

II-1- EXTRACTION PAR L'ETHER DIETHYLIQUE :

Dans l'espoir de récupérer le maximum d'éléments volatils de la concrète du bois de cèdre, nous nous proposons d'effectuer l'extraction par l'éther diéthylique .

II-1-1- APPAREILLAGE :

Vu la grande volatilité de l'éther diéthylique et dans la but d'éviter d'éventuelles réactions entre le solvant et le

matériau de l'alambic, nous avons préféré réaliser l'extraction dans un jerrican en verre schématisé par la figure 2 .

II-1-2- PROTOCOLE OPERATOIRE :

II-1-2-1- CARACTERISTIQUES DU SOLVANT :

L'extraction a été faite à température ambiante en utilisant comme solvant l'ether diéthylique dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Formule chimique : $(C_2H_5)_2O$.
- Température d'ébullition : 34°C .
- Densité d_4^{20} : 0,7147 .
- Indice de réfraction : 1,3519 .

II-1-2-2- EXTRACTION :

Réduite en lamelle d'une épaisseur d'environ 0,05 mm, la matière végétale est pesée puis placée dans le jerrican où seront ajoutés 3 litres de solvant. Après une durée d'extraction de 3 heures, le solvant chargé est récupéré .

II-1-2-3- RECUPERATION DU SOLVANT :

Le solvant chargé, subit une distillation atmosphérique en utilisant le montage schématisé par la figure 3.

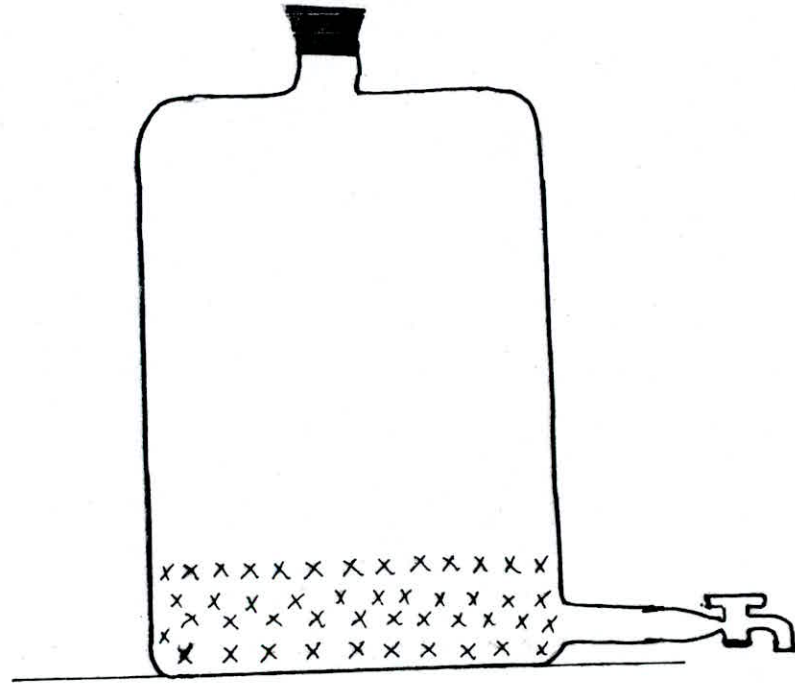


Figure 2:

SCHEMA DU JERRICAN EN VERRE

- .1. Chauffe ballon
- .2. Ballon de charge
- .3. Colonne Vigreux
- .4. Refrigerant
- .5. Erlen de recette
- .6. Support

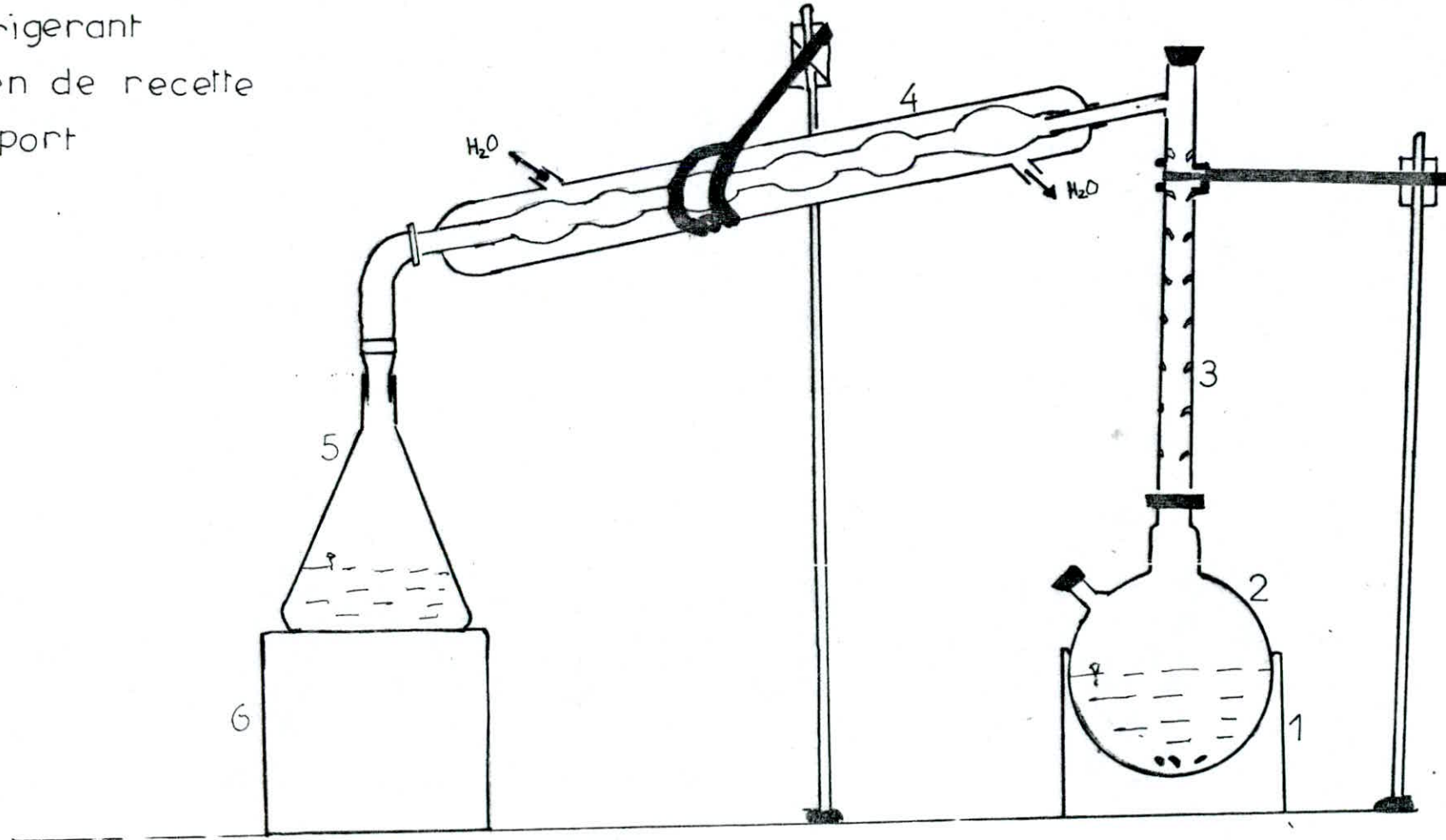


Figure 3: MONTAGE DE LA DISTILLATION ATMOSPHERIQUE

Pour ce faire, nous portons à l'ébullition le mélange essence-solvant à l'aide d'un chauffe ballon réglé. Celui-ci (le solvant) étant plus léger, ses vapeurs montent le long d'une colonne vigreux de 75 centimètres de longueur, se condensent et sont récupérées dans le ballon de recette .

II-1-3- RESULTATS ET DISCUSSIONS :

Les deux expériences effectuées ont mis en évidence les résultats donnés par le tableau suivant :

TABLEAU V : Rendements en concrètes obtenues au moyen de l'ether diéthylique

<i>Expérience</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
<i>Masse du bois (g)</i>	50	50
<i>Taux d'humidité (%)</i>	9,98	7,48,
<i>Volume du solvant (l)</i>	1	1
<i>Temps d'extraction (h)</i>	3	3
<i>Masse de concrètes (g)</i>	3,3695	4,5157
<i>Rendement en concrètes (%)</i>	7,48	9,76

La non reproductivité des résultats de ces deux expériences est dû à notre avis au fait qu'au cours du second essai, un lavage a été fait sur la matière végétale utilisée dans le but

de récupérer les traces d'extrait retenu d'une part, d'autre part à la variation du taux d'humidité .[55].

II-2- EXTRACTION PAR LE DICHLOROMETHANE :

Le second solvant utilisé lors de cette étude, est le dichlorométhane dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Formule chimique : CH_2Cl_2 .
- Température d'ébullition : $37^\circ\text{-}40^\circ\text{C}$.
- Densité d_4^{20} : 1,325 .
- Indice de réfraction n_D^{20} : 1,424 .

En suivant le protocole opératoire décrit précédemment, nous avons obtenu le résultat suivant :

Masse du bois (g)	50
Taux d'humidité (%)	9,98
Volume du solvant (l)	1
Temps d'extraction (h)	3
Masse de concrètes (g)	1,58
Rendement en concrète (%)	3,51

Le rendement obtenu est inférieur à celui donné par l'ether diéthylique, ceci est probablement dû à la polarité des solvants (l'ether diéthylique est plus polaire que le dichlorométhane).

II-3- EXTRACTION PAR LE n HEXANE :

II-3-1- APPAREILLAGE :

Nous avons réalisé les extractions des concrètes en discontinu et à température ambiante (18°-20°C), dans un alambic (figure 4) en cuivre de forme cylindrique, d'un diamètre de 24 centimètres et d'une hauteur de 27 centimètres, dans lequel la matière végétale, placée sur un plateau perforé, baigne dans le solvant. Un chapiteau de forme conique permet la fermeture hermétique de l'alambic, celui-ci se prolonge à sa partie supérieure par un col de cygne relié au condenseur dans lequel circule l'eau de refroidissement. Au fond de l'alambic sont situés deux orifices, l'un a pour fonction la récupération du solvant chargé d'essence l'autre relié à la chaudière, sert à envoyer de la vapeur à l'intérieur de l'alambic une fois la miscella est évacuée et ce afin de récupérer la totalité du solvant retenu dans la matière végétale .

Notons que cet appareil sera utilisé pour la suite de nos extractions .

- 1. Cucurbite -2. Chapiteau
- 3. Col du cygne
- 4. Condenseur
- 5. Tamis fin
- 6. Entrée de vapeur
- 7. Sortie de vapeur de l'alambic
- 8. Sortie de vapeur (eau-solvant)
- 9. Robinet de récupération

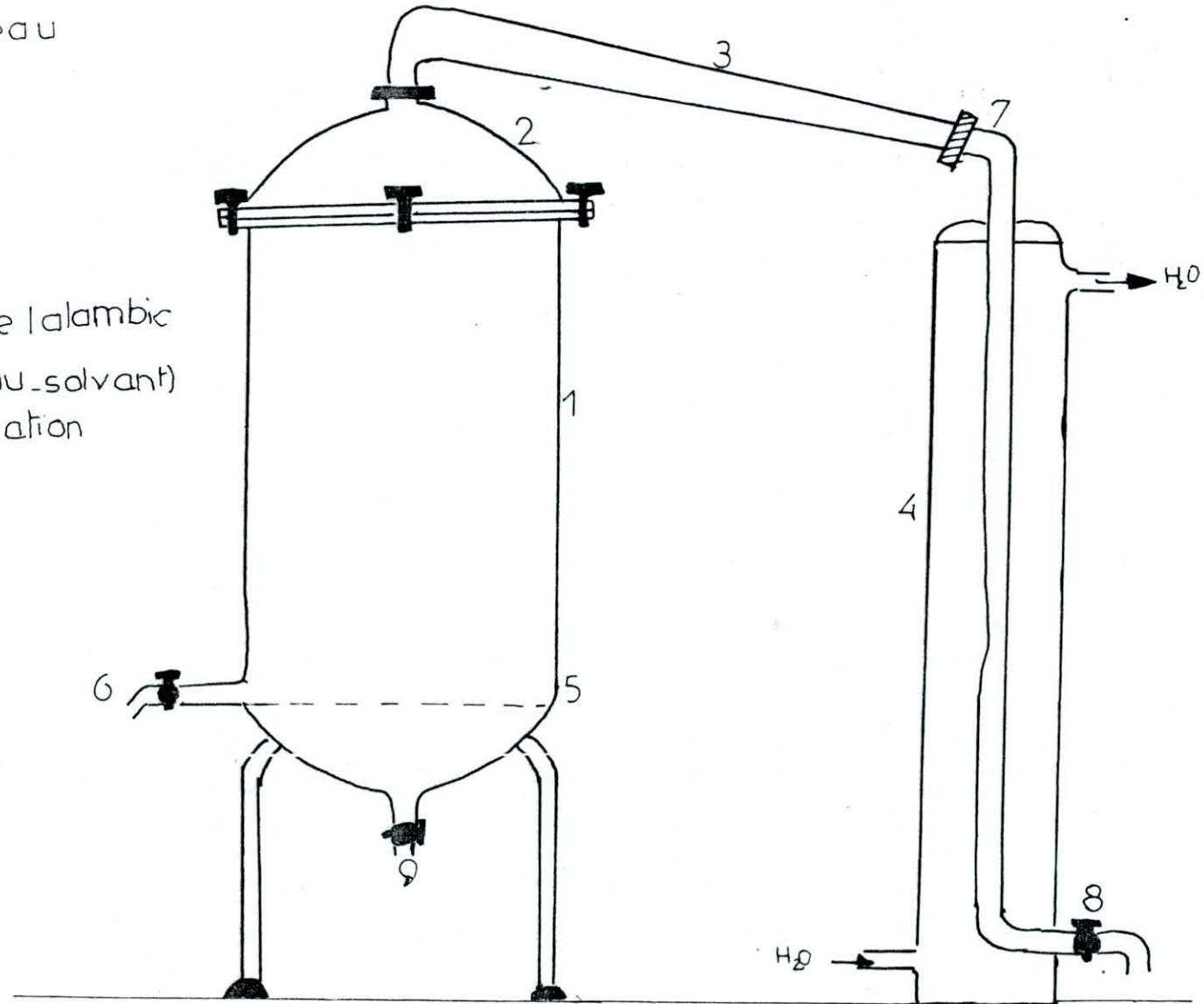


Figure 4: SCHEMA DE L'APPAREIL D'EXTRACTION

II-3-2- PURIFICATION DU SOLVANT :

Etant donné que la qualité de l'essence dépend du degré de pureté des produits, il est nécessaire, avant toute extraction, de purifier le solvant utilisé. Celle-ci s'effectue à l'aide du montage de la figure 3. Le solvant ainsi purifié est condensé et recueilli. Après cette opération, nous déterminons ses caractéristiques qui sont les suivantes :

- Formule chimique : C_6H_{14} .
- Densité d_4^{20} : 0,661 .
- Indice de réfraction n_D^{20} : 1,3750 .
- Température d'ébullition : 68°C .

II-3-3- RECUPERATION DU SOLVANT :

Le solvant chargé subit une distillation atmosphérique à l'aide du montage de la figure 3.

Etant donné qu'un chauffage à une température élevée peut nuire à la qualité de l'essence, nous réduisons celle-ci en utilisant un appareil de type "Rotavapeur" schématisé par la figure 5 auquel est adoptée une pompe qui permet de faire le vide et de réduire la température d'ébullition du solvant qui sera récupéré .*

* Durant une demi heure de distillat sous vide, l'extrait contenait approximativement 25% de solvant, toutefois, en prolongeant cette opération (4 h) nous avons pu réduire la proportion du solvant à \approx 3% dans l'extrait .

-1- Bain d'huile

-2- Ballon de la charge

-3- Moteur

-4- Refrigérant

-5- Ballon de recette

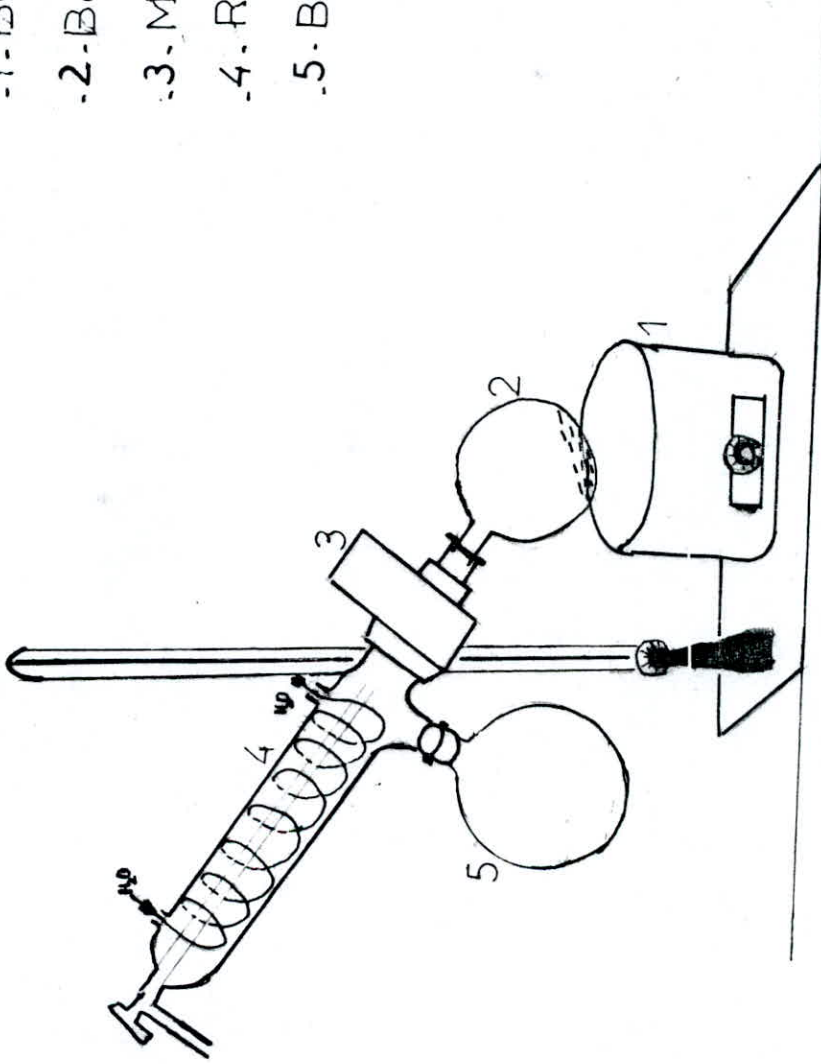


Figure 5 : schéma du refroidisseur

II-3-4- OPTIMISATION DES TEMPS DE LAVAGE :

Des études antérieures [41,55] ont permis d'établir l'influence des différents paramètres sur le rendement en essence extraite par le n Hexane dont les conditions opératoires optimales ont été précitées. Notre contribution consistera à optimiser les temps de lavage .

En effet, une fois le temps optimale de l'extraction écoulé, le solvant n'arrive pas à extraire la totalité des produits aromatiques, de plus une partie de la miscella est retenue par la matière végétale .

A cet effet nous avons pensé à traiter à nouveau la matière végétale par le solvant frais (lavage) et ce en adoptant le mode opératoire suivant :

Après une durée d'extraction de 3 heures, nous récupérons le solvant chargé d'essence par le robinet de vidange, nous attendons l'égouttage de la matière végétale puis nous ajoutons une nouvelle charge du solvant frais dont le temps de contact sera optimisé, nous aurons alors effectué un premier lavage. La même opération est réalisée pour le deuxième lavage .

Enfin, nous ouvrons les vannes de la cucurbite et celle de la chaudière pour permettre le passage de la vapeur d'eau, cette dernière pénétrant par la partie inférieure de la cucurbite monte à travers la matière végétale en se chargeant du solvant. Le mélange eau-solvant est ensuite condensé et récupéré. Nous arrêtons le passage de la vapeur lorsque le volume de solvant, surnageant la phase aqueuse, reste constant.

rendement, valeur non négligeable (approximativement le quart de la valeur initiale).

D'autre part, nous remarquons que le rendement en essence obtenue durant 3 heures d'extraction est supérieur à celui de référence [41], ceci est dû, à notre avis, au degré de division du bois utilisé .

II-3-5- COMPARAISON DES RESULTATS OBTENUS :

Le tableau IX récapitule les différents rendements obtenus par les diverses méthodes d'extraction à savoir l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodistillation et les extractions par l'ether diethylique, le dichlorométhane et le n Hexane .

Entrainement à la vapeur d'eau	4,91
Hydrodistillation	2,78
Extraction à l'ether diethylique	9,76
Extraction par le dichlorométhane	3,51
Extraction par le n hexane	4,64

Les rendements obtenus ne permettent pas à eux seuls d'opter pour une méthode d'extraction donnée, il faut tenir compte de la qualité de l'essence, celle-ci sera évaluée ultérieurement .

On remarque toutefois que l'extraction à l'hexane donne un rendement inférieur à celui esérer car le solvant extrait en plus des éléments volatils (se trouvant dans l'huile essentielle) des résines, des cires, etc...

Pour justifier notre supposition, nous avons pensé à effectuer une extraction à l'hexane sur un échantillon de bois qui a déjà subi l'entraînement à la vapeur d'eau .

**II-3-6- EXTRACTION A PARTIR DE LA MATIERE
VEGETALE AYANT SUBI L'ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU**

Ayant réalisé l'entraînement à la vapeur d'eau, nous nous proposons dans cette partie d'effectuer l'extraction par le n.hexane à partir de la matière végétale ainsi utilisée .

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

TABLEAU X : EXTRACTION PAR SOLVANT DE LA MATIERE AYANT SUBI L'ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU		
EXPERIENCE	1	2
Masse du bois (g)	100	50
Temps de séchage (jours)	2	60
Taux d'humidité (%)	12,47	8,39
Volume du solvant (l)	2	1
Temps d'extraction (h)	3	3
Masse de la concrète (g)	0,910	0,457
Rendement en concrète (%)	1,04	0,99

Au moyen de ce tableau nous remarquons que l'extraction à l'hexane à partir de la matière végétale utilisée pour l'entraînement à la vapeur d'eau, ne dépend pas du temps de séchage, le rendement est toujours de l'ordre de 1 %.

Le bois ayant déjà subi un entraînement à la vapeur d'eau peut être encore valorisé si une utilisation pratique, de l'extrait obtenu est définie .

« III »

RECUPERATION DES ENTRAINABLES
A LA VAPEUR D'EAU

La troisième partie de la présente étude a pour objectif la détermination du taux des entraînés à la vapeur d'eau .

Pour ce faire, nous avons réalisé l'appareillage [56] de la figure 6 .

En effet, une quantité d'extrait 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). En entrant par le tube de jonction (4), celles-ci entraînent les composés volatilisables vers le réfrigérant (5) où ils seront condensés et récupérés dans un erlen meyer (6) .

L'entraînement continue jusqu'à ce que les gouttelettes condensées ne contiennent plus de volatils à leur surface (condensat devient limpide). Le mélange entraînés-eau subira ainsi une extraction liquide-liquide au moyen de l'ether diéthylique. Après élimination de ce dernier de la phase organique, l'extrait est pesé et analysé .

Ainsi, le rendement en composés entraînés est calculé à l'aide de la relation suivante :

$$R_{CE} = \frac{m_{CE}}{m_C} \times R \quad (2)$$

Avec :

R_{CE} représente le rendement en composés entraînés.

m_{CE} représente la masse de la fraction entraînée à la vapeur d'eau (g)

m_C représente la masse de l'extrait (g)

R représente le rendement en extrait .

- 1- Tube contenant l'échantillon
- 2- Ballon d'entraînement
- 3- Chauffe ballon
- 4- Entrée des vapeurs
- 5- Refrigérant
- 6- Erlen de recette
- 7- Support

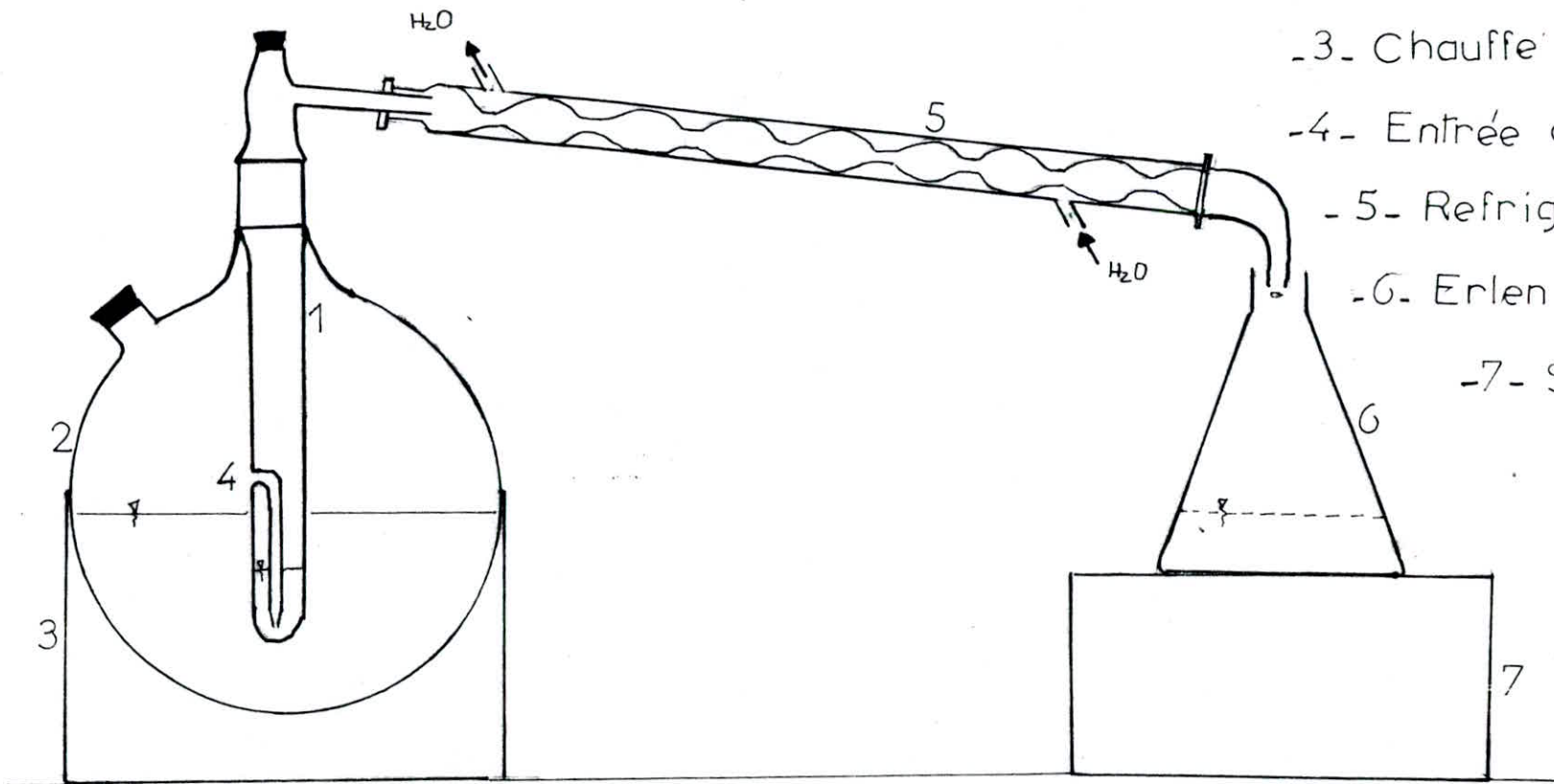


FIGURE 6 : MONTAGE D'ENTRAÎNEMENT

A LA VAPEUR D'EAU

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau XI .

Extrait à l'ether diéthylique	3,94
Extrait à l'hexane (sans les lavages)	0,94
Extrait au dichlorométhane	0,26

L'extraction à l'ether diéthylique permet de récupérer une plus grande quantité d'éléments volatils, leur analyse permettra de mieux connaître la qualité de cet échantillon .

Ainsi, les différents résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau VII:

TABLEAU VII: OPTIMISATION DES TEMPS DE LAVAGE

<u>EXTRACTION</u>					<u>1^{er} LAVAGE</u>		<u>2^{ème} LAVAGE</u>	
masse du bois (g)	volume du solvant(l)	Taux d'humidité%	Temps d'ext,h	rendement moyen (%)	temps (h)	rendement (%)	temps (h)	rendement (%)
					1/4	0,35	-	-
							1/4	0,59
100	2	9,98	3	3,56	1/2	0,49	1/2	0,18
							1	0,33
					1	0,26	-	-

Le tableau ci-dessus illustre les variables des rendements en essence en fonction des temps de lavage. En effet, nous constatons à travers ce dernier, l'existence d'un rendement maximal pendant une demi-heure du premier lavage et un quart-d'heure du deuxième lavage .

Ainsi, le tableau suivant visualise la récupération des extraits due aux deux lavages dont le temps a été optimisé .

TABLEAU VIII: POURCENTAGE DE RECUPERATION EN CONCRETE APRES LAVAGE

<u>Après 3 h d'extraction</u>	<u>Après 1^{er} lavage</u>	<u>Après 2^e lavage</u>
3,56 %	4,05 %	4,64 %

A la lumière de ces résultats, nous constatons qu'effectivement les lavages peuvent améliorer le rendement, en effet, ils permettent une augmentation de 1,08 % sur le

*** IV ***

ANALYSE DES EXTRAITS OBTENUS

Dans le but de caractériser l'essence ainsi extraite du bois de cèdre, nous menerons dans cette partie, deux types d'analyse :

La première consistera en l'évaluation des propriétés physico-chimiques et ce par la détermination de la densité, de l'indice de réfraction, de l'indice d'acide et de la miscibilité dans l'éthanol. D'autre part, l'identification des principaux constituants par chromatographie en phase gazeuse nous permettra d'apprécier la qualité du substrat végétal obtenu .

IV-1 EVALUATION DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES .

Les huiles essentielles, objet de transactions commerciales, souvent importantes en valeur monétaire, doivent répondre à des normes analytiques imposées par les pays importateurs ou exportateurs et qui ont été établies par la Commission de Normalisation du Syndicat de Grasse et par l'Association Française de Normalisation (A.F.N.O.R), enfin celle de l'I.S.O (International Standard Organisation).[46].

IV-1-1- CARACTERISTIQUES PHYSIQUES :

IV-1-1-1- DENSITE d_4^{20} :

La mesure de densité de l'essence a été effectuée à l'aide d'un pycnomètre de 1 ml, et d'une balance analytique digitale du type SATORIUS et de précision 10^{-4} g .

Celle-ci est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$d = \frac{m_1 - m}{m_2 - m} \quad (3)$$

Avec : m_1 : représente la masse du pycnomètre avec le produit (g).

m_2 : représente la masse du pycnomètre avec l'eau distillée (g).

m : représente la masse du pycnomètre vide (g).

IV-1-1-2- INDICE DE REFRACTION n_D^{20}

La mesure de l'indice de réfraction a été effectuée à l'aide d'un réfractomètre de type "ATOGO-3T", permettant la lecture directe des indices de réfraction et étalonné de manière à obtenir à la température de 20°C, l'indice de réfraction de 1,3333 pour l'eau distillée .

IV-1-2- CARACTERISTIQUES CHIMIQUES :

IV-1-2-1- INDICE D'ACIDE I_a :

Rappelons que l'indice d'acide représente les milligrammes de potasse (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libres contenus dans un gramme de l'échantillon .

Pour ce faire, une masse de 0,1 gramme d'essence est introduite dans un erlen meyer dans lequel sont ajoutés 1 ml d'éthanol (95%) et 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine. La solution ainsi obtenue est titrée par une solution de KOH 0,1 N (solution éthanolique) jusqu'à l'apparition d'une coloration .

L'indice d'acide est calculé au moyen de la relation suivante :

$$I_a = \frac{56.1 \times a \times f}{g} \quad (4)$$

expression dans laquelle a représente le volume de KOH utilisé (ml), f la normalité de KOH et g la masse de l'échantillon (g).

IV-1-2-2- SOLUBILITE DANS L'ETHANOL :

Une huile essentielle est dite miscible à V volumes et plus d'éthanol, à la température de 20°C, lorsque le mélange d'un volume de l'huile essentielle considérée avec V volumes de cet éthanol est limpide et le reste après addition graduelle d'éthanol de même titre, jusqu'à un total de 20 volumes .

IV-1-2-3- PROPRIETES OLFACTIVES :

Fraichement obtenus, les extraits sont soumis à des examens consistant à vérifier leurs caractères organoléptiques (couleur, odeur, saveur)

En effet, à l'issue de chaque extraction, nous avons constaté que l'essence est caractérisée par une couleur jaune-rougeâtre et une odeur boisée .

Dans le tableau XII sont données la densité, l'indice de réfraction, l'indice d'acide et la solubilité dans l'éthanol des échantillons de l'essence du bois de cèdre obtenus par les diverses méthodes d'extraction .

TABLEAU XII : INFLUENCE DES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES EN FONCTION DU MODE D'OBTENTION DE L'ESSENCE DU BOIS DE CEDRE

Mode d'obtention	d_4^{20}	n_D^{20}	I_a	solubilité dans l'éthanol 90 %
entraînement à la vapeur d'eau	0,9464	1,15188	14,046	2,0 V
hydrodistillation	0,9488	1,5134	13,770	2,5 V
Par le n Hexane	1,0251	1,5146	13,532	1,5 V
Par l'ether diéthylique	1,021	1,5012	127,955	3,0 V
Par le dichlorométhane	1,0107	1,5156	121,174	11,0 V

L'indice d'acide élevé peut être dû à l'hydrolyse des esters et au solvant lui même qui dans un cas ou dans l'autre permet d'extraire plus d'acide .

IV-2- ANALYSE DES ESSENCES DU BOIS DE CEDRE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Nous ne pouvons pas valoriser notre essence en se basant uniquement sur les propriétés physico-chimiques, il est à cet effet, nécessaire de lui faire subir d'autres analyses entre autre la chromatographie en phase gazeuse .

En effet, les analyses sont effectuées sur un appareil de type PYE UNICAM série 304 couplé avec un intégrateur et équipé d'une colonne capillaire de P.E.G 20M (longueur 25 mètres, diamètre 0,25 millimètre). Le gaz vecteur choisi est l'hélium de pression 8 lb/in². Le volume injecté est de 0,1 µl. Les températures de l'injecteur et du détecteur à ionisation de flamme sont fixées à 200 et 350°C respectivement. La température de la colonne a été programmée de 50 à 120°C à raison de 2°C/mn avec un palier de 2 mn à 120°C, puis de 120 à 200°C à raison de 4°C/mn et un palier final de 2 mn. La deuxième programmation choisie est telle que la température augmente de 50 à 70°C à raison de 1°C/mn, puis de 70 à 120°C (avec des paliers de 2 mn pour chacune) à raison de 2°C/mn, enfin, jusqu'à 200°C à raison de 4°C/mn avec un palier final toujours de 2 mn. (voir Annexe II) .

Mais étant donné que l'identification des constituants majoritaires et basée sur les travaux récemment menés par M. BENYOUSSEF [41], nous avons choisi une programmation de température s'échelonnant de 90 à 210°C à raison de 3°C/mn et un palier final de 2 mn et ce afin de comparer les résultats dans les mêmes conditions de programmation .

Dans les conditions opératoires précitées, nous avons analysé les échantillons des extraits obtenus par les différents modes d'extraction .

Les chromatogrammes obtenus sont donnés en annexe et répartis comme suit :

- annexe II: chromatogrammes de l'huile essentielle.
- annexe III: chromatogrammes des entraînaibles à la vapeur d'eau .
- annexe IV : chromatogrammes des extraits à l'hexane.

L'analyse des concrètes ne donne pas l'image de l'extrait mais seulement la partie volatile car les composés lourds non volatilisés restent dans l'injecteur .

Il serait donc très important sinon nécessaire de récupérer les entraînaibles des extraits et ce afin de les analyser, c'est la raison pour laquelle, nous nous sommes contentes de comparer les volatils et non les extraits obtenus lors des différentes expériences. Toutefois une comparaison entre les extraits tels quels sera faite par manque de quantité suffisante à entraîner.

Dans le but de mieux visualiser l'influence du mode d'extraction sur la composition des huiles essentielles, nous avons dressé le tableau XII mettant en évidence les teneurs relatives des constituants majoritaires de l'essence :

TABLEAU XIII : COMPOSITION EN CONSTITUANTS MAJORITAIRES DES ESSENCES DU BOIS DE GEORE

N° du PIC	Nom du pic	Composition relative (%)	volatils des extraits à :			huiles essentielles obtenues	
			l'hexane	l'ether diethylique	dichlorométhane	l'entr. à la vapeur d'eau	l'hydrodistillation
1	-		0,488	1,364	7,467	9,013	6,232
2	α himachalène		8,660	1,439	6,606	3,657	5,353
3	γ himachalène		12,192	6,677	3,408	10,749	3,954
4	β himachalène		26,413	6,475	22,814	21,189	13,556
5	-		4,183	1,317	5,143	5,875	3,246
6	-		1,181	1,052	4,446	4,679	1,568
7	-		2,146	3,721	0,817	1,265	6,478
8	epoxyhimachalène		7,999	1,206	5,610	3,297	8,661
9	-		0,138	11,140	0,275	0,420	0,369
10	C ₁₅ H ₂₆ O (a)		0,303	5,330	1,406	1,376	0,951
11	γ atlantone		1,481	2,574	1,219	0,071	0,140
12	C ₁₅ H ₂₆ O (b)		0,655	1,885	0,134	0,068	0,176
13	cis α atlantone		0,123	0,121	0,336	0,193	0,102
14	trans α atlantone		5,537	12,172	6,775	4,492	10,822
Rendement en extrait (%)*			0,94	3,94	0,26	4,91	2,51

Le tableau ci-dessus met en évidence la variation de la composition chimique de l'essence du bois de cedre en fonction de son mode d'obtention : distillation et extraction par solvants volatils .

En effet, nous constatons qu'une extraction par le n-Hexane permet l'obtention d'une teneur relativement importante en α , β et γ himachalène. Quant à l'entraînement à la vapeur d'eau et l'hydrodistillation, ces dernières montrent la présence d'autres constituants majoritaires en l'occurrence ceux des pics 1, 5 , 6, 7 et 8 .

Néanmoins, ces résultats ne sont pas significatifs étant donné que le rendement diffère d'un procédé à un autre, autrement dit la comparaison doit se faire sur une même base à savoir la matière végétale. Le tableau XIV illustre alors les compositions ainsi calculées .

**TABLEAU XIV : MASSES DES CONSTITUANTS MAJORITAIRES DE L'ESSENCE DU BOIS DE CEDRE
(POUR 100 g DE BOIS)**

N° du P.C.I.	Nom du pic	Composition relative volatils des extraits à :			huiles essentielles obtenues	
		l'hexane	l'ether diéthylique	dichlorométhane	l'entr. à la vapeur d'eau	l'hydrodistillation
1	-	0,004	0,294	0,054	0,442	0,156
2	α himachalène	0,081	0,260	0,056	0,179	0,134
3	γ himachalène	0,115	0,134	0,263	0,528	0,099
4	β himachalène	0,249	0,899	0,255	1,040	0,340
5	-	0,039	0,202	0,052	0,288	0,081
6	-	0,011	0,175	0,041	0,229	0,039
7	-	0,020	0,032	0,145	0,062	0,162
8	epoxyhymachalène	0,075	0,221	0,047	0,162	0,217
9	-	0,001	0,011	0,439	0,020	0,009
10	C ₁₅ H ₂₆ O (a)	0,003	0,055	0,210	0,068	0,951
11	γ atlantone	0,014	0,048	0,101	0,003	0,003
12	C ₁₅ H ₂₆ O (b)	0,006	0,005	0,074	0,003	0,004
13	cis α atlantone	0,001	0,013	0,005	0,009	0,002
14	trans α atlantone	0,052	0,267	0,479	0,220	0,020

Au moyen des résultats illustrés par le tableau XIV, nous constatons que les quantités extraites pour un constituant donné varient d'une méthode à une autre. A cet effet nous citons les exemples suivants :

- Une extraction au dichlorométhane permet une obtention en α himachalène avec une masse de 0,260 g (pour 100g de bois)

- un entrainement a la vapeur d'eau permet une obtention de 0,528 g et 1,040 g (pour 100 g de bois) en α et β himachalène respectivement .

- le trans α atlantone apparait avec une masse de 0,479 g lors de l'extraction dans le dichlorométhane.

La comparaisn des compositions se fait sur la quantité globale que contient le bois. Cette quantité peut être déterminée par épuisement totale du bois dans l'appareillage conçu et réalisé par M. BENYOUSSEF.[41].

Le tableau XV donne la teneur relative des constituants majoritaires des extraits à l'hexane après lavage .

N° du PIC	Nom du pic \ Composition relative (%)	1 ^{re} extraction (3h)	2 ^e extraction (1/2 h)	3 ^e extraction (1/4 h)
15	-	1,78	1,98	5,26
2	α Himachalène	12,34	10,42	6,42
3	γ Himachalène	8,55	6,90	2,09
4	β Himachalène	23,25	16,41	9,90
16	-	0,36	1,63	5,27
17	-	4,05	5,02	4,69
18	-	0,52	0,40	2,07
8	epoxyhimachalène	8,84	11,16	4,70
10	C ₁₅ H ₂₆ O (a)	0,37	1,87	1,37
19	-	2,59	2,78	2,04
11	γ atlantone	0,54	0,55	2,10
12	C ₁₆ H ₂₆ O (b)	1,56	1,77	2,53
13	cis α atlantone	1,03	1,18	2,08
14	trans α atlantone	7,44	8,48	9,99

A travers le tableau XV, nous constatons qu'une récupération assez importante en constituants majoritaires est possible en effectuant des lavages sur la matière végétale .

Aussi nous avons regroupé dans le tableau XVI, l'ensemble des constituants majoritaires obtenus lors des expériences mettant en oeuvre l'extraction par solvant (le n hexane) à partir de la matière végétale ayant déjà subi l'entraînement à la vapeur d'eau .

TABLEAU XVI : COMPOSITION RELATIVE DES CONSTITUANTS MAJORITAIRES DES EXTRAITS A L'HEXANE

N° DU PIC	Nom du PIC \ Composition relative (%)	I	II	III
15	-	1,78	3,70	11,65
16	-	0,36	5,43	4,73
2	α Himachalène	12,34	10,80	1,59
3	γ Himachalène	8,55	0,64	0,25
4	β Himachalène	23,25	2,98	3,95
8	epoxyhimachalène	8,84	0,46	3,59
10	$C_{15}H_{26}O$ (a)	0,37	2,16	15,65
14	trans α atlantone	7,44	0,21	0,17

I : extrait à l'hexane ,

II : extrait à l'hexane à partir de la matière végétale ayant déjà subi l'entraînement à la vapeur d'eau, séchée pendant 2 jours ,

III: Extrait à l'hexane à partir de la matière végétale ayant déjà subi l'entraînement à la vapeur d'eau, séchée pendant 2 mois ,

La première remarque qui nous vient à l'esprit est la différence de composition observées lors des expériences II et III, ce résultat est en accord avec celui trouvé lors des travaux antérieurs [41].

D'autre part, nous constatons qu'un entraînement à la vapeur d'eau suivi d'une extraction par solvant permet une récupération non négligeable à notre avis de constituants, notamment le α et β himachalène .

CONCLUSION

Dans le cadre d'une éventuelle valorisation des espèces forestières nationales, nous avons contribué à l'étude de l'influence du mode d'extraction sur le rendement et la composition des essences du bois de cèdre .

La première partie de cette étude s'est intéressée à l'obtention des huiles essentielles par distillation (entraînement à la vapeur d'eau et hydrodistillation), la seconde à l'épuisement dans les solvants volatils (le n hexane, l'ether diéthylique et le dichlorométhane).

Celle-ci a eu pour objectif, outre la comparaison entre les trois solvants en vue d'extraire au mieux les éléments volatils, la valorisation du bois déjà utilisé, et ce par optimisation des temps de lavage à l'hexane dans le but d'améliorer le rendement, et extraction par le même solvant, à partir de la matière végétale ayant subi l'entraînement à la vapeur d'eau .

Afin de caractériser les essences ainsi obtenues, une évaluation de certaines propriétés physico-chimiques et une analyse par chromatographie en phase gazeuse ont été menées .

En effet, en s'intéressant à la fois au rendement et à la composition de l'essence, les résultats nous amènent à avancer les conclusions et les recommandations suivantes :

- un épuisement dans l'ether diéthylique et le dichlorométhane (solvants polaires et volatils) a donné un rendement en extrait de 9,76% et 3,51% respectivement avec une composition variable en constituants majoritaires .

- un rendement en extrait de 3,56% a été obtenu lors de l'extraction par le n hexane, celui-ci peut être amélioré en effectuant des lavages, en effet, un premier lavage d'une demi-heure et un second lavage durant un quart d'heure a permis une augmentation de 1,08% en rendement et une composition assez importante en constituants majoritaires .
- une extraction par le n-hexane précédée par un entrainement à la vapeur d'eau a montré qu'une récupération supplémentaire pourrait être effectuée .

L'utilisation de l'hexane (solvant appolaire et inerte chimiquement) permet d'obtenir une essence de référence qui représente approximativement le bois lors de l'épuisement total.

La comparaison avec la distillation (entrainement à la vapeur d'eau et hydrodistillation) a montré une différence entre l'huile essentielle et les concrètes obtenues, ceci est probablement dû [56] à des liaisons d'hétérosides rompues libérant ainsi des éléments volatils, ou à des artéfactes formées soit par hydrolyse soit par dégradation thermique, l'épuisement complet par solvant suivi d'une distillation peut être mené pour vérifier cette hypothèse .

Enfin, il y a lieu de noter que cette étude n'est qu'une approche de l'influence du mode d'extraction, étant donné qu'une seule méthode d'analyse ne suffit à elle seule d'apprécier la qualité de l'huile. En effet, certes la C.P.G est une méthode d'analyse qui a apporté des contributions inestimables à la séparation des mélanges complexes, une identification plus approfondie peut être effectuée en couplant la spectrométrie de masse à la C.P.G .

ANNEXES

A N N E X E I

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 (benzène ou toluène).

Nous procédons de la manière suivante :

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

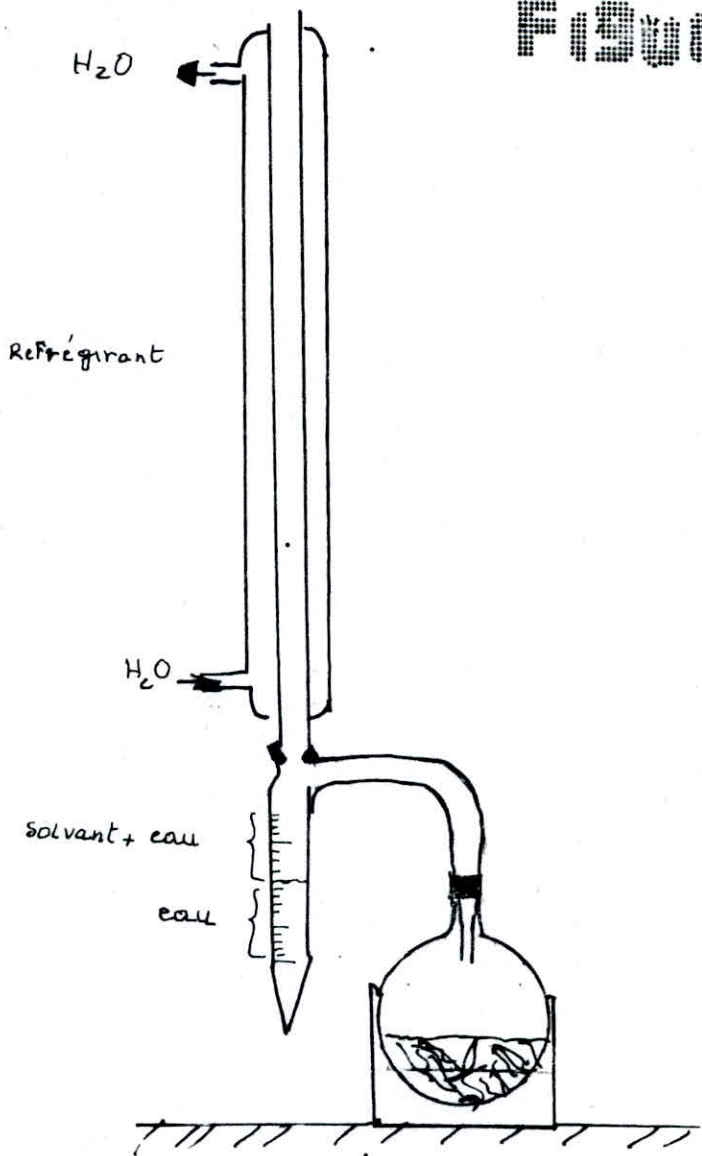
La teneur en eau dans la matière végétale est calculée par la formule :

$$H = \frac{V \times 0,998}{G} \times 100, \quad H: \text{teneur en eau}(\%)$$

ou V: volume d'eau (ml)

G: masse de la matière végétale (g).

Figure 7



APPAREIL DE DEAN ET STARK

A N N E X E I I

CHROMATOGRAMMES DE L' HUILE ESSENTIELLE

EL A INJECT 23/04/90 15:36:47

11.1		
11.4		1.93
1.38	2.83	
3.25		
57.11	70	4.29
5.16	4.87	
HT 32		
		5.66 5.80
	7.23	7.16 7.85
		8.09
	9.05	8.94 8.47
		9.24
	10.59	10.4 10.16
		11.23
11.91	11.72	
12.78	12.635	12.45
	13.67	13.37
	14.37	
	15.99	
16.78	16.09	15.81
	16.87	
	17.55	
	18.78	
	19.99	
	20.78	
	21.45	
	22.61	
	23.83	
	25.69	
	26.23	
	26.64	
	28.54	
	29.77	
	30.86	
	31.93	
	32.43	
	34.19	
35.35	35.09	
36.61	35.61	
36.61	36.64	
37.19	37.36	
	37.78	
38.65		

Entrainement à la
vapeur d'eau

A INJECT 09/06/19 10:37:12

		II 4		II 0
40	2.72	2.85	2.25	
	4.65	4.25		
49	5.26		5.75	
			6.45	
57	7.25			
	8.85	8.85		
	9.33			
10.61	10.82			
	11.52			
	12.63			
14.80	14.80			
	16.11			
17.31				
	19.45			
	21.47			
	22.00			
	24.02			
	24.67			
	25.30			
	26.65			
	27.62			
	29.21			
	31.02			
78	31.41			
	32.38			
81	33.20			
67	34.25			
	35.05			
90	35.99			
55				
07				

Hydrodistillation

A N N E X E I I I

CHROMATOGRAMMES DES ENTRAINABLES

A LA VAPEUR D'EAU

January

					2.02
3.37	3.4195	4.40	2.69	2.77	
4.88	4.28				
5.29	5.40	22			
6.61					
	7.65	7.49	6.97		
8.57					
9.13	9.37				
	10.18		9.78		
12.65	12.47				
13.85	13.65				
					14.47
15.75	15.59	15.11			15.32
16.82	16.97		16.45		
18.33			17.95		
19.88	19.84		19.38		19.19
20.36	20.36				
21.45	21.45				
22.45	22.45				
23.35	23.35				
24.04	24.04				
25.04	25.04				
26.45	26.45	26.09	25.50		
27.82	27.82				
28.68	28.68	28.49			
29.65	29.65	29.50			
30.68	30.68	30.04			
31.53	31.53	31.14			
32.13	32.13				
33.53	33.53	33.25			
34.28	34.28	33.83			
35.17	35.17				
	35.91				
37.21	37.21				
38.68	38.68	38.45			
	39.25				

A l'éther diéthylique

EL A INJECT 09/06/19 14:07:33

11 1		11 0	
2.60	3.00	2.12, 262.06	
3.19	3.95		
4.49	5.36		
5.36	5.34		
6.46	6.51	6.08	5.99, 90 5.87
6.84			7.34 7.30
7.99	7.96		8.33 8.44
		9.15	9.44
9.74			9.62
10.10	10.19	10.44	10.70
11.25	11.90	11.57	
12.27	12.22	12.03	12.83 12.73
12.90			13.66
14.84	14.85		14.69
15.15	15.22	15.04	
16.45	16.54	16.12	
17.83	17.54		
18.32	18.10		
19.22	19.08		
20.12	20.06		
21.02	20.98		
22.00	22.00		
23.00	23.98		
24.00	24.93		
25.00	25.26		
26.00	26.31		
27.00	27.20	26.58	
28.00	28.02		
29.00	29.17		
30.00	30.83		
31.00	31.71		
32.00	32.81		
33.00	33.40		
34.00	34.40		
35.00	35.12		
36.00	35.85		

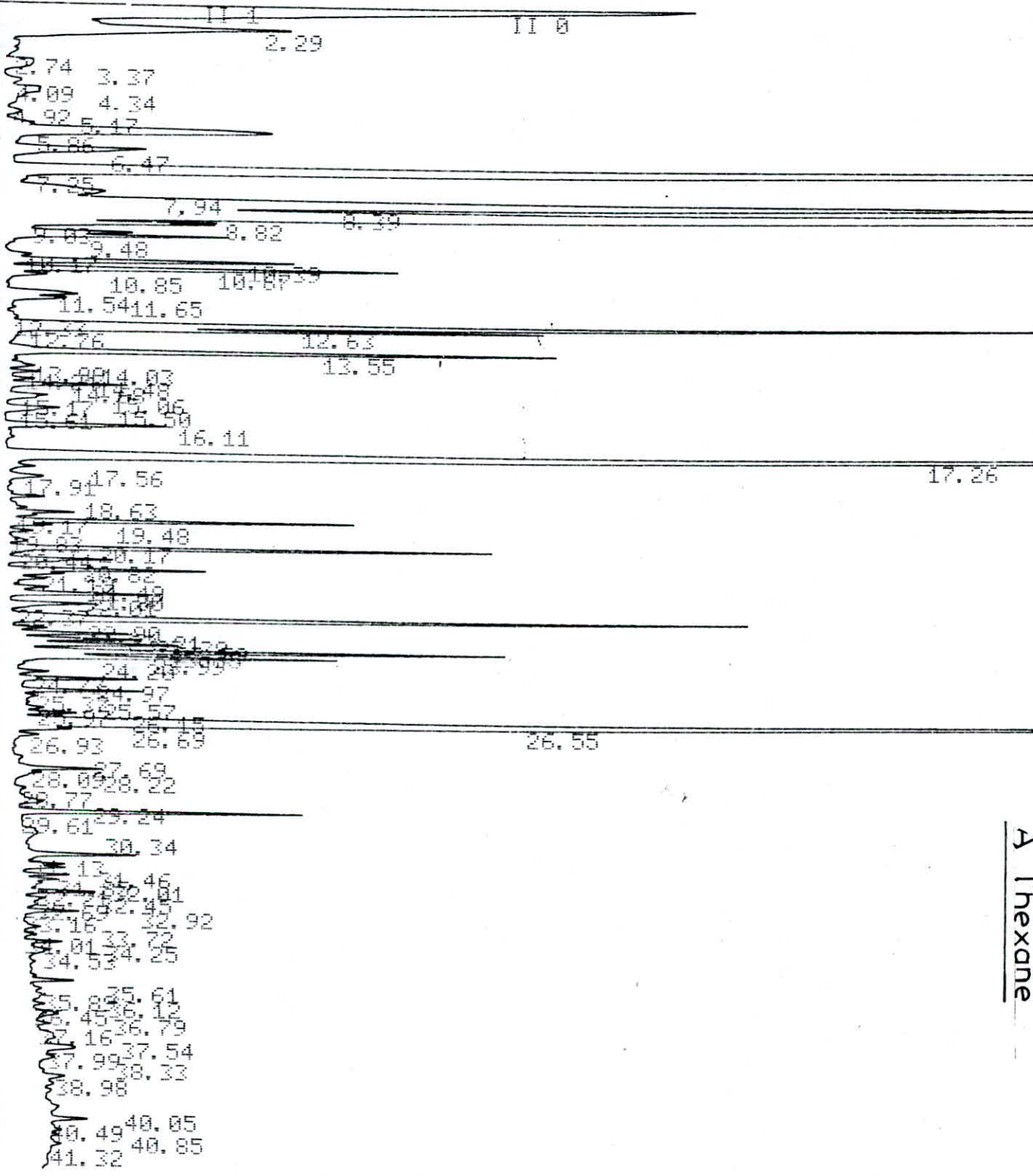
Au dichlorométhane vvv

A N N E X E I V

CHROMATOGRAMMES DES EXTRAITS

A L'HEXANE

NEL R INJECT 07/06/90 12:06:45



A l'hexane

1^e Lavage

1.55

~~2.07~~ 2:32

~~2.08~~ 2.86

~~3.72~~ 3.44

~~4.45~~ 4.16

~~4.72~~

~~5.25~~

~~5.64~~

5.97

~~6.25~~

~~6.60~~ 6.64

~~7.65~~

7.38

~~8.03~~ 8.11

~~9.01~~ 9.17

8.95

~~9.47~~ 9.62

~~9.84~~

~~10.29~~

~~10.49~~ 10.78

10.96

~~11.35~~

~~12.04~~ 11.65 11.76

~~12.13~~

~~12.47~~

~~12.90~~

12.77

~~13.34~~

~~13.68~~

~~14.04~~ 14.04 14.17

~~14.38~~ 14.17

~~14.81~~ 14.62

15.21

~~15.65~~

~~16.54~~

16.26

~~17.71~~

17.44

~~18.35~~ 18.08

~~18.78~~ 18.65

~~19.18~~ 18.08

~~19.74~~ 19.65

~~19.98~~

~~20.32~~

~~20.61~~

20.98

~~21.36~~ 21.48

~~21.76~~ 21.95

~~22.17~~

22.52

~~23.08~~

~~23.54~~ 23.37

~~23.92~~ 23.76

~~24.37~~ 24.17

~~24.80~~ 24.61

~~25.20~~ 25.13

25.53

~~25.73~~

~~26.13~~ 26.32

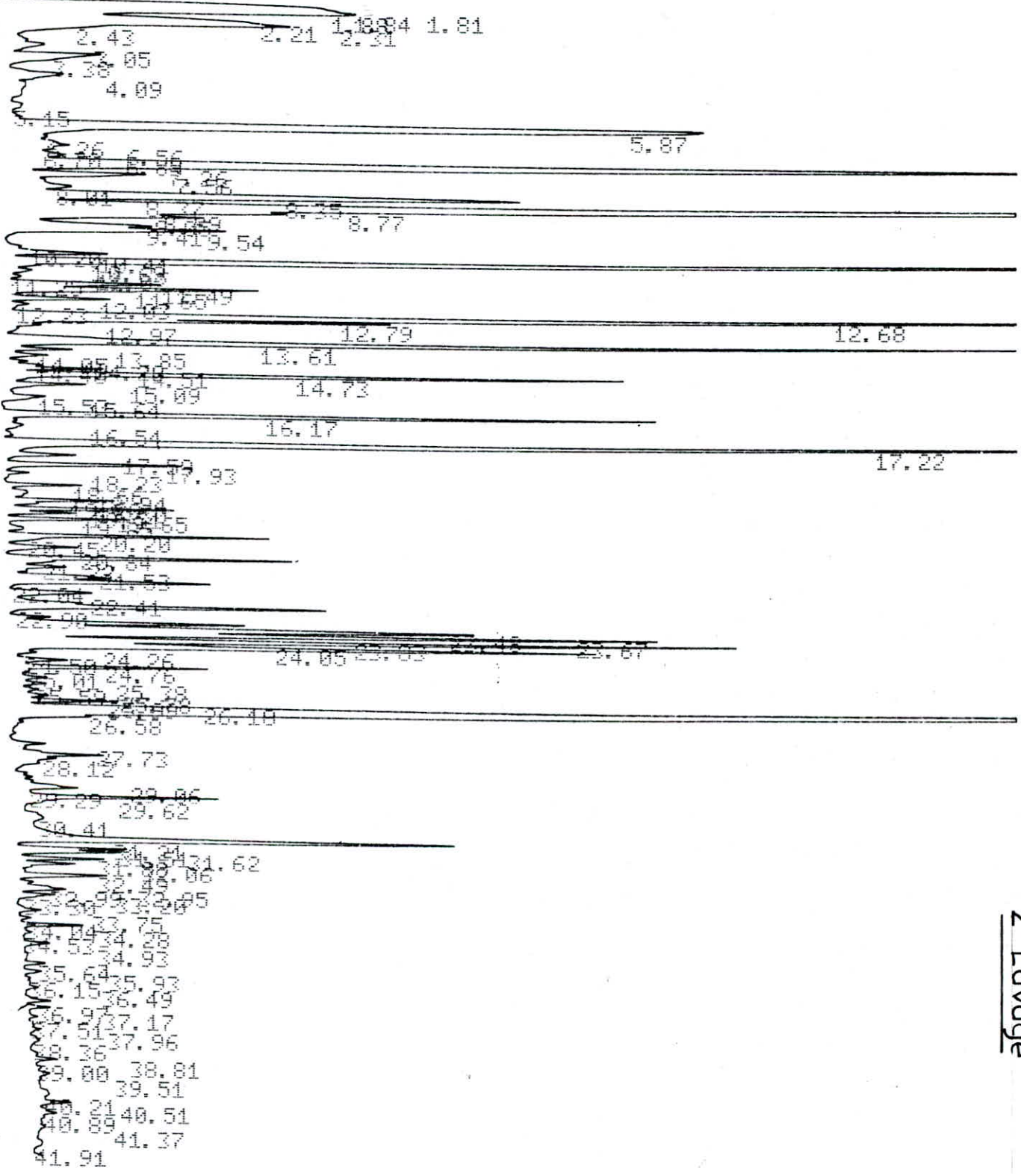
~~27.10~~ 26.89

26.75

~~27.69~~ 27.49

~~27.88~~ 27.88

NNEL A INJECT 07/08/99 14:27:08



2 Lavage

L A INJECT 14/05/90 11:53:52

Handwritten notes: "GAS 90", "300 90", "2A2", "Lap", "1/10"

AT 8



2.34
06 2.88
3.64

.87

7.21



78
63 8.26
45 8.93
33 10.63
11 11.42
32 11.71

12.70 12.54

.79 13.49
14.67

6.09
17.06
7.74 17.89
1.60

19 20.95
39 21.88
33 22.85
13 23.38
4.17 23.97
5.25 24.97

26.37
7.37

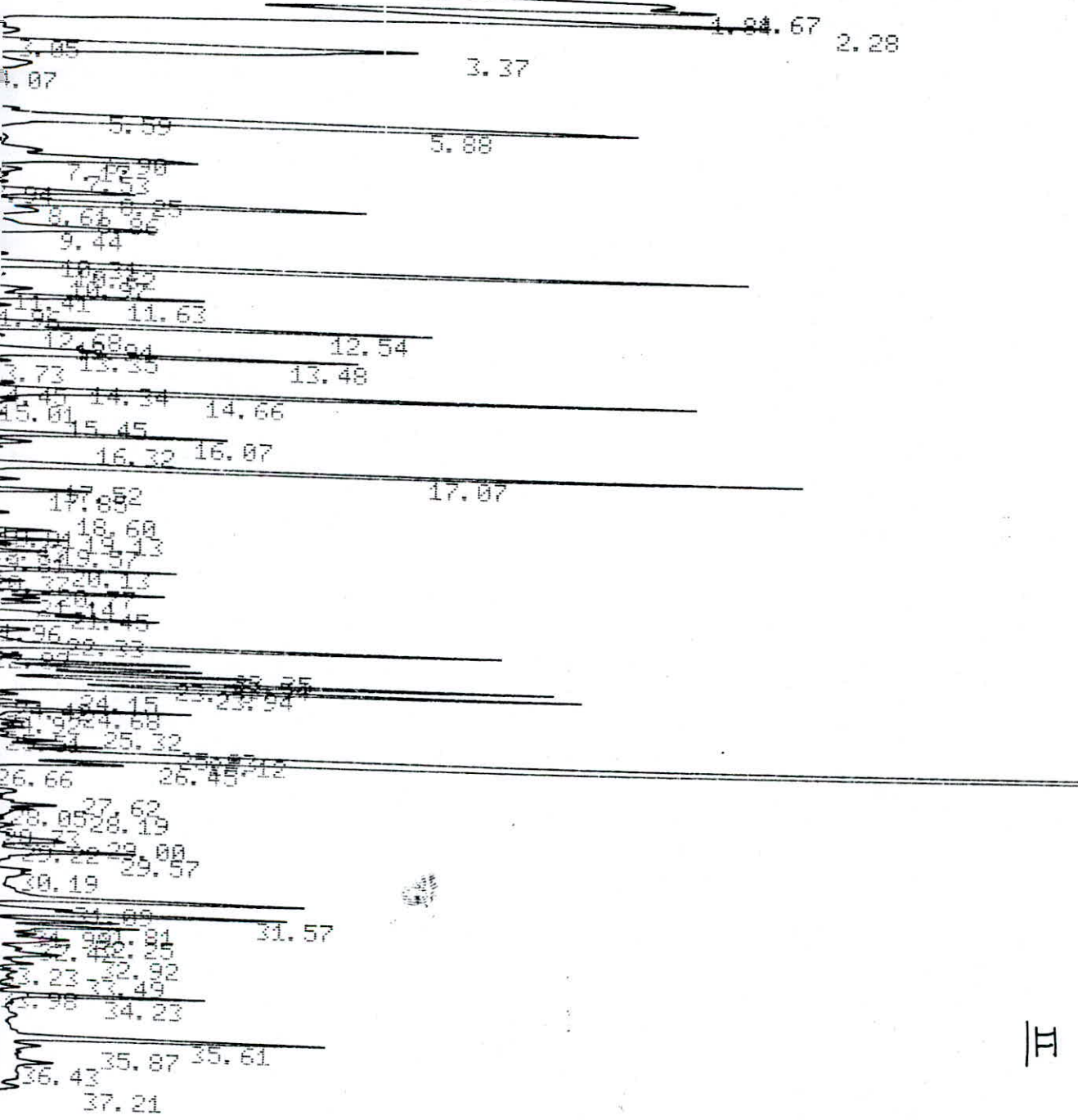
29.94

31.45
2.48 32.06
33.01
4.02 34.53
34.84

37.05 36.57
38.15 37.49
38.82 38.36
39.86 39.32
40.93 40.13
41.72

H

EL A INJECT 07/06/90 11:00:42



043

II

= BIBLIOGRAPHIE =

- [11] A. RIEDMILLER
Les arbres, Ed. NATHAN 1988
- [12] TOTH
Le cèdre Bull de la vulgarisation forestiere, 114, 1971 ✓
- [13] CHARLOTTE
Conifère de nos jardin , Ed. la maison Rustique, 1970
- [14] E.ROL
Flore des arbres, arbustes et arbrisseaux,
Ed. la maison Rustique, 1965
- [15] G.CALLEN
Les conifères utilisés en Europe,
Ed. J.B.BAILLEIRE,1, 1976
- [16] BOUDY
Economie forestiere Nord-Africaine Monographie et
traitement des essences résineuses. Ed. Larose, T II, 1950
- [17] M.AREZ
Contribution à l'etude de la variabilite géographique des
cèdres. Annales de la recherche forestiere, 35,4, 1978
- [18] NEDJAH I
La croissance de la productivité du cèdre de l'Atlas a
Chréa. Annales de la recherche forestière en Algérie.2,2,1987
- [19] MOUNA
Recherche écologique sur le peuplement frondicole des
insectes du cèdre dans le moyen Atlas Marocain .
- [110] E.GUEORGUIEV
Technologie des produits aromatiques et synthétiques,
Ed. Plovdiv 1980 .

- [11] Y.NAVES
Technologie et chimie des parfums naturels,
Ed.MASSON & C^{ie} 1974 .
- [12] J.BLAKEWAY & SEN SALERNOM
La mousse de chène, une base de la parfumerie,
Ed. pour la science , mai 1987
- [13] P.CARREE
Précis de technologie et de chimie industrielle,
T III, Ed. J.BAILLIERE et Fils, 1953
- [14] M.VAN WANKLE
Distillation, Ed. Mc GRAW HILL, 1967 .
- [15] E.GUENTHER
Essential oils, 1, Ed. R.E.KRIEGER, 1972 .
- [16] E.ROUDNITSKA
Le parfum, Que sais-je, 1987
- [17] BUCCHIO
Parfums, cosmétiques, arômes, 61,1985
- [18] R.GELU
Industrie alimentaires et agricole, sep 1989.
- [19] WILLIAM PONCHET,
Parfums, cosmétiques et savons ,
Tome 1, Ed. DUNOD 1951
- [20] V.VIGNON
Utilisation d'appareillage d'extraction intensive pour la
recupération du composés biologiquement actifs a partir des
plantes, dans les problèmes de l'industrie cosmétique et
parfumerie, Pharmachim, Varna 1982 .
- [21] S.LEMBERG
Parfumer and flavorist, II, 7, 1982

- [22] R. FRANCOIS
Les industries des corps gras, Technique et
documentation, 1974
- [23] E. GUEORGIEV & D. G. KUTCHKOVA
On the extraction of animal wormwood, Revista Italiana
E. P. R. O. S, maggio 1978 ,
- [24] R. FRANCOIS
Extraction solide-liquide en huilerie, Genie Chimique,
U96, 6, 1966
- [25] Y. R. NAVES
Les parfums naturels, Ed. MASSON & C^{ie}, 1974
- [26] K. DJEBBAR, M. LOUCIF et les references citees, Extraction
par solvant, projet de fin d'etudes, ENP, Alger, 1973 .
- [27] J. ARIOZOUL & M. BERNARD
Parfum, cosmétiques, arômes, 75, juillet 1987
- [28] D. J. LAWS, N. BATH & J. A. PICKETT
ASBC Journal, 35, 4, 1978
- [29] W. G. SCHULTZ & J. M. RANDALL
Food Technol, 24, 1970
- [30] T. BERNARD & F. PERINEAU
Parfums, cosmétiques, arômes, 84, 1988
- [31] M. P. OTTO
L'industrie des parfums, Ed. DUNOD, 1924
- [32] TATU
Industrie moderne des parfums, Ed. J. B. BAILLIERE & Fils,
1932
- [33] G. GILDERMEISTER & F. R. HOFFMANN
Les huiles essentielles, Ed. SCHIMMEL & C^{ie} , tome 1, 1919

- [34] M. PARIS & M. HURABIELLE
Abrege de matiere medicale pharmacognosie, Ed. MASSON
1981
- [35] J. VALNET
Aromatherapie, traitement des maladies par les essences
des plantes, Ed. MALOINE , 1980
- [36] HAMMOND, RICHARD & GRAM
Eléments de la chimie organique, Ed. MCGRAW HILL, 1984
- [37] LUCIANO-CRETTI
Les plantes aromatiques et medicinales, Ed. ATLAS, 1981
- [38] La parfumerie moderne, Revue scientifique, 1922
- [39] L. BEZANGER, BEUQUESNE & M. PINKAS
Les plantes medicinales des régions temperées,
Ed. MALONE , 1980
- [40] M. Y. BOUMGHAR
Techniques d'extraction appliquées aux espèces
forestières, le cèdre de Djurdjura. Contribution à
l'étude analytiques des huiles essentielles extraites .
These de Magister, ENP Alger, mars 1989
- [41] E. H. BENYOUSSEF
Etude du procedé d'extraction du bois de cèdre de l'Atlas
par le n Hexane. Contribution à l'étude analytique des
extraits obtenus. These de magister, ENP, juin 90
- [42] Norme AFNOR
Huiles essentielles, détermination de la densité relative
à 20°C .NF T75,111, juin 82
- [43] Normes AFNOR
Huiles essentielles, détermination de l'indice de
réfraction .NF T75,112, 1977

- [44] Norme AFNOR
Huiles essentielles, détermination de l'indice d'acide,
NF T75, 103, juin 82
- [45] Norme AFNOR
évaluation de la miscibilité à l'éthanol .
NF T75, 101, juin 82
- [46] GILDMEISTER & HOFFMANN
Die artemisechen oil, 2^e ed. T3, 1919.
- [47] Norme AFNOR
Huile essentielle de cèdre de TEXAS, NF T75, 220, juin 84
- [48] MASSY
Chimie et industrie, 8, 1922, 464
- [49] ROBERTS
J. Chem. Soc, 109, 1916, 791
- [50] K. RAO
Indian forest records, 9, 1922, 111
- [51] W.G. JENNINGS
Chromatographie science série, 15, M. Dekker, 1981
- [52] D. LORIENT, LHU GUENOT & A. VALLEY
Chromatographie dans les techniques d'analyse et contrôle
dans les industries agro-alimentaires, Technique et
documentation, 1981
- [53] J. TRANCHANT
Manuel pratique en chromatographie en phase gazeuse,
Ed. MASSON , 1982

[54] N. DIMOV

Analyse organique, Ed. Technika, SOFIA, 1980

[55] N. BENYAHIA

Modélisation de l'extraction du bois de cedre. Mémoire de fin d'études ENP, 1988 .

[56] BESSIERE,

E.N.S.C; Montpellier (travaux non publiés)

