

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

«0»

وزارة التعليم والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique

«0»

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

«0»

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

INFLUENCES DE LA CHARGE ET DU DEBIT DE
VAPEUR INTERVENANT DANS L'EXTRACTION DE L'HUILE
ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE ALGERIEN PAR
ENTRAINEMENT A LA VAPEUR
APPROCHE ANALYTIQUE DES EXTRAITS

Proposé par :

Pr. R. BELABBES

Etudié par :

Melle S. TOUAHRIA

Dirigé par :

Mme R. DERRICHE

et Pr. R. BELABBES

Promotion : Janvier 1987

200

ELLI

Dr. Dr. Dr.

ADRIANO

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

«0»

وزارة التعليم والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique

«0»

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

«0»

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

**INFLUENCES DE LA CHARGE ET DU DEBIT DE
VAPEUR INTERVENANT DANS L'EXTRACTION DE L'HUILE
ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE ALGERIEN PAR
ENTRAINEMENT A LA VAPEUR
APPROCHE ANALYTIQUE DES EXTRAITS**

Proposé par :

Pr. R. BELABBES

Etudié par :

Melle S. TOUAHRIA

Dirigé par :

Mme R. DERRICHE

et Pr. R. BELABBES

Promotion : Janvier 1987

MEMBRES DU JURY

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Président :

Madame DJELLAS

Chargée de cours à l'E.N.P.

Examineurs :

Madame DERRICHE

Chargée de cours à l'E.N.P.

Monsieur BELABES

Professeur à l'E.N.P.

Monsieur TYCZKOWSKY

Maître de conférences à l'ENP

Monsieur BOUMGHAR

Assistant à l'E.N.P.

Invités :

Madame SAHRAOUI

Chef de département plantes
à parfums E.N.A.F.L.A.

Madame GUEYOUCHE

Chargée de cours à la Faculté
d'ALGER (Pharmacie).

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

وزارة التعليم العالي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

Département : Génie chimique
Promoteurs : M. BELABBES - Mme DERRICHE
Elève ingénieur : TOUAHRIA Saïda

دائرة: الهندسة والكيمياء
الموجه: بلعباس
مدرستنا
تلميذة مهندس: طواهرية سعيدة

الموضوع: خلع الزيت الأساسي من شجرة الأرز

ملخص: جهاز لخلع الزيوت الأساسية تم إعداده على مستوى الدائرة. عملنا يتمثل في إيجاد شروط التجريب ببخار الماء لشجرة الأرز الجبالية. أخذنا بعين الاعتبار عنصرين الأولهما: طبيعة السحنة وحجم البخار. قمنا بالتحقق ونحسب تجربة لدراسة تأثير هذين العاملين على المردود في الزيت الأساسي. في نهاية المطاف جربنا تقريبا تحليل للحصول

Sujet : EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE

Résumé : Un appareil d'extraction d'huiles essentielles a été conçu au niveau de département. Notre travail a consisté à optimiser les conditions d'entraînement à la vapeur d'eau du bois de cèdre algérien. Nous avons pris en considération 2 paramètres : la nature de la charge et les débits de vapeur. Nous avons procédé à 52 expériences pour étudier l'influence de ces facteurs sur le rendement en huiles essentielles. Dans un dernier stade, nous avons tenté une approche analytique des extraits.

Subject : INFLUENCES OF THE CHARGE AND THE QUANTITIES OF VAPOR IN EXTRACTION OF ESSENTIAL OIL OF ALGERIAN CEDARWOOD BY STEAM DISTILLATION

Analytical approach of a still of extraction of essential oils have been 52 at our departement. Our working consist to study the optimum conditions of steam distillation of Algerian cedarwood. We have conducted experiments to study the influence of those factors in yield of essential oils. In the last stop, we have tried an analytical "approch".

"Quelle importance pourrions-nous attacher aux choses de ce monde ? L'amitié ? elle disparaît quand celui qui est aimé tombe dans le malheur, ou quand celui qui aime devient puissant. L'amour ? il est trompé, fugitif ou coupable. La renommée ? vous la partagez avec la médiocrité ou le crime. La fortune ? pourrait-on compter comme bien cette frivolité ?

Restent ces jours dits heureux qui coulent ignorés dans l'obscurité des soins domestiques, et qui laissent à l'homme ni l'envie de perdre ni de recommencer la vie"

Chateaubriand, vie de Rancé

REMERCIEMENTS

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Ce travail a été réalisé au Département de Génie Chimique E.N.P. sous la direction de M. BELABBES, Professeur à l'E.N.P. et Mme DERRICHE, Chargée de cours dans le même établissement ; qu'ils trouvent ici, l'expression de ma profonde gratitude pour leur aide et leurs conseils précieux,

Qu'il me soit permis de remercier très sincèrement Mme DJELLAS, Chargée de cours à l'E.N.P. et lui exprime ma reconnaissance d'avoir bien voulu accepter de présider le jury de cette soutenance,

J'exprime mes profonds remerciements à M. TYCZKOWSKY, Maître de conférences à l'E.N.P. et M. BOUMGHAR, Assistant à l'E.N.P. pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de participer au jury,

Mes remerciements vont également à Mme SAHRAOUI et Mme GHAYOUCHE pour l'intérêt et la bienveillance qu'elles m'ont manifestés,

Que M. BOUAMOUD trouve ici mes remerciements les plus profonds pour son aide constante et amicale,

Je ne saurais assez remercier M. OUALI, M. BAKHTI, Mme GUEYOUCHE et tout le personnel de la SAIDAL (ex-PCA) de la Vigerie, pour m'avoir gracieusement reçue dans leurs laboratoires,

Que tous les membres du laboratoire B 9 département génie chimique E.N.P. soient vivement remerciés pour leur aide et leur sympathie,

Que M. BOUCHTAOUI MESBAH et Mlle LADJOUZ Soad trouvent ici l'expression de ma profonde affection pour leur soutien moral et leur compagnie,

Je ne saurais oublier ceux et celles qui m'ont apporté leur aimable collaboration et encouragement, en particulier NADIA, KAMEL et MERZAK,

Enfin, je remercie Mme ARIF et KHEDIDJA pour avoir eu la gentillesse de se charger de la dactylographie et du tirage de ce travail.

— S O M M A I R E —

CHAPITRE I : GENERALITES

I A - Introduction	1
I B - Historique	2

CHAPITRE II : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

II A - Huiles essentielles	4
II B - La matière végétale	15
II C - THEORIE sur la distillation par entraînement à la vapeur d'eau	19
II D - Distillation de l'huile essentielle du bois de cèdre	26
II E - Applications	35

CHAPITRE III : ETUDE EXPERIMENTALE

III A - Méthodes et appareillage	38
III B - Analyses	50

CONCLUSION GENERALE

I - Index alphabétique.	76
II - Différents exemples de terpenes.	
III - Bibliographie.	

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

C H A P I T R E I

GENERALITES

I A - INTRODUCTION

Une huile essentielle est définie comme étant une matière volatile dérivée par un processus physique à partir d'une matière odorante d'une forme botanique ou d'espèces qui sont agréés de nom et d'odeur. Elle est extraite des végétaux par hydrodistillation ou expression.

Actuellement, environ deux mille huiles essentielles ont été décrites et parmi elles, deux cents ont fait l'objet d'importantes transactions commerciales, de sorte qu'elles sont très largement utilisées dans les cosmétiques, parfumeries, produits pharmaceutiques et comme ingrédients d'arômes pour les produits alimentaires.

Elles communiquent généralement le parfum (odeur, goût) de la plante d'origine.

Les huiles essentielles sont utilisées à l'état brut ou purifiées, le traitement de ces huiles fournit des sous-produits employés comme substituts des essences en savonnerie, en tannerie dans les industries de peintures et vernis.

Les huiles essentielles ou essences constituent un mélange complexe de substances aromatiques, aliphatiques et surtout terpéniques. Elles sont classées en 3 groupes : le premier comporte les monoterpènes, qui sont connus depuis près d'un siècle comme étant des composants déterminants. Beaucoup de travaux ont été effectués sur ce groupe et la complexité de leurs structures ont été élucidées avec de plus en plus de clarté depuis le développement des instruments d'analyse particulièrement la chromatographie en phase gazeuse.

Le second groupe est composé des sesquiterpènes, diterpènes et un groupe résiduel contenant des acides gras à haut poids moléculaire, polymères, etc... Des spécialistes ont étudié les structures des sesquiterpènes et diterpènes intensivement. L'aspect le plus difficile des investigations dans ces composants est qu'ils sont, pour une grande partie, entièrement similaires dans leurs natures physiques et chimiques.

A présent, seules les colonnes technologiques à haute résolution en chromatographie en phase gazeuse peuvent séparer certains de ces composants. (1)

Le troisième groupe est pour le plus intéressant et consiste en une variété de composants oxygénés avec dans l'ordre ceux à partir des alcools, cétones, aldéhydes, esters, jusqu'aux macrocydiques lactones compliqués. A cette date, plus de 300 composés chimiques ont été identifiés dans plus de deux cents espèces différentes d'huiles essentielles à l'aide de colonnes capillaires. (1)

En Algérie, les huiles essentielles se limitent au géranium, jasmin, cyprès, eucalyptus ... La préparation de ces dernières se fait sous la direction de l'ENAFIA qui se préoccupe seulement de l'extraction et de la vente sans pour autant déterminer ces propriétés physico-chimiques. Il est important de noter que la totalité des huiles essentielles algériennes sont exportées sans analyses préalables et souvent le marché extérieur leur attribue des qualités qui ne leur correspondent pas et par conséquent, les prix de vente sont dérisoires. A titre d'exemple, le kilogramme de géranium a été vendu à 320,- DA en 1978. L'objectif de notre travail est d'optimiser un appareil pour l'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur conçu et réalisé par M. DIOURTE (2) (ex-étudiant au Département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique (E.N.P.) - Promotion Juin 1986), comme exemple d'huiles essentielles nous étudierons l'huile de bois de cèdre d'Atlas, plus précisément le cèdre du Djurdjura.

Cette étude comprendra 4 parties :

- 1 - détermination des conditions opératoires optimales (charge, débit, dimensions...),
- 2 - déterminations des caractères organoleptiques (couleur - odeur),
- 3 - déterminations des caractères physico-chimiques (indice d'acide, d'ester, densité),
- 4 - identification des divers constituants chimiques par chromatographie en phase gazeuse.

I B - // - I S T O R I Q U E

Les parfums dérivés des produits naturels existent depuis l'Antiquité la plus reculée. L'usage des composés aromatiques, d'abord réservé par chaque peuple aux cérémonies religieuses, est transmis par les livres sacrés qui contiennent les formules des onctions saintes et des eaux lustrales, puis l'emploi des substances odorantes s'étend aux fêtes profanes et enfin à la toilette.

La Chine, l'Inde, la Perse, pays à végétation intense, semblent avoir pratiqué la distillation depuis plusieurs millénaires ; isolées à l'origine, ces contrées entrèrent en Occident les essences de Roses, de Santal et de nombreux baumes et aromates ; les Grecs, instruits par eux, initièrent à leur tour les Romains.

L'art de la distillation, pratiqué habilement par ces peuples, passa dès les premiers siècles de notre ère aux mains des Arabes, grands amateurs de parfums, qui augmentèrent le nombre et la qualité des huiles essentielles. (Les mots alcool, alambic, nous ont été transmis par eux).

En 1370 était apparue "l'eau hongroise" obtenue par distillation de cèdre, de romarin et de térébenthine (alcoolat de romarin).

Au XV^e siècle on pratiquait la distillation des plantes et des fleurs, plutôt pour obtenir des eaux distillées que pour produire les essences.

Toutefois, il paraît bien invraisemblable que personne à cette époque n'ait fixé son attention sur les parties huileuses qui se séparent à la surface des eaux distillées, qu'on les ait considérées comme des impuretés et que les parfums aient été uniquement le résultat d'infusions ou décoctions dans des solvants tels que les huiles.

Cependant, d'après GILDEMCISTER et HOFFMANN qui s'étonnent de ce fait, un catalogue d'épices de FRANCFORT ne mentionnait pas d'huile essentielle en 1450. Dans la même ville une liste en indiquait 42 en 1582 et 59 en 1587.

Dès le commencement du XVIII^e siècle, les huiles essentielles obtenues sont déjà plus fines, on se préoccupe du rendement des plantes qui les fournissent et l'on commence à contrôler les falsifications.

De 1830 à 1835, DUMAS étudie analytiquement les essences et les classe en trois groupes d'après leur composition :

- 1°) Essences ne renfermant que du carbone et de l'hydrogène (térébenthine, citron) ;
- 2°) Essences qui contiennent de l'oxygène (anis, camphre) ;
- 3°) Essences qui renferment en plus, du soufre (moutarde), de l'azote (amandes amères).

Vers 1841, GERHARDT et CAHOURS appliquent la distillation fractionnée à l'étude des essences.

En 1866, KEKULE crée l'appellation de terpènes.

Depuis, des travaux devenant de plus en plus nombreux, l'étude des substances odorantes naturelles, comme la reproduction synthétique de leurs composants, se confond avec les progrès réalisés dans le domaine de la chimie pure. (3)

C H A P I T R E I I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

II A - HUILES ESSENTIELLES

A 1.- Définition : Les huiles essentielles parfois appelées essences sont des mélanges complexes de substances odorantes et volatiles contenues dans les végétaux. Actuellement, leur utilisation en parfumerie et en alimentation est considérable, c'est pourquoi certains organismes de normalisation (AFNOR et ISO) ont donné une définition beaucoup plus précise des huiles essentielles. Ce sont des produits généralement odorants, obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau de végétaux ou de parties de végétaux, soit par expression du péricarpe frais de certains citrus.

Cette définition est restrictive : elle exclut d'une part les produits odorants d'origine animale et, d'autre part, les essences obtenues selon d'autres procédés d'extraction. (4)

A 2.- Etat naturel et rôle dans la plante :

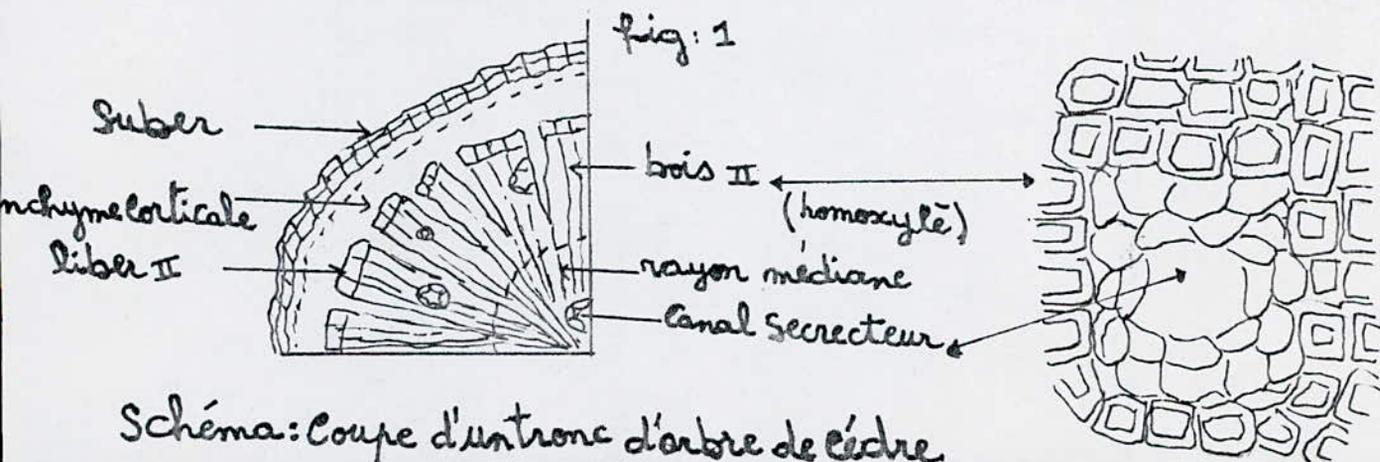
a) Répartition botanique : Les huiles essentielles sont largement réparties dans le règne végétal ; certaines familles en sont particulièrement riches (conifères, Rutacées, Myrtacées, Combillifères, Labiées, Composés).

Elles peuvent se rencontrer dans tous les organes végétaux : sommités fleuries (Lavande, Menthe), écorces (Cannelier), racines (Vétiver) ; rhizomes (Gingembre), fruits (Anis, Fenouil, Badianier), bois (Cèdre, Cyprès, Camphrier, Pins)...

Dans une même plante, elles peuvent être présentes à la fois dans différents organes ; la composition des essences peut alors varier d'un organe à l'autre, ex : huiles essentielles de fleurs, de feuilles et de fruits de divers citrus.

b) Localisation dans le végétal : Il est possible de concevoir que certaines cellules de la plante vivante aient la propriété de précipiter les essences de leurs formes dissoutes, ou de détruire les formes de transport sous lesquelles ces essences traversent les membranes cellulaires au cours de leur migration vers diverses parties des végétaux.

Les théories de la sécrétion proprement dite font alors place à la conception d'une précipitation de l'essence en gouttelettes, qui seraient collectées dans les organes : poches sécrétrices schizogènes ou schizosigènes (Myrtacées, Rutacées) ; canaux sécréteurs (conifères, ombellifères) ; poils sécréteurs (Labiées, Composés)



- c) Teneur : La teneur d'une drogue en huile essentielle est généralement faible, de l'ordre de 1 % à 1 o/oo. Il existe cependant quelques exceptions, exemples : Badiane de Chine où la teneur en essence est supérieure à 5 %, de même pour le cèdre de l'Atlas ; clou de girofle qui renferme plus de 15 % d'essence...
- d) Rôle dans la plante : Il est mal connu : pour certains auteurs, les huiles essentielles auraient un rôle attractif vis-à-vis des insectes et favoriseraient donc la pollinisation. Pour d'autres, elles exerceraient une action antiseptique vis-à-vis de certains micro-organismes (champignons) et auraient donc un rôle protecteur.

A 3.- Composition chimique :

La composition chimique de l'huile essentielle est assez complexe. On y trouve généralement de nombreux constituants. Ceux-ci appartiennent principalement à deux grands types chimiques :

- composés terpéniques,
- composés aromatiques dérivés du phénylpropane.

a) Composés terpéniques : Ils sont formés d'unités isopéniques en C₅ et comprennent :

- * Les monoterpènes : C₁₀
- * Les sesquiterpènes : C₁₅
- * Les diterpènes : C₂₀
- * Les triterpènes : C₃₀

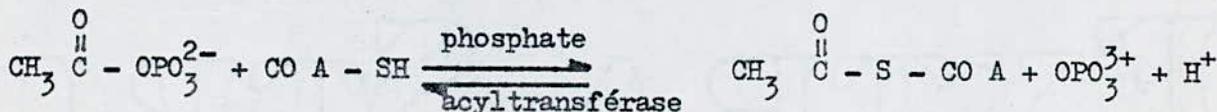
Ils ont la même origine biogénétique.

● BIOGENESE :

Le phosphate d'acétyl $\text{CH}_3 - \overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}} - \text{O} - \overset{\text{O}}{\parallel}{\text{P}} - \text{O}^-$ est un anhydre mixte de l'acide acétique et de l'acide phosphorique produit par certains micro-organismes directement à partir de l'adénosine triphosphate (ATP) et de l'acétate en présence de l'enzyme acétate kinase.

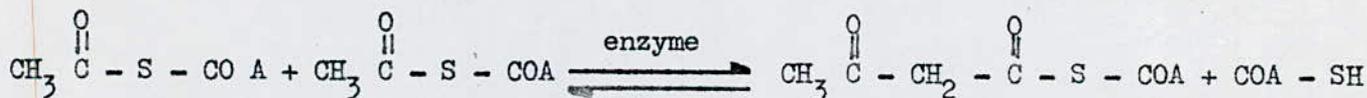


Le phosphate d'acétyle ainsi formé peut alors transférer son groupement acétyle à l'aide d'une enzyme, sur le coenzyme A (un thiol complexe) pour donner l'acétyl-Co A.



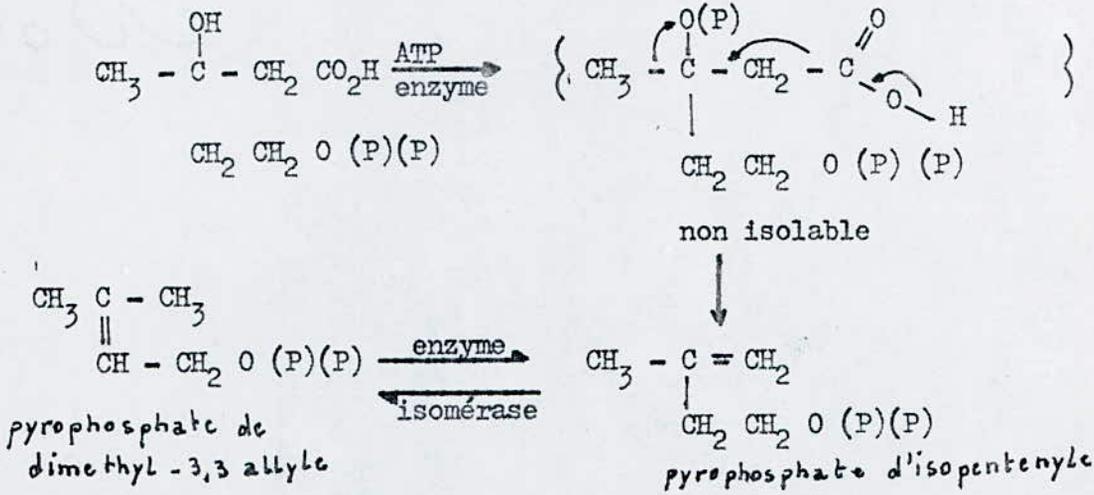
phosphate d'acétyl coenzyme A

acétyle - coenzyme A phosphate



cétyle-Co A

Ensuite l'alcool tertiaire est phosphorylé, mais l'ester ainsi obtenu ne peut pas être isolé. Il perd immédiatement une molécule de CO₂ et un ion phosphate pour former du pyrophosphate d'isopentényle. Une enzyme capable d'isomériser la double liaison transforme une certaine quantité de pyrophosphate d'isopentényle.

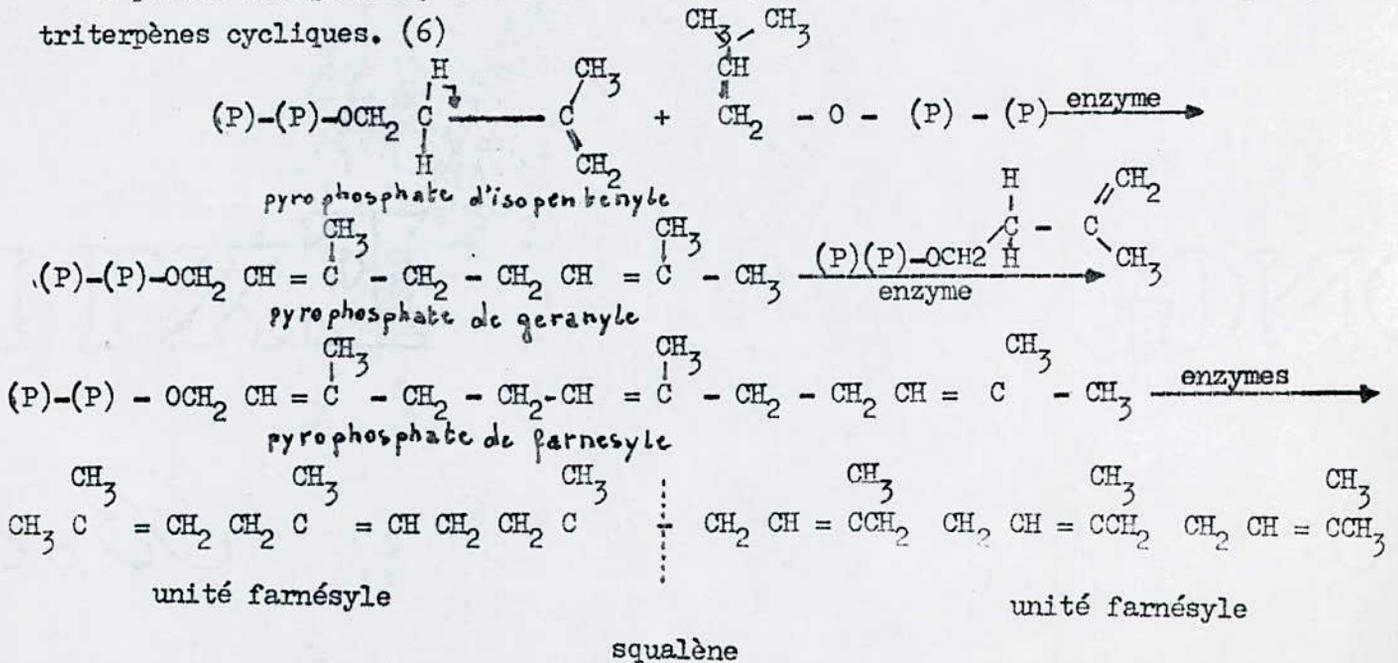


Le pyrophosphate d'isopentényle constitue la véritable unité isopénique d'enchaînement, il peut s'isomériser en pyrophosphate de diméthyl 3,3 allyle. Par condensation des deux molécules isomères, on obtient le pyrophosphate de géranyle (en C₁₀) précurseur des monoterpènes.

Une molécule de pyrophosphate de géranyle peut s'unir à une nouvelle molécule de pyrophosphate d'isopentényle et donner le pyrophosphate de farnésyle en C₁₅, sesquiterpène auquel peut s'ajouter une nouvelle unité en C₅ pour former le géranyl-géranyl pyrophosphate (diterpènes en C₂₀).

Deux molécules de pyrophosphate de farnésyle peuvent se lier pour former un triterpène, le squalène (C₃₀).

A partir du squalène, se formeront d'une part les stéroïdes et, d'autre part, les triterpènes cycliques. (6)



Les différentes étapes sont représentées par le schéma suivant :

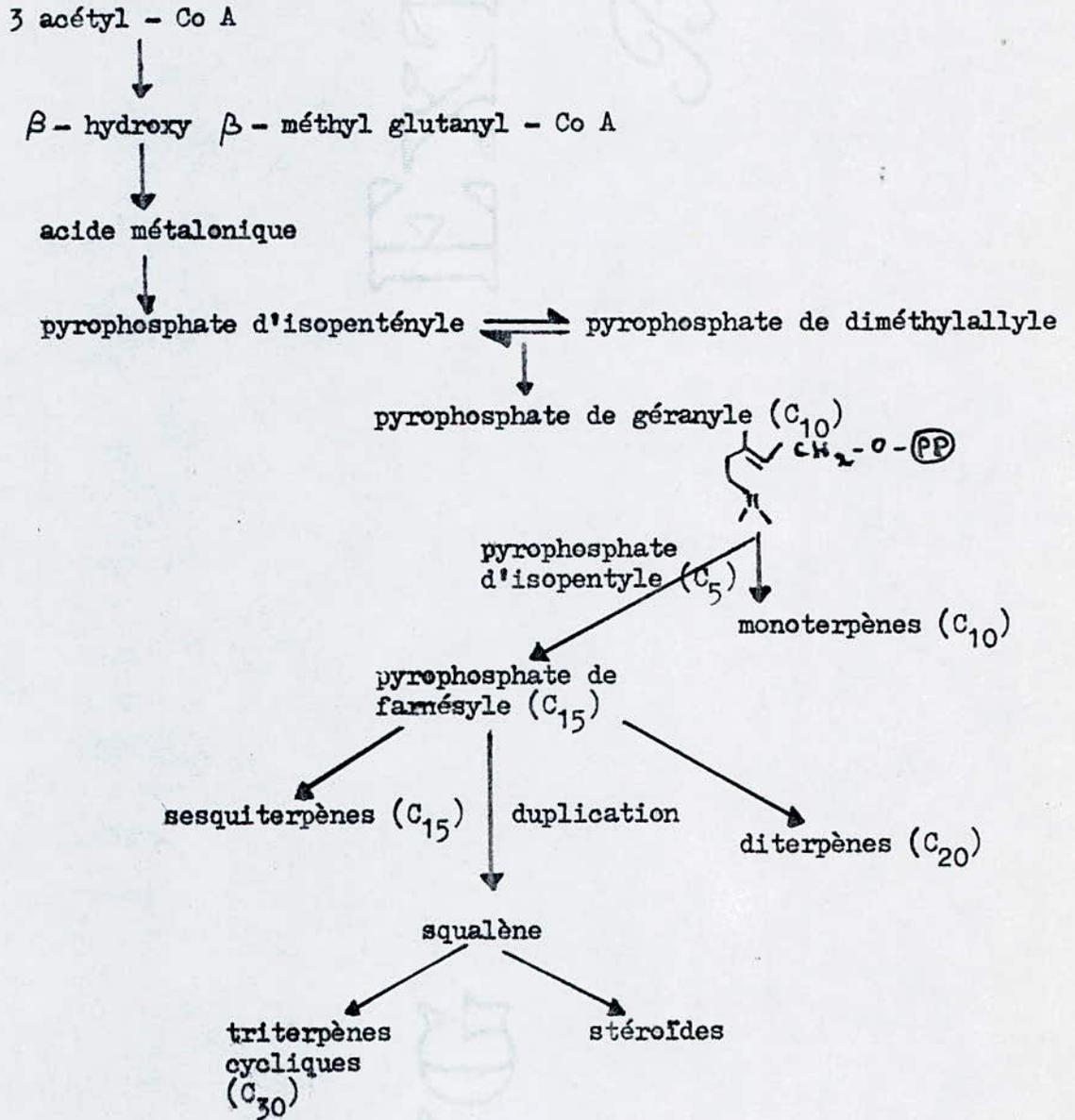


Figure 2 : biogénèse des terpènes (4)

● DIFFERENTS TYPES DE TERPÈNES RENCONTRES DANS LES ESSENCES :

Dans les huiles essentielles, on trouve surtout des monoterpènes, quelques sesquiterpènes, rarement des diterpènes.

Ces terpènes peuvent être acycliques, monocycliques ou bicycliques. (Ils sont formés selon cet ordre dans la plante).

Une série d'exemples est donnée en annexe. (7)

En général, on a un mélange d'hydrocarbures et de composés oxygénés dérivés de ces hydrocarbures. Dans certaines huiles essentielles, les hydrocarbures prédominent (exemple : essence de térébenthine) ; dans d'autres, la majeure partie de l'essence est constituée de composés oxygénés (l'odeur et le goût des huiles essentielles sont principalement donnés par ces composés oxygénés). Parmi ces composés oxygénés, on peut noter la présence :

- d'alcools : ex. Géraniol, Linalol, Cédrol,
- d'esters : ex. Acétate de linalyle,
- de cétones-oxydes : ex. Eucalyptote, etc...

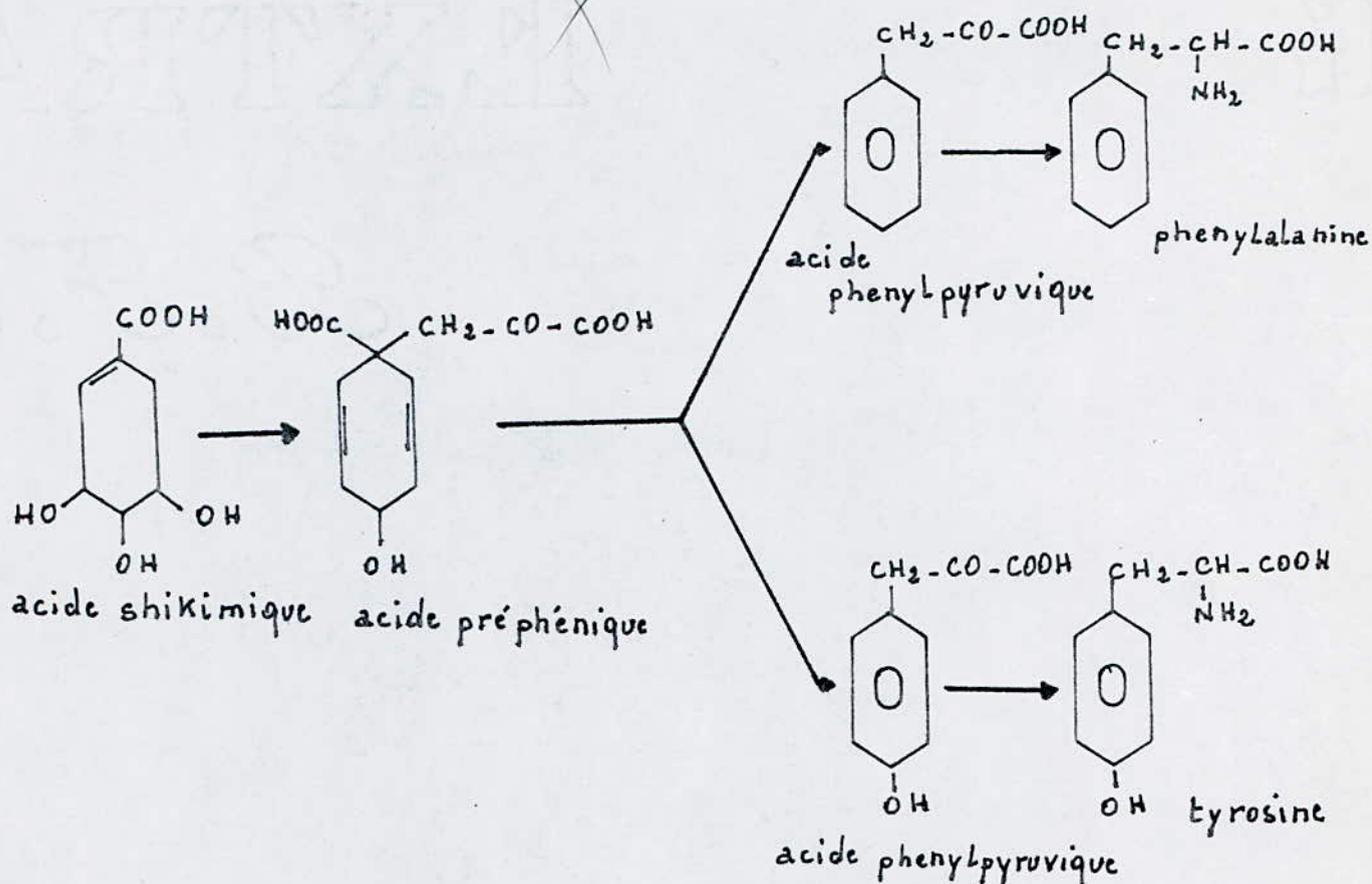
A noter que quelques composés (thymol, carvacrol) : bien que possédant une structure aromatique, ont une origine terpénique.

b) Composés aromatiques dérivés du phénylpropane :

Les huiles essentielles renferment aussi des composés aromatiques plus particulièrement des composés "phénylpropanoïdes" dont la biogénèse est différente de celle des terpènes.

● BIOGENESE :

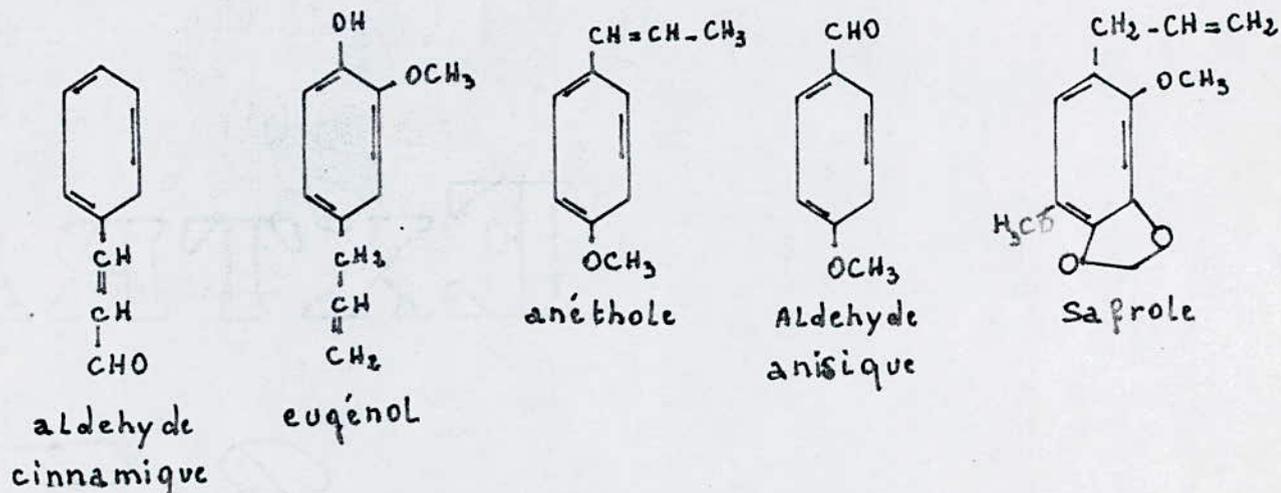
Par fixation d'acide pyruvique $2 \text{CH}_3 - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{OH}$, l'acide shikimique conduit à l'acide préphénique, précurseur de la phénylpropane. Sont obtenus ainsi divers composés naturels, certains possèdent dans leur chaîne latérale, une liaison éthylénique : $\text{C}_6 - \text{C}_1$ dérivent également de la série du phénylpropane par dégradation oxydative de la chaîne en C_3 . (4)



● Exemples :

Parmi les divers composés aromatiques dérivés du phénylpropane et présents dans les huiles essentielles, on peut citer :

- l'acide et l'aldéhyde cinnamiques (essence de cannelle),
- l'eugénol (essence de girofle),
- l'anéthole et l'aldéhyde anisique (l'huile essentielle de badiane, d'anis et de fenouil),
- le safrole (l'huile essentielle de sassafras).



c) Divers :

Entrent également en faible proportion dans la constitution des huiles essentielles :

- des acides organiques de faible poids moléculaire : acides acétique, valérique et isovalérique...,
- des cétones de faible poids moléculaire,
- des coumarines volatils (ex : bergaptène)(4)

d) Conclusion :

Comme nous venons de le voir, la composition chimique des huiles essentielles est très complexe, elle appelle plusieurs remarques :

- En fait, la plupart des constituants sont d'origine terpénique ; seul un petit nombre d'essences (ex : essence de cannelle, essence de giroflier) contiennent une majorité de composés aromatiques.
- Parmi les constituants très nombreux d'une huile essentielle (leur nombre dépasse souvent la centaine), l'un domine généralement : les essences de badiane et d'anis par exemple renferment environ 95 % d'anéthole.
- A l'intérieur d'une même espèce végétale, on observe des variations chimiques (qualitatives et quantitatives) parfois importantes, ayant conduit à admettre l'existence de races chimiques : c'est le cas notamment des thyms à thymol, à géraniol, à linalol, etc....
- La composition chimique des huiles essentielles varie encore de façon appréciable avec le milieu, l'époque de la végétation; elle peut se modifier au cours de l'obtention ; en effet, NAVES (8) dit que toutes les parties de l'appareil distillatoire sont siège de modifications chimiques et physiques. Ces modifications sont d'autant plus accusées que la distillation est plus longue. La composition chimique peut être également modifiée durant la conservation d'où la nécessité de les conserver dans des flacons bien bouchés, à l'abri de la lumière et de les renouveler chaque année. Il est préférable de manipuler ces huiles à basses températures.

A 4.- Propriétés physiques :

Malgré leurs différences de constitution, les huiles essentielles possèdent en commun un certain nombre de propriétés physiques :

- . Ce sont généralement des liquides à température ambiante.
- . Leur volatilité les oppose aux huiles fixes tels que les lipides ; cette propriété engendre le caractère odorant et la possibilité de les obtenir par entraînement à la vapeur d'eau.
- . Elles sont généralement incolores ou jaune pâle quand elles viennent d'être préparées. Il existe cependant quelques exceptions, exemple : huile essentielle à azulène de coloration bleue.

X
• Leur densité est souvent inférieure à 1, seules trois huiles essentielles officielles ont une densité supérieure à celle de l'eau : ce sont les huiles essentielles de cannelle, de giroflier, de sassafras.
Cette propriété permet de donner une idée sur la composition des huiles essentielles, par exemple :

- une densité 0,90 forte proportion de terpène
- une densité 0,90 présence de composés appartenant à la série aromatique. (5)

- Elles possèdent un indice de réfraction souvent élevé et sont douées de pouvoir rotatoire.
- Peu solubles dans l'eau, elles lui communiquent cependant leur odeur (eaux distillées aromatiques) ; elles sont solubles dans les alcools de titres élevés, solubles dans les huiles fixes (lipides) et dans la plupart des solvants organiques.
- Elles sont très altérables, sensibles à l'oxydation (mais ne rancissent pas). Elles ont tendance à se polymériser en donnant lieu à la formation de produit résineux. Elles sont donc de conservation limitée. (4)

A 5.- Mode d'obtention :

Parmi les divers procédés d'extraction des huiles essentielles, deux seulement sont admis par la Pharmacopée Française ainsi que par l'A.F.N.O.R. et l'I.S.O. :

- l'expression à froid du péricarpe frais de certains citrus,
- l'entraînement à la vapeur d'eau.

a - Expression à froid :

L'essence est extraite du péricarpe frais d'agrumes par différents modes d'expression : dans l'industrie, on procède aujourd'hui par scarifications mécaniques et l'entraînement de l'huile essentielle par un courant d'eau. L'essence est séparée par décantation.

b - Entraînement à la vapeur d'eau :

La plante ou partie de la plante souvent contusée et placée dans un alambic est traversée par un courant de vapeur d'eau ; les principes volatils, peu solubles dans l'eau, sont entraînés et après condensation, séparés du distillat par décantation.

Ce mode d'obtention sera traité de façon plus théorique dans un chapitre ultérieur.

Il existe cependant une variante de cette méthode appelée hydrodistillation qui consiste à placer la drogue directement dans l'eau portée ensuite à ébullition. Cette technique est réservée au dosage des huiles essentielles dans les drogues végétales.

c - Autres procédés :

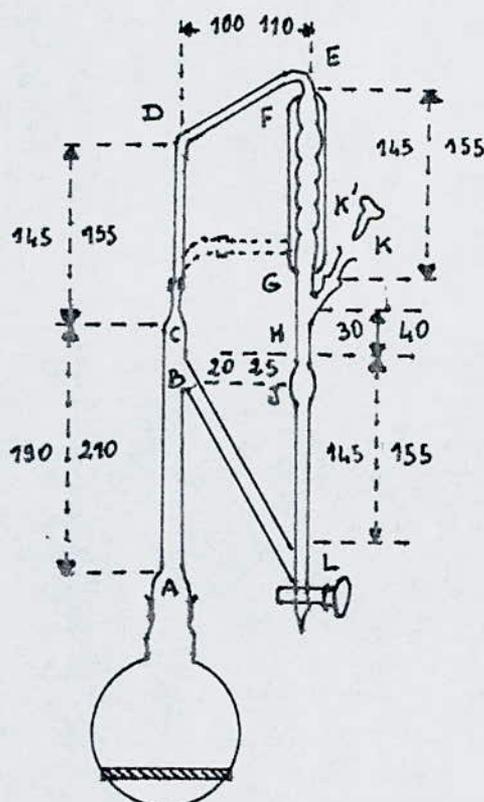
- Enfleurage : Les organes fragiles (fleurs d'oranger, pétales de rose) sont mis en contact à la température ambiante avec un corps gras (saindoux) qui se sature en essence au bout de quelques jours. La pommade obtenue est épuisée par l'alcool absolu (dans lequel les corps gras sont très peu solubles). L'alcool est ensuite évaporé sous vide.
- Extraction par les solvants organiques volatils : Les solvants les plus utilisés sont les carbures aliphatiques (pentane, hexane) ou des carbures aromatiques (benzène). On opère le plus souvent à la température ordinaire. C'est une méthode de plus en plus utilisée dans l'industrie des parfums.

A 6.- Caractérisation, dosage :a - Mise en évidence de l'huile essentielle dans les coupes d'organes végétaux :

Elle s'effectue à l'aide des colorants lipophiles comme le Soudan III qui colore en rouge les gouttelettes d'essence.

b - Dosage de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau :

Il consiste à séparer par hydrodistillation l'essence contenue dans une quantité déterminée du matériel végétal. L'extraction se fait dans un appareil normalisé et dans des conditions bien définies. La méthode diffère légèrement suivant que la densité de l'essence est nettement inférieure à celle de l'eau, ou bien voisine ou supérieure à celle de l'eau.



Appareil (Ph. Fsc., 1^{re} Ed.) de dosage des huiles essentielles dans les drogues végétales [les cotes sont indiquées en mm]/..

c - Essai des huiles essentielles après leur isolement :

Il consiste à :

- vérifier les caractères organoleptiques (couleur, odeur, etc...),
- déterminer les constantes physiques (point de congélation, densité, pouvoir rotatoire, indice de réfraction),
- faire des essais de solubilités dans l'alcool,
- déterminer les indices chimiques : indice d'acidité, d'esters, etc...

D'autre part, pour chaque huile essentielle, l'identification des principaux constituants se fait par chromatographie sur couche mince et par chromatographie en phase gazeuse.

Cette dernière (CPG) permet une évaluation quantitative et qualitative de la composition chimique des essences. On utilise des colonnes traditionnelles, remplies avec des phases stationnaires imprégnées (ex : 5 % de polyéthylène glycol ou Carbowax). Les séparations les plus fines sont obtenues avec des colonnes capillaires.

Le dosage des constituants principaux est parfois préconisé et fait appel le plus souvent à des méthodes physico-chimiques.

A 7.- Propriétés physiologiques :

La diversité des constituants présents dans les huiles essentielles entraîne des activités physiologiques variées :

- . Certaines huiles essentielles agissent au niveau du tube digestif :
Ce sont des stomachiques eupeptiques, carminatifs (ex : essence de Badiane, Menthe, Verveine) ; d'autres sont cholagogues ou cholérétiques (Sauge) ; d'autres encore sont vermifuges (Tanaisie, Chénopode).
- . Certaines ont des propriétés antiseptiques :
 - * Au niveau respiratoire (les huiles essentielles de Pin, d'Eucalyptus, de Niaouli),
 - * au niveau des voies urinaires (huile essentielle de Buchu).
- . Quelques-unes ont des propriétés stimulantes du système nerveux central. L'exemple le plus important est celui des plantes à anéthole.
- . D'autres, enfin, sont actives en usage externe, comme anti-inflammatoire, cicatrisant... (Lavande, Romarin, Sauge).

Toxicité :

Plusieurs huiles essentielles sont connues pour leur toxicité : c'est le cas par exemple, des essences à anéthole à action convulsivante à forte dose ; il en est de même des essences à thuyone (Thuya, Cèdre, Absinthe).

Notons que les essences absorbées seules comme médicaments en usage interne (Aromathérapie), peuvent présenter une certaine toxicité. (4)

A 8.- Emplois :

- 1 - En pharmacie : Les drogues à huiles essentielles peuvent être utilisées :
- . pour leurs actions physiologiques,
 - en nature (Menthe, Verveine, Camomille...),
 - pour l'extraction de l'essence ; l'usage est externe ou interne ; dans ce dernier cas rappelons qu'il faut être prudent car la plupart des huiles essentielles ne sont pas dénuées de toxicité.
 - . Pour l'isolement de certains constituants (Eugénol, Anéthole...).
 - . Comme excipients ou adjuvants de nombreux médicaments, notamment les pommades.
- 2 - Dans l'industrie :
- . Parfumerie et cosmétologie : De nombreux parfums sont toujours naturels et certaines huiles essentielles constituent des "bases" de parfums irremplaçables, ex : Rose, Jasmin, Vétiver...
 - . Alimentation : Les huiles essentielles sont très utilisées comme aromatisants des aliments (jus de fruits, pâtisseries,...). (4)

II B - LA MATIERE VEGETALE :

L'huile essentielle est rapportée à une espèce botanique dont l'identification est souvent difficile. En effet, il est rare de trouver dans une population donnée deux individus absolument identiques, les plantes constituant une espèce pouvant inclure des centaines et parfois des milliers de combinaisons génétiques (8)(9).

Les modifications peuvent être apportées par :

- * Les hybridations : qui introduisent l'hétérogénéité dans un peuplement végétal. La composition des huiles essentielles de ces hybrides est très variable et se situe en général entre celle des huiles essentielles des parents.
- * Les races chimiques : pour une même espèce botanique, il peut exister plusieurs races chimiques ou "chemotypes" qui pourront fournir des huiles essentielles différentes par leur composition.
- * Facteurs de mutation : une race chimique nouvelle peut apparaître par mutation et provoquer des modifications profondes dans la composition de l'huile essentielle.
- * Facteurs écologiques et géographiques : des différences quantitatives peuvent apparaître dans la composition d'huile essentielle de végétaux acclimatés dans des zones géographiques différentes.
- * Les variations ontogéniques : sont également importantes. Des modifications à la fois qualitatives et quantitatives se produisent au cours de la croissance du cycle annuel du végétal. La période de récolte et l'âge du végétal interviennent également sur le rendement et la composition de l'huile essentielle.
- * Traumatisme ou parasitisme du végétal : il apporte des modifications dans le rapport des constituants des huiles essentielles. En effet, le composé odorant à l'état de liberté dans la plante peut subir des modifications qui changent sa nature, il est déshydraté, étherifié, oxydé, cyclisé avec une simple piqûre d'un insecte.



* Le site producteur de l'huile essentielle : il peut influencer sur le rendement et la composition chimique. Citons l'exemple du Cyprès pour lequel le rendement en huile essentielle des feuilles, tiges et cônes varie entre 0,3 et 0,8 avec prédominance du carène, tandis que pour l'huile essentielle du bois il est de 2,55 avec prédominance de l'éther méthylique du Carvacrol. (10)

B 1.- Présentation botanique du Cèdre :

Promenons-nous dans la région méditerranéenne, zone de climats tempérés chauds, intercalés entre les climats tropicaux et les climats tempérés. La couverture boisée est certes générale en théorie, mais très discontinue du fait de l'action de l'homme; nous y trouvons, en nous bornant aux essences principales une gamme très variée d'arbustes résineux et feuillus, des plus humbles et effacés aux plus majestueux et décoratifs.

Le cèdre est l'un de ces derniers, qui attirent l'attention depuis les montagnes de l'Atlas marocain, au voisinage de l'Atlantique, jusqu'aux confins gigantesques de l'Himalaya.

Il impressionne par ses dimensions, qui en font le géant de la montagne avec plus de 60 mètres de hauteur au NEPAL, plus de 40 m au MAROC. Dans tous les parcs et forêts célèbres, des sujets remarquables sont baptisés, vénérés... (11)

a - Classification :

Le genre cedrus est représenté par quatre espèces :

- * En Afrique du Nord : Cedrus Atlantica Manetti
- * Au Proche-Orient : Cedrus Libani, Barrel en Turquie, Syrie et au Liban
- * Cedrus brevifolia Dode à Chypre
- * Cedrus deodora Loudon dans l'Himalaya occidental

Nous nous limitons à la description du cèdre de l'Atlas :

Embranchement	: Gymnospermes
Ordre	: Coniférales
Sous-ordre	: Orbiétales
Famille	: Pinaceae
Genre	: Cedrus
Espèce	: Cedrus atlantica manetti
Nom arabe	: Arz

b - Caractères botaniques :

Le cèdre de l'Atlas est un arbre monoïque de première grandeur. En massif et pendant la jeunesse, le tronc est cône et droit. A l'état isolé et chez les sujets

↑
âgés, le cèdre prend la forme tabulaire et tortueuse, son écorce est grise. Les feuilles en rameaux, couleur glaugue ; celles-ci sont de 1 à 2 cm de long et vivent généralement 3 ans. Le cône ovoïde long de 5 à 8 cm dressé vers le ciel au sommet aplati ou déprimé.

A un an, il est vert bleuâtre ou pourpré ; à 2 ans marron clair ou foncé. (12)

c - Exigences écologiques :

- * Climat : Parmi les facteurs climatiques, les précipitations estivales ont un rôle déterminant. Le cèdre, sauf au stade de plantule, supporte facilement les variations de températures, de même que les limites assez prononcées de minima et maxima.
- * Sol : Le cèdre paraît indifférent à la nature chimique des sols. Il s'accommode de tous, qu'ils soient siliceux ou calcaires.
La constitution physique du sol a un rôle plus déterminant. Le cèdre a une prédilection marquée pour les sols meubles ou caillouteux, la jeune plantule y pénètre aisément, s'y développe rapidement en résistant aux rigueurs des premiers étés.
Le cèdre redoute les terrains mouilleux, les sols à molinie, les cuvettes argileuses mal drainées.
Du point de vue exposition, le cèdre a une préférence prononcée pour les adrets ensoleillés et chauds. (13)

d - Qualités et usage :

Le bois de cèdre est lourd, uni, compact et résineux, susceptible d'acquérir un très bon poli, d'une densité de 0,6 à 0,8 ; il est jaune brun, son odeur spéciale est due à la térébenthine qui imprègne ses tissus et qui lui assure ainsi une très longue durée.

Il est doué d'une grande résistance mécanique, à l'adversité (champignons, parasites), aux feux, aux troupeaux grâce à une faculté de régénération développée et enfin il a été rendu célèbre par des exploitations massives de son bois utile et imputrescible.

On le fait servir à la charpente, à la confection des ponts, des bateaux et à l'ébénisterie. On en fait aussi des boiseries et il est d'autant meilleur pour la construction des armoires que son odeur aromatique et son amertume qui se communiquent à tout ce qu'on y renferme, empêchent les insectes de jamais y déposer leurs oeufs.

La résine retirée du cèdre était un des principaux ingrédients des embaumements égyptiens. C'est, selon DIOSCORIDE, un remède souverain pour les maux d'yeux, de dents et la morsure des serpents et animaux venimeux (14). De la souche, on distille traditionnellement un goudron (nom arabe KATRANE قاطران), utilisé pour les peaux de chèvre et remèdes.

B 2.- Le cèdre de l'Atlas en Algérie :

Cette espèce constitue sinon une espèce, du moins une variété distincte du cèdre. Elle forme en Algérie presque exclusivement, la végétation forestière des montagnes supérieures de la province de Constantine. C'est dans la forêt de Teniet-el-Haad que le cèdre de l'Atlas atteint ses plus belles dimensions. C'est l'espèce la plus avantageuse du point de vue forestier, sa croissance est rapide ; en outre, son bois

possède des qualités citées auparavant. Les cédraies s'étendent en Algérie comme ci-dessous : les plus importants massifs sont ceux des Aurès et de Belezma, puis viennent les massifs de moindre importance en superficie : Djebel Lezreg, Ouled Yacoub, chaîne du Hodna, Guelthiana, Ouled Khelil, Rigna Dohra, les Babors, Djurdjura, Chréa, Teniet-el-Haad et l'Ouarsenis. (12)

Actuellement les forêts de cèdre occupent une superficie d'environ 23.000 ha, soit 2 % de la surface des forêts en Algérie. (12)

La production des forêts naturelles en Algérie n'est malheureusement pas connue. Pour les plantations dans l'étage humide et sur versant Nord dans l'Atlas Blidéen, la production moyenne des deux peuplements a été mesurée à 8 m³/ha/an.

a - Le cèdre de Djurdjura :

L'association du cèdre qui a subi toutes sortes de dégradations ne subsiste qu'en lambeaux disséminés le long des crêtes, essentiellement sur le versant Sud du Djurdjura. Celle-ci faisant partie intégrante des sites pittoresques du parc national. Le cèdre sur calcaire est exclusif du Djurdjura, il se présente principalement sous deux faciès, la cédraie pure et la cédraie mélangée. (15)

b - Etude du milieu physique du Djurdjura :

* Climat : la zone du parc national du Djurdjura appartient à l'étage bioclimatique humide frais mais la diversité des parties montagneuses, de situations, d'altitudes et d'expositions variées crée des microclimats multiples. Les données climatiques font défaut au niveau du parc. Ceci est dû à l'inexistence de stations météorologiques au niveau de la zone.

Cependant une étude a été entreprise pour la région de Tikjda pour une période de 10 années, les constatations sont les suivantes :

- pluviométrie : le mois le plus arrosé est Janvier et le plus sec est Août, tout en notant l'irrégularité des précipitations.
- Neige : elle tombe en moyenne 15 jours/an, l'épaisseur de la couche varie de 30 cm à 1,5 m environ, la rétention nivale en hiver est de 20 à 30 jours elle peut persister jusqu'en Mai.
- Température : la zone du parc national du Djurdjura est caractérisée par un hiver doux excepté les zones de hautes altitudes où la moyenne des températures minimales en Janvier est de -3°C à -8°C. La température du mois de Juillet varie de 22 à 24°C et quand le sirocco souffle, elle atteint 40°C.
- Vents : la vitesse moyenne annuelle du vent varie de 1,3 à 3 m/s ; cependant le printemps paraît plus venteux.
- Sirocco : ces vents chauds et secs sont fréquents surtout en été, le nombre de jours varie de 40 à 60 j/an ; il peut souffler plusieurs jours de suite (jusqu'à 10 jours).

* Géologie : Le Djurdjura forme l'élément principal d'une grande unité structurale appelée chaîne calcaire kabyle. Il représente la couverture sédimentaire fortement plissée et fracturée du massif métamorphique. L'ossature de ce massif est essentiellement liasique et calcaire. Le parc national du Djurdjura est pratiquement constitué de terrains sédimentaires qui sont surtout des vases argileuses, boues calcaires, sable, galets, qui ont donné des argiles, des schistes, des marnes, des calcaires, des grès et des conglomérats. (15)

II C - LA DISTILLATION PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR :

La mixon de deux liquides immiscibles ne conduit pas à une phase liquide homogène, mais à deux couches superposées. Pour la séparation d'un tel mélange, il ne serait pas nécessaire de faire appel à la distillation, mais les lois régissant l'équilibre entre les deux phases liquides sont à la base d'une technique spéciale de distillation appelée entraînement à la vapeur ou distillation à la vapeur ou codistillation.

Raisonnons par exemple sur le binaire toluène-eau :

Placés dans un ballon, ils forment deux couches superposées complètement insolubles l'une dans l'autre. Mais supposons que l'agitation soit suffisante pour que ces deux liquides viennent au contact de la phase vapeur, maintenue à une pression constante, égale, par exemple à la pression atmosphérique.

Quelle est la composition de la phase vapeur ?

Quelle est la température d'ébullition ?

L'expérience confirme l'énoncé suivant :

" Tout se passe comme si chaque substance se vaporisait seule, indépendamment de l'autre", ce qui s'énonce encore :

" La pression partielle de chaque substance est égale à sa pression de vapeur à la température considérée."

$$P_1 = P_1^\circ \quad \text{avec } P = P_1 + P_2$$

$$P_2 = P_2^\circ$$

A une pression d'une ou quelques atmosphères, il est justifié de considérer que la phase vapeur obéit à la loi des gaz parfaits. Il en résulte que la composition de la phase vapeur est déterminée par application de la loi de DALTON,

$$Y_1 \quad \frac{P_1}{P} = \frac{P_1^\circ}{P} \quad \text{où } Y : \text{ est la fraction molaire du constituant } i$$

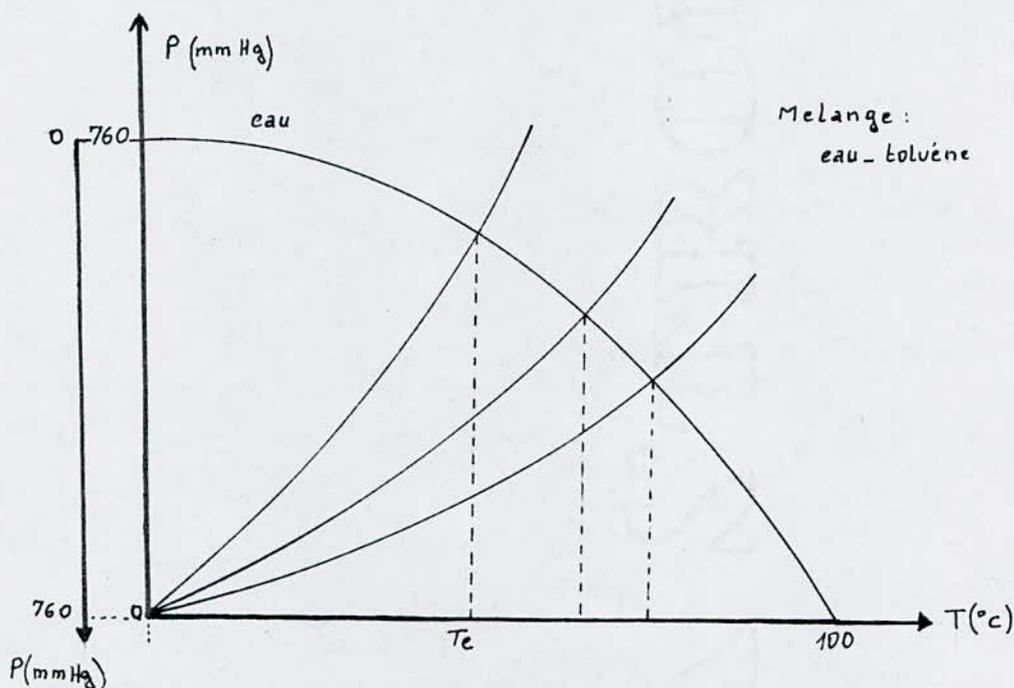
et

$$Y_2 \quad \frac{P_2}{P} = \frac{P_2^\circ}{P} \quad 0 \quad Y_1 \quad 1$$

La composition de la phase vapeur est donc indépendante de la composition de la phase liquide, et reste constante tant que les deux constituants sont présents dans la phase liquide. D'où la réponse à la première question.

Il reste à déterminer la température d'ébullition ; pour faciliter ce travail, nous utilisons la méthode de HAUSBRAND qui consiste à porter la courbe de pression de vapeur de l'eau sur un diagramme transparent, que nous placerons en inversant les ordonnées, sur le diagramme des pressions de vapeur de toutes les substances organiques.

La distance entre les deux axes de températures sera prise égale à la pression totale (760 mm Hg, dans ce cas). Les températures d'ébullition seront données par l'intersection de la courbe de l'eau avec les autres courbes.



La température d'ébullition ainsi trouvée est indépendante de la composition de la phase liquide. (16)

Méthodes générales de la distillation :

Aucune investigation n'a été développée concernant le processus par lequel la vapeur isole actuellement les huiles essentielles à partir de plantes aromatiques.

Il est communément assuré que la vapeur pénètre les tissus de la plante et vaporise toutes les substances volatiles. Si cela s'avérait vrai, l'isolation de l'huile à partir des plantes par hydrodistillation apparaîtrait comme le plus simple des processus requérant une quantité suffisante de vapeur. Malheureusement, ceci n'est pas vrai puisque l'hydrodistillation des plantes élimine quelques propriétés physico-chimiques qui seront discutées plus loin.

Il a été développé dans l'industrie des huiles essentielles une terminologie qui distingue trois types de distillation. Elles se réfèrent à :

- distillation à l'eau
- distillation à la vapeur et à l'eau
- distillation directe à la vapeur ou entraînement à la vapeur

Originellement, introduits par VON RECHENBERG, les termes ci-dessus sont établis dans l'industrie des huiles essentielles et seront, alors, retenus dans notre discussion.

1 - Distillation à l'eau :

Quand cette méthode est utilisée, la matière à distiller est en contact direct avec l'eau bouillante. Elle peut flotter ou être complètement immergée dans l'eau, dépendant de sa densité et de la quantité de matière mise par charge. L'eau est amenée à l'ébullition par chauffage direct par l'une des méthodes usuelles (feu direct ...). La principale caractéristique est le contact direct entre la matière et l'eau bouillante. Plusieurs plantes (roses, pulpes d'oranges) sont obligatoirement distillées quand elles sont complètement immergées et se meuvent librement dans l'eau bouillante, car dans le cas de l'entraînement à la vapeur ces plantes formeraient de larges morceaux compacts, à travers lesquels la vapeur ne pourrait pas pénétrer.

2 - Distillation combinée (eau + vapeur) :

Quand cette deuxième méthode est utilisée, la plante est sur un plateau perforé. La partie basse de l'appareil est remplie avec de l'eau, jusqu'à un niveau qui est au-dessous du plateau.

L'eau peut être chauffée par l'une des méthodes décrites précédemment. La vapeur saturée, dans ce cas humide des basses pressions pénètre à travers la plante. Les caractéristiques de cette méthode sont :

- 1.- La vapeur est toujours complètement saturée, fraîche et jamais surchauffée.
- 2.- La plante est en contact avec la vapeur seulement et non avec l'eau bouillante.

3 - Entraînement à la vapeur :

Cette troisième méthode, connue sous le nom d'entraînement à la vapeur ou distillation directe à la vapeur, ressemble à la deuxième méthode excepté qu'il n'y a pas d'eau au bas de la cucurbitte.

De la vapeur fraîche, saturée ou surchauffée, et fréquemment à des pressions plus hautes que l'atmosphère, est introduite à travers un col de vapeur en-dessous de la charge et continue ascendante à travers la charge en-dessous du plateau perforé.

Aussi loin que le processus de distillation lui-même et du point de vue purement théorique, il n'y aurait pas de différences fondamentales entre les trois méthodes.

Il existe, cependant, certaines variations dans la pratique et particulièrement dans les valeurs des propriétés physico-chimiques, qui dans plusieurs cas sont considérables ; elles dépendent de la méthode employée, car certaines réactions peuvent arriver durant la distillation.

Les principaux effets accompagnant l'hydrodistillation sont :

- 1.- Diffusion des huiles essentielles et eau chaude à travers les membranes de plante, d'où le terme d'hydrodiffusion.
- 2.- Hydrolyse de certains composants de l'huile essentielle.
- 3.- Décomposition de certains constituants occasionnée par la chaleur.

Effets de l'hydrodiffusion lors de la distillation de la plante :

Après que la plante soit soigneusement préparée, une partie de l'huile essentielle est seulement présente aux surfaces de la matière et est immédiatement extraite par la vapeur. Le reste de l'huile arrive à la surface, une fois que la vapeur diffuse à travers la moindre couche de tissu de la plante.

Le terme diffusion est causée par des forces vives des molécules.

Quand deux substances ne sont pas séparées par un "mur" ou diaphragme, le terme "diffusion libre" est appliqué. La diffusion à travers une membrane perméable est appelée osmose. Notons que le diaphragme peut posséder une perméabilité sélective ou totale.

La distillation de la plante par entraînement à la vapeur est donc régi par le processus de diffusion et principalement par le phénomène d'osmose.

Lors de la distillation de la plante, la vapeur surchauffée ne pénètre pas les cellules de la membrane sèche, seule la vapeur humide ou saturée peut libérer l'huile volatile contenue dans ces cellules.

Cependant une vapeur surchauffée peut pénétrer une plante sèche à condition de la réduire en poudre et par conséquent de détruire ces "murs".

Des résultats complètement différents sont obtenus en trempant la plante dans l'eau. L'échange de vapeur à l'intérieur du tissu des plantes fraîches est basé principalement sur leur perméabilité pour différents degrés de gonflement.

En accord avec VON RECHENBERG, seul le phénomène d'osmose limité aux huiles volatiles peut prendre place aux températures ordinaires.

Cela est prouvé par le trempage d'épices sèches non divisées, dans l'eau froide durant un ou deux jours. Après décantation de la solution, le rendement en huile, est négligeable car toute l'essence est retenue à l'intérieur des tissus de la plante.

Si, par ailleurs, les épices sont réduites en poudre de façon à détruire "les murs" des cellules, l'eau ainsi recueillie contient des quantités considérables d'huiles essentielles. La distillation offre de meilleures conditions pour l'osmose de l'huile, car les hautes températures et le mouvement de la vapeur, causé par les fluctuations de la pression à l'intérieur de la cucurbitte, accélèrent les forces de diffusion au point de recueillir la majorité des huiles contenues dans les cellules sécrétrices.

L'effet des hautes températures peut être expliqué, en trempant les épices dans l'eau chaude ; le rendement de l'huile est meilleur que dans l'eau froide.

VON RECHENBERG décrit le processus d'hydrodiffusion, dans le cas de la distillation de la plante, comme suit :

A la température d'ébullition de l'eau, une part des huiles volatiles se dissolvent dans l'eau présente à l'intérieur des glandes. Cette solution eau-huile s'insinue par osmose, à travers les membranes gonflés et finalement atteint la surface extérieure où l'huile est vaporisée au contact de la température élevée régnant dans la cucurbitte. La vapeur d'eau pénètre les membranes ainsi perméables afin de remplacer l'huile vaporisée et va servir de solvant à une autre quantité d'huile contenue dans la cellule pour former alors une solution eau-huile. De même que ci-dessus, la solution s'insinue par osmose, et se vaporise. Ce processus continue jusqu'à épuisement de toute l'huile contenue dans les cellules.

Les différentes volatilités et solubilités des composants de l'huile n'influent pas beaucoup sur sa vitesse de vaporisation lors de l'hydrodistillation de la plante. Si l'assomption de VON RECHENBERG est correcte, les constituants de l'huile contenue dans les tissus de la plante, dont les températures d'ébullition ainsi que les solubilités dans l'eau sont élevées distillent avant les constituants à basses températures d'ébullition et solubilités dans l'eau.

Cela a été justifié par la distillation à la vapeur des graines de carvi, finement divisées ou non. La graine non divisée donnera en premier, le constituant ayant une haute température d'ébullition et le plus soluble dans l'eau ; il s'agit du carvone. Ce n'est que plus tard que viendra le limonène possédant une basse température d'ébullition mais moins soluble dans l'eau.

Avec la graine divisée l'opposé est vrai, à savoir la première fraction distillée sera le limonène, puis le carvone.

La distillation des graines de carvi non divisées requiert presque le double du temps que celui des graines divisées. L'explication la plus simple de ce phénomène est que les actes d'hydrodiffusion sont plus lents lors de la distillation des graines non divisées car toutes les huiles volatiles enfermées à l'intérieur des tissus de la plante sont d'abord amenées à la surface des graines par hydrodiffusion.

Il est connu et montré par expérience, que la division des graines conduit à un rendement élevé d'huile. Cependant, ceci n'implique pas forcément que la matière non divisée donne toujours des rendements d'huile très bas.

En effet, VON RECHENBERG a trempé des graines de carvi non divisées dans de l'eau tiède jusqu'à devenir molles, puis ont été distillées avec de la vapeur saturée à la pression de 5 atmosphères dans un appareillage isolé. Il a alors obtenu un rendement d'huile très légèrement inférieur à celui de la distillation des graines divisées. Cette sensible différence est due exclusivement au carvone qui a été resinifié durant de longues heures requises pour la distillation des graines non divisées.

La présence de beaucoup d'eau est distinctement bénéfique, de sorte qu'il augmente le taux d'élimination d'huile essentielle par distillation, il apparaîtrait, à partir de ce fait que la distillation à l'eau et la distillation combinée (eau + vapeur) serait préférable à l'entraînement à la vapeur.

Cependant, la température maximale qui peut être obtenue avec la distillation à l'eau et la distillation combinée est légèrement limitée par la pression régnant dans l'appareillage, qui généralement est égale à la pression atmosphérique.

Effet de l'hydrolyse lors de la distillation de la plante :

Le second effet accompagnant la distillation de la plante est l'hydrolyse. Elle peut être définie comme étant une réaction chimique entre l'eau et certains constituants des huiles essentielles.

Ces produits naturels sont très souvent des esters, composants d'acides organiques et d'alcools.

En présence d'eau, et particulièrement à température élevée, les esters tendent à réagir avec l'eau pour former des parents d'acides et d'alcools.

Deux faits caractéristiques sont importants pour la détermination de l'effet de ces réactions durant la distillation. Les réactions ne sont pas complètes, de sorte que seule une partie de l'ester réagit ; ainsi quand l'équilibre est atteint, il y aura présence dans le système d'esters, d'eau, d'alcools et d'acides.

Similairement, si seuls les alcools et les acides ont été présents au départ, les quatre constituants seraient présents quand l'équilibre serait établi.

La relation entre les concentrations des constituants variés à l'équilibre peut être définie comme suit :

$$K = \frac{(\text{alcool})(\text{acide})}{(\text{ester})(\text{eau})}$$

où K = constante d'équilibre à la température fixée

() = concentration molaire à l'équilibre

Par conséquent, si la quantité d'eau est importante, les quantités d'alcool et acide seraient également importantes et l'hydrolyse aura une étendue considérable. De ce fait, le rendement en huile essentielle sera diminué. C'est l'un des principaux inconvénients de la distillation à l'eau. Par contre, dans le cas de la distillation à la vapeur et à l'eau, le degré d'hydrolyse est très petit ; il est même plus petit avec la distillation à la vapeur et particulièrement à la vapeur légèrement sèche. Une seconde caractéristique importante des réactions d'hydrolyse lors de la distillation des huiles essentielles est qu'elles possèdent des vitesses mesurables, puisque les réactions ne se font pas instantanément mais dépendent du temps de contact entre l'huile et l'eau.

Cela s'avère particulièrement vrai pour les courtes périodes de contact. Un autre inconvénient évident de la distillation à l'eau est que le temps de contact entre l'huile et l'eau est important.

Effet de la chaleur lors de la distillation de la plante :

Le troisième effet important accompagnant la distillation est l'influence de la température sur les huiles essentielles.

La pression de la distillation (atmosphérique, excessive ou réduite) peut être sélectionnée à bien, mais la température du mélange vapeur passant à travers la charge dans l'appareillage varie au cours de l'opération.

Elle est assez faible au début car les constituants ayant les plus bas points d'ébullition des substances volatiles, éliminées par division de la plante, vaporisent en premier. Les constituants aux plus hauts points d'ébullition commencent à prédominer dans les vapeurs, et comme la quantité d'huile contenue dans la vapeur diminue, la température s'élève graduellement, jusqu'à atteindre la vapeur saturée à une pression donnée.

Remarquons de plus, que tous les constituants de l'huile sont pratiquement instables à hautes températures. Dans l'ordre, pour obtenir la meilleure qualité de l'huile, il est nécessaire de s'assurer durant la distillation que l'huile essentielle est maintenue à basse température et qu'elle soit amenée à haute température en un temps, le plus court possible.

Conclusions :

Bien que les trois concepts de diffusion, hydrolyse et décomposition aient été considérés indépendamment les uns des autres, il est évident qu'en pratique ces trois facteurs arrivent simultanément, et ainsi ils s'affectent mutuellement.

Cela s'avère particulièrement vrai pour l'effet de la température. La vitesse de diffusion augmentera usuellement pour les plus hautes températures. La solubilité de l'huile essentielle dans plusieurs cas augmente avec la température. Il en est de même pour la vitesse et l'étendue de l'hydrolyse.

Comme les produits d'hydrolyse sont en général solubles dans l'eau, ils affecteront aussi le processus de diffusion.

En général, l'observation des principes connus mène aux meilleurs rendements, et à une qualité supérieure de l'huile essentielle :

- 1.- Maintenance à la plus basse température réalisable sans oublier cependant que le taux de production sera déterminé en fonction de la température.
- 2.- Dans le cas de l'entraînement à la vapeur, utiliser la plus petite quantité d'eau possible en contact direct avec la plante, tout en gardant à l'esprit que beaucoup d'eau serait présente pour promouvoir la diffusion.
- 3.- Une division parfaite de la plante avant la distillation, un chargement uniforme dans la cucurbitte augmenteraient l'efficacité.

Pour des installations à petite échelle, particulièrement des unités portables, la distillation à l'eau et la distillation combinée offrent l'avantage de la simplicité d'équipement. La dernière méthode est rapidement remplacée par la distillation à l'eau, car une meilleure qualité, un meilleur rendement de l'huile et un grand taux de vaporisation sont obtenus.

Pour de grandes installations et fixes, l'entraînement à la vapeur offre incontestablement les meilleurs avantages. Les plantes contenant des huiles à hauts points d'ébullition, comme celles contenant des huiles à bas points d'ébullition, peuvent être traitées dans ce même équipement. (17)

II D - HUILE DU BOIS DE CEDRE :

D 1 - Distillation et rendement :

Aux Etats-Unis, le cèdre rouge, appelé aussi cèdre de Virginie atteint des hauteurs considérables : les arbres sont coupés en cylindres d'une longueur de 8 ft (2,6 m), cette taille est pratique pour le transport par les bateaux. Avant la distillation, le bois subit un traitement préalable, qui consiste à le faire passer dans des machines nettoyantes, puis des broyeuses et enfin des machines-marteaux ; le bois est alors prêt à être réduit en petites particules qui seront soufflées dans des cucurbites.

L'une des plus importantes distilleries d'huile de cèdre comprend 60 cucurbites, chacune a une hauteur de 10 ft (3,24 m) et une largeur de 6 ft (2 m). La pression dans la génératrice de vapeur est de 150 lb (10 atm), mais la vapeur entrant dans la cucurbite est de quelques pounds seulement (?).

La distillation dure 10 à 12 heures. Le condensat va d'abord dans le séparateur d'huile qui permettra une séparation automatique de l'huile vue sa densité inférieure à celle de l'eau de distillation; cette dernière sera cependant aromatisée. Le rendement à partir des chips ou de la sciure est de 2 à 2,5 %, la théorie prévoit un rendement de 3 %.

Les experts en distillation affirment, qu'une longue exposition de la sciure au soleil, réduit le rendement de l'huile, probablement par résinification. L'exposition de la sciure à une atmosphère humide conduit également à de faibles rendements, probablement du fait de la fermentation.

Une partie de l'huile de cèdre, obtenue dans l'un ou l'autre cas est trouble, décolorée, à laquelle il manque le caractère typique de l'huile de cèdre.

Pour éviter ces effets, la sciure est de préférence distillée dès qu'elle est préparée. La production de l'huile essentielle de bois de cèdre (cèdre de Virginie) dans le Sud-Est des Etats-Unis croît d'année en année. En 1950, la quantité était de 450,00 Lb (204 kg), en 1951, elle a dépassé 500 Lb (230 kg). (18)

D 2.- Méthodes améliorées pour maximiser la production d'huile de cèdre :

L'huile de cèdre a été, en un premier temps obtenue en distillant par entraînement à la vapeur d'eau des produits secondaires de l'industrie du bois, présentés généralement en sciure ou en copeaux.

Comme la demande en huile essentielle augmente continuellement, les produits secondaires ne suffisent plus, les distillateurs utilisent directement des troncs, d'autant plus que le rendement en huile de ces derniers est nettement supérieur à celui des chutes provenant de l'industrie du bois.

La distillation par entraînement à la vapeur d'eau à partir des sciures produit seulement 50 % des huiles existantes dans le tronc à l'état naturel.

En effet, les troncs de cèdre *Deodora* réduits en sciures ou copeaux ne donnent que 2 à 3 % d'huile en appliquant l'entraînement à la vapeur ; par contre, à partir des racines, le rendement est de 6 à 8 % pour une durée de 8 à 9 heures de distillation.

L'obtention de la totalité des huiles contenues dans le bois n'est possible que par une très longue distillation. Ce procédé n'est cependant pas économique puisque l'extraction de l'huile à une étape avancée est amoindrie, probablement à cause de la saturation des vapeurs en huile essentielle.

D'autres procédés d'extraction ont été étudiés afin d'améliorer le rendement de ces essences et par conséquent d'augmenter la production d'articles commerciaux, sans pour autant gaspiller la matière première. Il s'agit de l'extraction de l'huile par solvants organiques.

A cet effet, deux solvants ont été considérés ; le premier est l'éther de pétrole qui a la possibilité d'extraire complètement l'huile contenue dans le bois divisé, le second est l'alcool, qui en plus de l'huile, extrait également des substances résineuses qui sont considérées comme des impuretés. Ce sont ces dernières substances qui expliquent la couleur foncée de l'huile par rapport à celle obtenue avec l'éther de pétrole qui est d'un jaune pâle.

Il est donc important de noter que ce procédé d'extraction par solvant est d'autant plus avantageux du point de vue quantitatif que qualitatif.

De sorte que le rendement y est double, de celui de l'entraînement à la vapeur ; d'autre part, ses propriétés physico-chimiques sont aisément comparables à celles des huiles de références ou encore étalons, ce qui prouve une qualité supérieure de cette huile, renforcée par sa propriété olfactive qui d'ailleurs est remarquable. (19)

Pour donner un meilleur jugement de ces différentes méthodes d'extraction, des essais ont été réalisés :

1 - Distillation par entraînement à la vapeur d'eau :

On broie d'une manière grossière 70 kg de bois à une pression de 2,81 kg/cm² et durant 8 heures de distillation. On obtient finalement 5,2 l d'huile de cèdre, soit environ un rendement de 7,5 %.

2 - Extraction par solvant (éther de pétrole) :

De la même manière, on broie 2 kg de bois. L'extraction se fait 4 fois de suite dans un milieu froid, vu la volatilité élevée de l'éther de pétrole. Le solvant est ensuite éliminé par distillation sous vide (Teb de l'éther de pétrole est de 60 - 80°C). Le solvant est récupéré environ à 90 %.

3 - Extraction par l'alcool :

2 kg de bois sont réduits grossièrement, puis extraits dans un milieu froid par l'alcool. Ce dernier est ensuite séparé de l'huile par distillation sous vide. La récupération de l'alcool est également de 90 %.

Les résultats des extractions par les deux solvants sont décrits dans le tableau suivant (Tableau N° 1) :

	Grammes	% en poids de charge
- Extra obtenue avec de l'éther de pétrole	476	23,8
- Quantité d'huile de cèdre	372	18,6

- Extra obtenue avec l'alcool	764	38,2
- Quantité d'huile de cèdre	434	21,7

A l'aide des propriétés physico-chimiques des trois échantillons, il est possible de classer ces méthodes. En effet, les valeurs obtenues pour l'huile essentielle extraite par l'éther de pétrole sont supérieures à celles de l'huile produite par entraînement à la vapeur, elles-mêmes supérieures à celles de l'huile extraite par l'alcool.

Par ailleurs, la chromatographie en phase gazeuse, qui est une méthode infaillible, est employée pour comparer la qualité des trois huiles avec celle d'un produit commercial. De sorte que la seule différence notable est la variation des pourcentages de chacun des constituants qui restent cependant communs aux quatre échantillons.

D 3 - CONTRIBUTION A LA CONNAISSANCE DE L'HUILE ESSENTIELLE DE CEDRE :

3-1.- Composition chimique :

Comme il a été signalé dans le deuxième chapitre, 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.

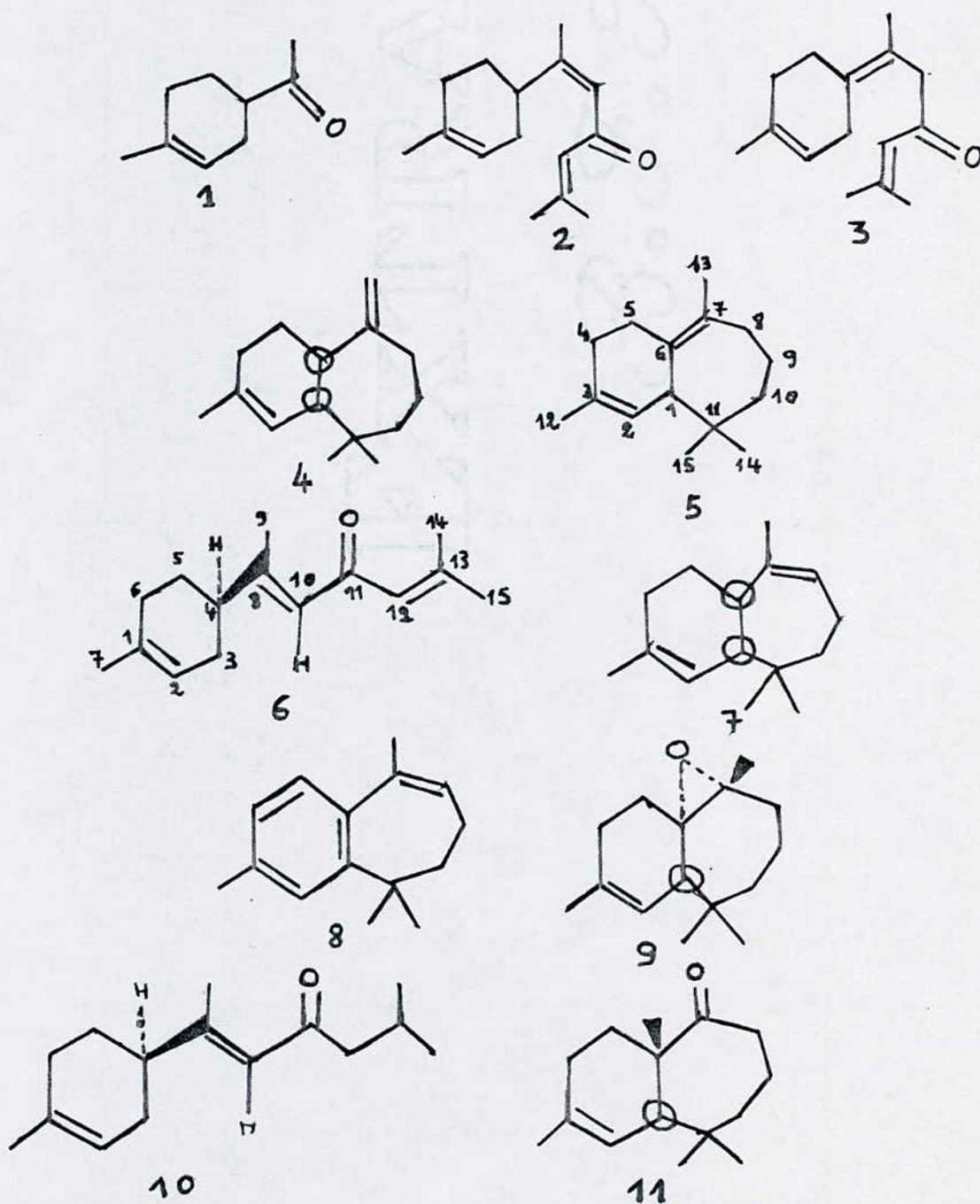
Pour illustrer ce fait, plusieurs types de cèdre ont été étudiés rigoureusement et ont fait l'objet d'articles et publications scientifiques cités en (20).

* Cèdre de l'Atlas :

En 1902, GRIMAL signala pour la première fois un constituant de l'huile essentielle de cèdre de l'Atlas : il s'agissait du méthyl-1 acétyl-4 cyclohexène formule 1. Au cours des années 1932-1934, A. PFAU et Pl. PLATTNER signalent la présence d'atlantone formule 2 et de -atlantone formule 3 comme cétones caractéristiques, à la fois dans le cèdre de l'Atlas (*cedrus atlantica*) et dans celui de l'Himalaya (*cedrus deodora*).

En 1961, J.B. BREIDENBERG et H. ERDMANN isolent l' - et le - himachalène formules 4 et 5 de l'essence de l'Atlas. Ces deux sesquiterpènes ont été isolés également de l'essence de l'Himalaya par SUKH DEV et collaborateurs, cité en (20).

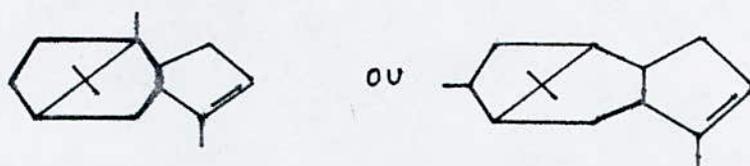
Au cours d'un travail, consistant à améliorer les connaissances sur la composition de l'essence de cèdre de l'Atlas, M. PLATTIER et P. TEISSEIRE isolent cinq nouveaux composés sesquiterpéniques. Il s'agit de deux nouveaux hydrocarbures qu'ils ont appelé -himachalène formule 7 et déhydro-7,8 aryl himachalène formule 8 ; de l' -époxy-6,7 himachalène-2,3 formule 9, de la dihydro-12,13 trans- -atlantone formule 10 et d'une cétone sesquiterpénique bicyclique dont la structure exacte n'a pu être déterminée avec une certitude absolue (faute d'une quantité suffisante de produit) et pour laquelle ils proposent la formule 11. (20)



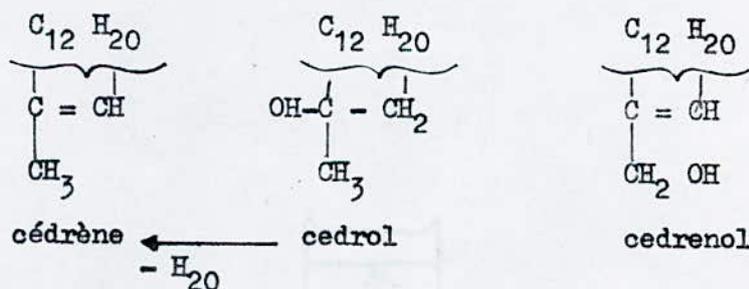
* Cèdre de Virginie :

La composition chimique de l'huile essentielle provenant du bois de cèdre *Juniperus Virginian* et les formules structurales des principaux constituants : cédrene, cédrol et cedrenol ont fait l'objet de plusieurs recherches récentes. Toutefois, en dépit des nombreux travaux effectués sous la direction d'experts en chimie des terpènes, entre autres SEMMLER, TREIBS, NAVES, RUZICKA, PLATTNER et leurs collaborateurs, il n'a pas été possible d'établir définitivement d'incontestables structures pour ces composés. Plusieurs configurations ont été proposées ces dernières années : mais aucune preuve absolue n'a été avancée au sujet de leur exactitude. Visiblement les structures suggérées pour le cédrene particulièrement ont été longuement discutées sans aboutir à un résultat définitif.

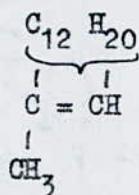
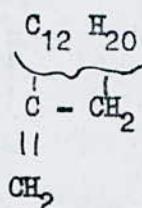
En 1948, PLATTNER propose deux formules pour le cédrene :



L'huile de bois de cèdre contient environ 80 % de cédrene $C_{15}H_{24}$ pour 3 à 4 % de cedrol $C_{15}H_{26}O$, et une faible quantité de cedrenol $C_{15}H_{24}O$ qui est un alcool sesquiterpénique primaire. Le cedrol se présente dans l'huile sous forme de cristaux et sous forme liquide, ces deux différentes formes prouvent l'existence d'isomères, mais chimiquement identiques. Quelques années avant, SEMMLER et collaborateurs montraient qu'il y avait une relation entre le cedrol, cédrene et cedrenol.



NAVES et collaborateurs ont démontré dernièrement que le cédrene isolé de l'huile de bois de cèdre par la distillation fractionnée consistait en une mixture de plusieurs isomères. Le principal composant (environ 75 %) est le α -cédrene qui est similaire au cédrene dit "artificiel" obtenu par la déshydratation du cedrol, un autre isomère aussi important est le β -cédrene.

 α -cédrène β -cédrène

En plus du α - et β -cédrène, le mélange d'isomères comporte également une faible quantité de sesquiterpènes bicycliques identiques au cédrène.

Si l'on considère le cedrol, cet alcool sesquiterpénique tertiaire $\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}$ est présent dans l'huile de bois comme il a été dit plus loin sous deux formes, cristaux et liquide ; cette dernière formule est appelée pseudocédrol. Ces deux types de cédrol sont nécessairement des stéréoisomères. (21)

Selon le laboratoire de cosmétologie YVES ROCHER (22), l'essence de cèdre de Virginie 100 %, pure et naturelle possède la composition chimique suivante :

α -cédrène	: 20 à 25 %
β -cédrène	: 4 à 8 %
Thuyopsène	: 13 à 18 %
Cédrol	: 20 à 28 %
Widrol	: 3 à 6 %

* Cèdre du Texas :

L'huile de bois de cèdre Texan obtenue par entraînement à la vapeur contient approximativement les mêmes constituants que celui de Virginie mais des proportions différentes. Il est à noter, cependant, que le pourcentage en cédrol y est plus élevé. (21)

* Cèdre d'Afrique de l'Est :

Le principal constituant identifié actuellement est le cédrol dont le pourcentage est d'environ 38 %. Toutefois BECKLEY, prouve l'existence du pinène et du limonène (21).

* Cèdre blanc ou Arbre de vie :

Cet arbre est très répandu aux Etats-Unis, au Canada et récemment en France. Son huile comporte les principaux constituants suivants :

Fenchone, α -pinène, barnéol libre et esterifié, quercétol, myricétol, thuyone et d'un alcool sesquiterpénique, l'accidol. On y a mis également en évidence dernièrement la présence de flavonoïdes et glucosides de Kaemp-ferol. (23)

 α -pinène

thuyone

Remarque : En plus du bois, les feuilles de cèdre sont très utilisées vue la richesse de leurs composants. Cette huile a fait l'objet de plusieurs travaux de sorte qu'en 1962, IKEDA ne cite que 13 constituants de cette huile, alors qu'en 1985, YATAGAI en compte 32.

3-2.- Propriétés physico-chimiques :

Différentes huiles essentielles de bois de cèdre ont été étudiées, les propriétés physico-chimiques de celles-ci sont regroupées dans le tableau n° 2.

Quelques chercheurs se sont penchés sur les propriétés physico-chimiques des huiles essentielles dérivées du bois de cèdre de Virginie frais et vieux. Les résultats sont reportés dans le tableau n° 3 suivant :

Tableau n° 3 :

	<u>Bois frais</u>	<u>Bois vieux</u>
Densité à 20°C	0,9623	0,9406
Pouvoir rotatoire	- 25° 48'	- 52° 6'
Indice de réfraction à 20°C	1,5050	1,5020
Indice d'acide	1,25	0,26
Indice d'ester	2,67	0,87
Indice d'ester après acétylation	38,6	13,03
Ester contenu, calculé/cedryl acétate	1,25 %	0,47 %
Alcool libre contenu, calculé/cedrol	14,71 %	4,80 %
Alcool combiné contenu calculé/cedrol	1,05 %	0,40 %
Alcool total contenu, calculé/cedrol	15,76 %	5,20 %
Solubilité dans l'alcool 95 %	Toutes les proportions	1 part dans 5,5 vol.

TABLEAU N° 2

Propriétés physico-chimiques	Cèdre d'Atlas (Maroc)	Cèdre du Texas	Cèdre de Virginie	Cèdre du Sud-Est des U.S.A	Cèdre blanc ou Arbre de vie	Cèdre de l'Est africain	Cèdre de l'Afrique orientale	Cèdre de Hafti	Cèdre de l'Himalaya
Couleur	Jaune pâle	Brun à brun rougeâtre	Presque incolore	Jaune pâle	Incolore	Jaune à brun	Brun à brun foncé	Rougeâtre	Jaune pâle
Odeur	Boisée	Caractéristique	Balsamique	Caractéristique	Douceâtre	Caractéristique	Caractéristique	Balsamique	Balsamique
Densité	0,940 - 0,970 à 25° C	0,952 - 0,966 à 20° C	0,943 - 0,964 à 15° C	0,949 - 0,961 à 15° C	0,887 - 0,900 à 15° C	0,968 - 0,938 à 15° C	0,950 - 0,968 à 15° C	0,9512 à 15° C	0,9487 à 30° C
Pouvoir rotatoire	+ 35° - + 62°	-50° - - 32° à 20° C	-18°0' - - 42°0'	-25°27' - - 37°15'	+ 59° 25'	-16°0' - - 38°30'	+ 42° - + 62°	-15° 58'	+ 42 - + 65
Indice de réfraction	1,506 - 1,517 à 20° C	1,5050 - 1,5080 à 20° C	1,50 - 1,51 à 20° C	1,5030 - 1,5067 à 20° C	/	1,480 - 1,509 à 20° C	1,512 - 1,517 à 20° C	/	1,503 - 1,510 à 30° C
Indice d'acide	1	/	1,5	8 - 10 V (90%) 0,5 - 4,5 V (95%)	/	1 - 15	2	2,7	1
Indice d'ester	3 - 11	/	12	/	10,9	1 - 9	3 - 11	64	10 - 20
Indice d'ester après acétylation	30 - 46	/	26 - 68	/	39,1	70	30 - 46	5	20 - 40
Solubilité dans l'alcool	/	5 V d'éthanol à 90 % (V/V)	10 V - 20 V (90%) 7 V (95%)	/	10 V (80 %)	60 V (70 %) 1,6 V (80 %) 0,5-5 V (90 %)	/	/	/
Alcools totaux	10 à 20 %	/	/	/	/	/	/	/	/
Autres propriétés	Point d'éclair 110° C	/	Intervalle d'ébullition à P atm 264°-275° 84% 275°-280° 10%	/	/	Alcool contenu calculé/cédrool 36,27 - 33,55 %	/	/	/
Référence bibliographique	(25)	(26)	(21)	(21)	(21)	(21)	(27)	(27)	(19)

II E - Applications :

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

Ces propriétés varient d'une espèce à une autre ; ce point a été longuement discuté plus loin.

Néanmoins, nous citerons sous ce titre, l'utilisation des huiles issues d'arbre de cèdre de différentes régions.

* Cèdre d'Atlas : Son essence est utilisée comme antiseptique, balsamique 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 shampooings pour cheveux gras. (28)

* Cèdre blanc : Elle est employée en teinture ou en extrait liquide comme astrigent et antihémorroïdaire comme pour le cyprès. Elle possède de plus des propriétés emménagogues dues à la Thuyone.

L'essence a des propriétés également vésicantes, elle est pour cela utilisée en usage externe contre les papillomes et les verrues.

A haute dose, c'est un poison nerveux. (29)

* Cèdre américain (Virginie, Texas, Sud-Est américain) : Son huile est largement utilisée en parfumerie, pour embaumer les savons, déodorants, désinfectants, insecticides. Elle est aussi très utilisée dans la fabrication des produits d'entretien comme les nettoyants pour cuir, pour parquets, ...

Elle entre également dans la composition des graisses lubrifiantes. (21)

* Feuilles : L'huile essentielle aromatique extraite de la drogue est antiseptique et utilisée parfois à ce titre dans les affections des voies respiratoires surtout en Allemagne fédérale.

Cette huile est employée pour des préparations dermatologiques, surtout pour les cheveux gras, exemples : (29)

- Savon dermatologique Klorane
- Savon SIFAP
- Shampooing cèdre-soufre Ducray
- Shampooing Hégor Lacharte
- Shampooing Mikaderm Loire
- Shampooing Roja

Notons que l'huile de cèdre, quelle que soit son origine, reste un excellent fixateur de parfums. Pour mieux toucher l'importance de cette propriété, il serait nécessaire de donner une composition globale d'un parfum bien préparé (30). Il comporte:

- * un complexe fruité, léger, souvent composé d'essence d'aurentiées, de 10 à 20 %,
- * le parfum proprement dit, 60 à 85 %,
- * un fixateur, en quantité variable, mais adapté à la famille florale du parfum.

Cependant, à titre d'exemple, nous emprunterons à certains documents les formules suivantes qui permettront de concevoir comment on arrive à composer un parfum.

Jacinthe synthétique bon marché à l'usage des savons (31) :

Bromostyrène	4
Aldéhyde alpha-amyloinnamique	12
Terpinéol	10
Acétate de benzyle	10
Géraniol	10
Alcool phényléthylique	15
Ionone totale brute non rectifiée	4
Phénylacétate de méthyle	2
Coumarine	3
Undecalactone 1/10	2
Hydrocitronellal technique	8
Cèdre d'Amérique	8
	100

Complexes de rose bon marché : (31)

Géraniol	8
Alcool phényléthylique	20
Essence de bois de rose (Linalol)	8
Acétate de trichlorométhylphénylcarbinyle	2
Acide phénylacétique	2
Salicylate d'amyloinnamique	7
Undecalactone 1/10	2
Aldéhyde alpha-amyloinnamique	8
Terpinéol	15
Naphtolate d'éthyle	3
Musc xylène	2
Cèdre	7
Eugénol	3
Scatole 1/100	1
Acétate de benzyle	10
Coumarine	2
	100

Complexes de lilas bon marché pour savons : (31)

Jasmin synthétique	35
Terpinéol	25
Aldéhyde anisique	4
Alcool anisique	8
Héliotropine	8
Alcool cinnamique	7
Essence de Cananga	8
Essence de cèdre	5
	100

C H A P I T R E I I I

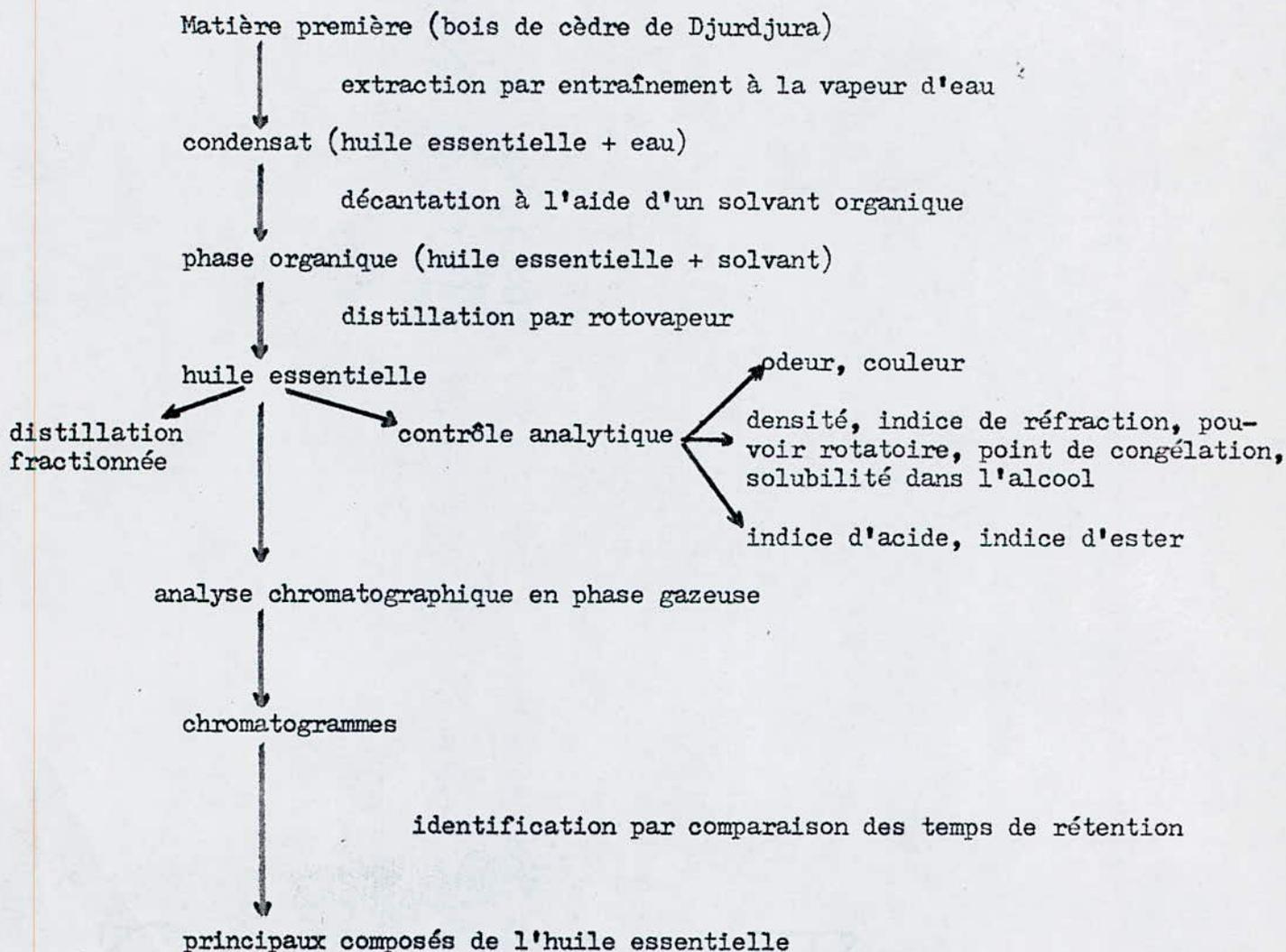
ETUDE EXPERIMENTALE

INTRODUCTION :

L'objectif de notre travail est de pouvoir déterminer les conditions opératoires optimum d'un appareil distillatoire conçu et réalisé par un étudiant du Département de Génie Chimique E.N.P. (2), appliqué à l'extraction de l'huile essentielle de bois de cèdre algérien ; ceci en un premier temps. En un deuxième, nous nous préoccupons de l'identification de cette huile ainsi extraite tant du point de vue physico-chimique que constitution chimique.

Les principales étapes d l'étude sont schématisées ci-dessous :

Schéma directeur des principales étapes de l'étude



A - METHODES ET APPAREILLAGES

A 1.- Matériel végétal : Le bois de cèdre utilisé le long de notre étude est issu d'un même tronc d'arbre, nous éliminons ainsi toutes les variations qui pourraient surgir des facteurs écologiques ou ontogéniques.

Ce tronc a été trouvé au Parc National de Djurdjura, en pleine nature et dépourvu de son écorce. Il avait un diamètre d'environ 58 cm et une longueur de 83 cm. Son coeur était beaucoup plus foncé que l'aubier et son odeur était caractéristique et persistante.

Nous avons choisi cinq divisions différentes, tout à fait par hasard. Les dimensions sont moyennes dans une même division, elles sont données dans le tableau n° 4. Pour une meilleure comparaison de ces divisions, nous assimilons chaque particule à une sphère de même surface externe A_p et nous en déduisons ensuite le diamètre équivalent d_A .

Pour un parallélépipède $A_p = 2 (L \times l + l \times e + l \times e)$

où L : longueur

l : largeur

e : épaisseur

$$d_A = \left(\frac{A_p}{\pi} \right)^{\frac{1}{2}}$$

Tableau n° 4 :

Type de division	A	B	C	D	E
Longueur (mm)	50,1	21,7	48,5	42,2	-
Largeur (mm)	11,5	7,6	24,5	15,1	-
Epaisseur (mm)	10,5	5,4	2,9	0,75	-
Diamètre équivalent (mm)	27,9	14,3	29,8	36,9	0,93

Remarque : Le bois entier à savoir coeur et aubier est présent dans les divisions A, B, D et E ; seul le type C est constitué de l'aubier uniquement.

A 2.- Description de l'appareillage et mode opératoire :

* L'équipement distillatoire comporte les parties principales suivantes :

a - Alambic : Il présente deux parties essentielles ; l'une cylindrique appelée cucurbite ou porte-bagage, l'autre cônica appelée chapiteau qui se prolonge à sa partie supérieure par une conduite du mélange de vapeurs (eau - huile) nommée col de 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 anneaux permettant de fixer les plateaux qui ne sont autres que des disques circulaires perforés. Un distributeur de vapeur est placé au bas de la cucurbite sans pour autant toucher le fond, 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.

Il existe également un tube en verre, indiquant ainsi le niveau d'eau contenue dans la cucurbite.

b - Condenseur : C'est un cylindre en cuivre dans lequel pénètre par le sommet 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.

c - Génératrice de vapeur : Il s'agit dans notre cas d'une chaudière ayant la forme d'un parallélépipède comportant une entrée et une sortie d'eau, un thermomètre permettant de contrôler la température des vapeurs d'eau, une soupape de sécurité et un indicateur de niveau d'eau.

Le chauffage se fait grâce à 6 résistances alimentées par une tension de 230 volts.

L'ensemble est schématisé plus loin (schéma n° 3).

* Le mode opératoire adopté au cours de nos extractions est le suivant :

- peser la matière végétale et l'étaler uniformément sur chaque plateau par quantité égale ;
- placer les plateaux ainsi chargés dans l'alambic et fermer hermétiquement l'appareil;
- vérifier que le robinet de vidange au bas de la cucurbite est bien fermé afin d'éviter une éventuelle fuite de vapeur ;
- rincer abondamment la chaudière dans le but d'éliminer le calcaire et la rouille formés sur les résistances chauffantes et les parois de la chaudière ;
- la remplir ensuite d'eau jusqu'à un niveau fixe contrôlé par l'indicateur en verre ;
- alimenter les résistances en actionnant sur les disjoncteurs 1, 2 ou 3 suivant la puissance voulue ;
- placer une éprouvette graduée à la sortie du serpentín, s'assurer qu'il y a une deuxième éprouvette de rechange ;
- ouvrir l'eau de refroidissement ;
- chaque éprouvette remplie est transvasée dans un jerrican en verre muni d'un robinet à sa partie inférieure ;
- arrêter la distillation au moment où le distillat est de couleur limpide, prélevé dans un petit bécher propre, il ne doit pas adhérer sur les parois;
- Après refroidissement du système, vider et rincer la chaudière.
- Ouvrir l'alambic, vider les plateaux et vidanger l'eau condensée dans la cucurbite.
- A l'aide d'un solvant organique, séparer l'huile de l'eau en utilisant des ampoules à décanter.
- Distiller la phase légère qui est un mélange de solvant et d'huile dans un rotavapeur. La température de chauffe doit être approximativement égale à la température d'ébullition du solvant ainsi employé.

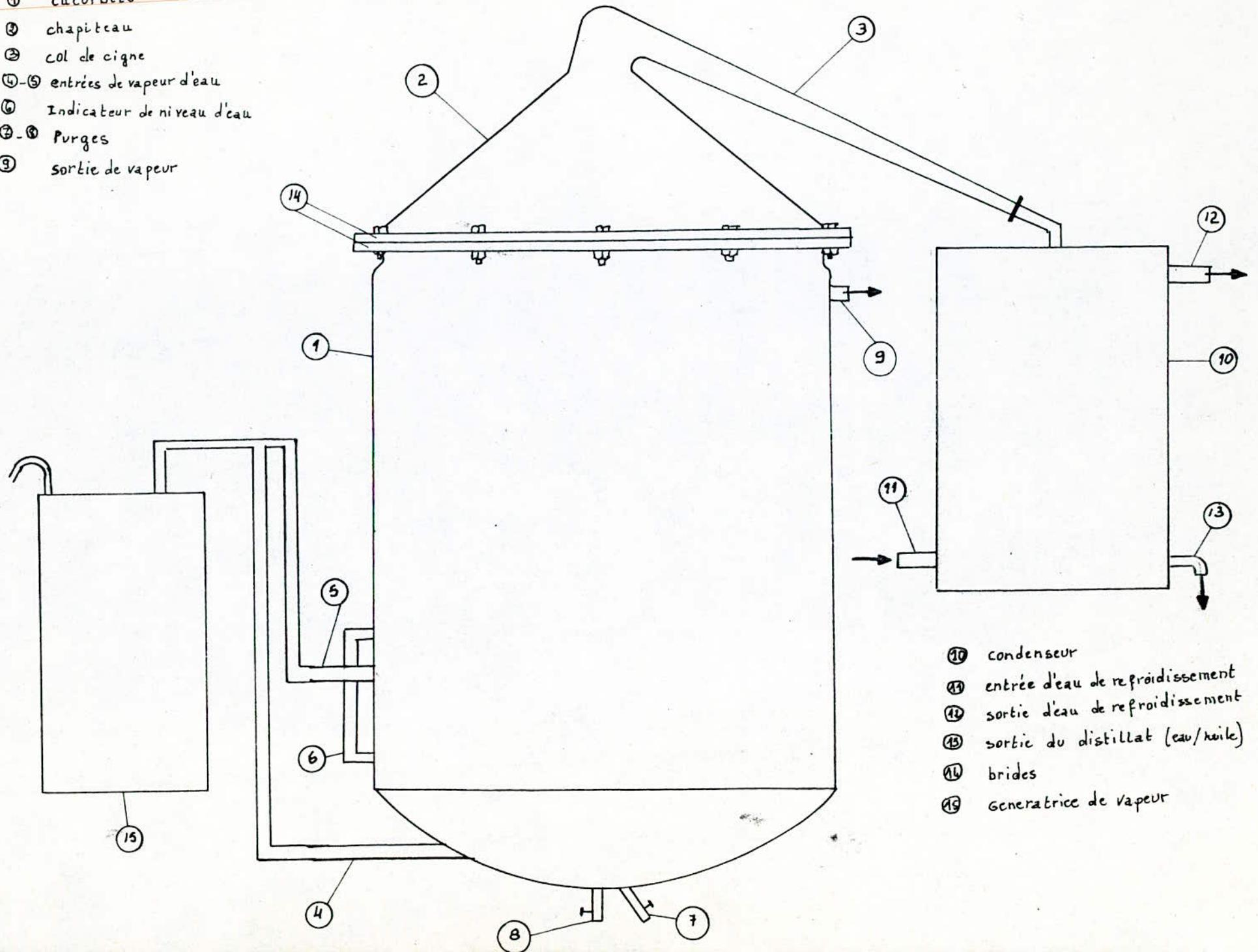
Remarques : * Il est nécessaire de détartre de temps en temps les résistances chauffantes de la chaudière, en rinçant d'abord avec de l'eau additionnée de quelques millilitres d'acide acétique, puis avec de l'eau en abondance.

* Nous avons prélevé deux fois l'eau de vidange de la cucurbite pour laquelle nous avons fait subir le même traitement que pour le distillat, dans le but de connaître la quantité d'huile piégée dans la cucurbite et par conséquent, de juger l'efficacité de l'appareillage.

* Lors de la décanterie du distillat, nous observons une faible couche entre la phase organique (solvant + huile) et la phase aqueuse (eau), il s'agit en fait d'une émulsion. Celle-ci est recueillie dans un décanteur dans lequel nous ajoutons de l'alcool éthylique. Une fois l'ensemble agité, nous n'obtenons qu'une solution liquide à deux phases. La phase organique est alors distillée à l'aide d'un rotavapeur, le produit obtenu est une résine assez visqueuse, ayant une couleur foncée. Elle a plutôt l'aspect d'un miel fondu.

SCHEMA n° 3 : APPAREIL DISTILLATOIRE

- ① cucurbitte
- ② chapiteau
- ③ col de cigne
- ④-⑤ entrées de vapeur d'eau
- ⑥ Indicateur de niveau d'eau
- ⑦-⑧ Purges
- ⑨ sortie de vapeur



- ⑩ condenseur
- ⑪ entrée d'eau de refroidissement
- ⑫ sortie d'eau de refroidissement
- ⑬ sortie du distillat (eau/huile)
- ⑭ brides
- ⑮ génératrice de vapeur

A 3.- Détermination des conditions opératoires optimales :

Pour trouver les conditions optimum d'extraction de l'huile essentielle de bois de cèdre, nous devons déterminer l'influence simultanée de plusieurs paramètres ; nous citons le degré de division, la charge par plateau et le débit de vapeur qui est lui-même relié à la puissance de chauffe. Le seul paramètre fixe est le temps de distillation, ainsi la comparaison peut être cohérente.

Bien évidemment, il existe d'autres paramètres pouvant être étudiés tels que la pression, la température ; mais pour cela, il faut apporter des modifications dans l'appareillage.

Une fois les paramètres optimum déterminés, nous pouvons étudier l'influence du type de solvant ainsi que du nombre de plateaux sur le rendement en huile.

a - Influence de la charge :

Sous ce titre nous étudierons les variations du rendement en huile dues au degré de division et à la disposition de la matière végétale sur les plateaux pour un débit de vapeur donné.

Pour une étude plus complète, nous avons considéré cinq divisions différentes du bois. Les dimensions de ces dernières ont été données plus loin (voir tableau n° 4).

Il est important de noter que la construction des plateaux ne nous permet pas d'utiliser certains degrés de division tels que la sciure ; qui n'est autre qu'une poudre qui passe facilement à travers les trous des plateaux.

Pour éviter ce problème, nous recouvrons ces derniers par une gaze afin de retenir les particules, tout en permettant une pénétration de la vapeur.

Par ailleurs, comme chacun de nous le sait, plus les dimensions des particules sont petites, plus le volume qu'elles occupent est grand, ceci pour une même charge.

De ce fait, le choix des charges autrement dit du poids de la matière végétale par plateau pour les différentes divisions varie énormément avec les dimensions. Pour une division donnée nous prenons comme charge maximum, la charge pour laquelle le plateau est recouvert uniformément sans être tassé.

Vu la variation gigantesque existant entre certaines divisions, nous ne pouvons malheureusement pas garder le même intervalle de charge pour les cinq divisions choisies. Les différents résultats obtenus sont regroupés dans le tableau n° 5.

Tableau N° 5 : Influence du rendement en huile en fonction de la charge pour un débit de vapeur = 1,2 l/h

Conditions opératoires	Degré de division	Charge plateau (en g)	Pourcentage en huile
- Puissance de chauffe = 2,31 Kw - Débit de vapeur = 1,2 l/h - Temps de distillation = 4 h.	A	200	2,37
		300	3,07
		400	2,18
		500	1,59
		600	1,15
	B	200	3,50
		300	4,43
		400	3,21
		500	2,28
		600	1,83
	C	100	0,85
		200	1,32
		300	0,99
		400	0,58
		500	0,32
		600	0,24
	D	50	4,25
		100	5,03
		150	4,53
		200	3,95
		300	2,61
	E	50	4,15
		100	4,99
		150	4,40
		200	4,05
300		3,65	

Graphique 121

rendement en huile en fonction de la charge pour debit de vapeur = 1,2 l/h

- ▲ A
- B
- C
- ⊙ D
- + E

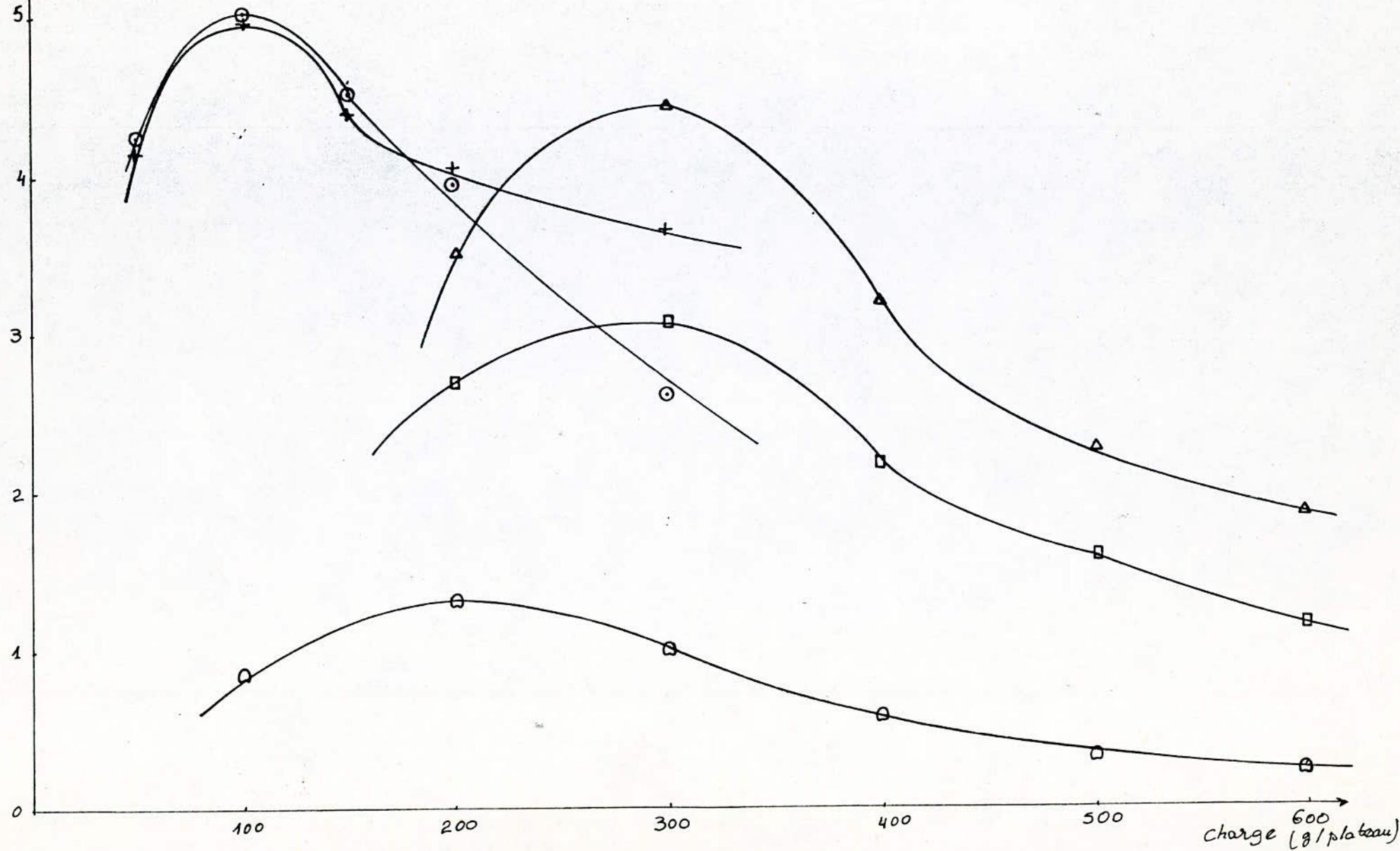


Tableau N° 6 : Influence du rendement en huile en fonction de la charge pour un débit de vapeur = 3 l/h.

Conditions opératoires	Degré de division	Charge plateau (en g)	Pourcentage en huile
- Puissance de chauffe = 4,62 Kw - Débit de vapeur = 3 l/h. - Temps de distillation : 4 h.	A	200	2,58
		300	3,26
		400	2,38
	B	200	3,82
		300	4,63
		400	3,40
	C	100	0,92
		200	1,73
		300	1,02
	D	50	4,45
		100	5,18
		150	4,80
	E	50	4,08
		100	5,04
		150	4,38

Tableau N° 7 : Influence du rendement en huile en fonction de la charge pour un débit = 6 l/h.

Conditions opératoires	Degré de division	Charge plateau (en g)	Pourcentage en huile
- P = 6,9 Kw - Débit de vapeur = 6 l/h - Temps de distillation : 4 h.	A	300	1,82
	B	300	2,23
	C	200	0,75
	D	100	3,93
	E	100	3,01

* Interprétation :

La première remarque qui nous vient à l'esprit est l'existence d'un rendement maximum pour chaque degré de division qui correspond en fait à la meilleure répartition de la matière végétale sur les plateaux. Dans ce cas précis, les particules de bois ne doivent pas coller les unes aux autres afin que la vapeur puisse s'infiltrer aisément à travers les trous.

Par ailleurs plus l'épaisseur de la particule est faible, plus le rendement en huile est amélioré, ceci est facilement prouvé en comparant les résultats obtenus pour les divisions A, B et D.

Le degré de division C ne peut pas entrer en comparaison avec le A, B et D, car il n'est constitué que de l'aubier.

De plus, le degré de division E, ne vérifie pas la règle citée plus haut ; non à cause de la nature du bois mais probablement à cause de son degré de pulvérisation. En effet, la matière étant réduite en poudre, permet de libérer l'huile contenue dans les cellules sécrétrices, ce qui paraît un avantage dans la mesure où elle est distillée juste après sa préparation. Alors que dans notre cas, elle a été conservée dans un endroit où règne l'humidité et par conséquent, l'huile a eu le temps de se résignifier ou peut être même de s'évaporer.

Néanmoins, si nous traçons le pourcentage en huile en fonction de la charge par plateau, pour les cinq degrés de division, nous verrons que l'allure des courbes reste inchangée (voir graphe N° 1).

Si à présent nous reprenons certains essais mais pour d'autres valeurs de débit de vapeur (tableaux n° 6 et n° 7), nous remarquons rapidement que le maximum en rendement correspond toujours à la même charge et confirme également ce qui a été supposé plus loin, à savoir que le rendement est meilleur pour une faible épaisseur des particules végétales.

Il reste à savoir comment varie le rendement en fonction de la surface d'échange total par plateau.

Afin de déterminer la surface d'échange pour une charge donnée (degré de division et masse fixés) nous procédons de la façon suivante :

- dans un gramme de division nous comptons en moyenne n particules de l'unité a une surface d'échange A_p
- Pour une masse donnée M , la surface d'échange totale par plateau = $A_p \times n \times M$

Exemple de calcul

pour le degré de division A :

- La surface d'échange d'une particule notée A_p est calculée comme suit :

$$A_p = 2 (e.l + e.L + L.l) \quad \text{où} \quad \begin{array}{l} e : \text{épaisseur de la particule} \\ l : \text{largeur de la particule} \\ L : \text{longueur de la particule} \end{array}$$

$$A_p = 2 (10,5 \times 11,5 + 10,5 \times 50,1 + 50,1 \times 11,5)$$

$$A_p = 2.446 \text{ mm}^2$$

Pour 1 g de division A il y a en moyenne 0,39 particules

Pour 300 g de division A la surface d'échange total par plateau est : $A_{p \text{ tot}}$

$$A_{p \text{ tot}} = 300 \times 0,39 \times 2446 = 286.182 \text{ mm}^2$$

Les différents résultats obtenus pour les autres divisions sont regroupés dans le tableau n° 8 :

Type de division	A	B	D
Surface d'échange d'une particule (mm ²)	2.446	646	1.360
Nombre de particules par (g) de charge	0,39	2,06	6,12
Masse par plateau (g)	300	300	100
Surface d'échange totale par plateau (mm ²)	286.182	399.401	832.559
Rendement % pour débit = 3 l/h	3,26	4,63	5,18
Diamètre équivalent (mm)	27,9	14,3	36,9

Ce tableau nous permet d'observer que le rendement en huile augmente avec la surface d'échange totale ; ce fait est probablement dû au phénomène de diffusion de la vapeur à travers les particules ; celui-ci paraît plus facile quand les dimensions sont

faibles particulièrement l'épaisseur. Par contre le rendement ne semble pas être lié au diamètre équivalent ; nous pensons que la diffusion, si elle avait lieu, serait plus importante suivant la verticale dans le sens de la vapeur ; ce qui revient à dire que la diffusion a lieu à travers l'épaisseur.

b - Influence du débit de vapeur :

La puissance de chauffe dépend du nombre de résistances chauffantes et du branchement électrique de ces dernières. Néanmoins, le débit de vapeur ne doit pas dépasser le seuil toléré par la construction du condenseur. Ne disposant que de six résistances seulement, nous ne pouvons pas considérer plusieurs valeurs de débit. Cependant trois valeurs de cette grandeur ont été appliquées (voir tableaux n° 5, 6 et 7).

Pour une meilleure visualisation de la variation du rendement en fonction du débit nous nous intéressons aux points maximum pour les différentes divisions. Ces derniers sont donnés dans le tableau n° 9.

Tableau n° 9 : Influence du rendement en fonction du débit de vapeur

Degré de division	Charge/plateau (g)	Rendement pour un débit 1,2 l/h	Rendement pour débit 3 l/h	Rendement pour un débit : 6 l/h
A	300	2,18	3,26	1,82
B	300	3,21	4,63	2,23
C	200	1,32	1,73	0,75
D	100	5,03	5,18	3,93
E	100	4,99	5,04	3,01

Nous pouvons constater à travers ce tableau qu'il existe comme pour la charge un maximum en débit de vapeur.

Il est possible que pour un faible débit, la quantité d'huile, extraite est difficilement entraînée par la vapeur au condenseur du fait qu'elle adhère aux parois du col de cygne ; autrement dit le débit de vapeur n'est pas assez fort pour surmonter les forces de frottements dus à la viscosité du mélange vapeur (eau-huile).

Cependant les grands débits non plus, ne sont pas souhaitables, puisqu'ils provoquent une diminution vertigineuse des rendements ; en effet, avec un grand débit, la vapeur pourrait créer des chemins préférentiels et donc le contact avec la matière végétale est amoindri.

Remarque : En se basant sur les différents essais effectués jusqu'à présent, nous en déduisons les conditions opératoires optimum, à savoir :

- * division D
- * débit de vapeur = 3 l/h
- * charge par plateau = 5,18
- * nombre de plateaux = 4
- * solvant : éther diéthylique
- * Le bois est issu d'un vieux tronc.

c - Choix du solvant :

Pour cela plusieurs facteurs sont à considérer, entre autres l'efficacité qu'il possède d'extraire l'huile ; ce qui se traduit par le rendement en gardant à l'esprit que tous les autres paramètres sont fixes. Le second est la qualité de l'huile obtenue, de sorte qu'elle peut varier d'un solvant à un autre.

Un troisième facteur à retenir est également le pourcentage de récupération de ce solvant après distillation, toujours dans le domaine économique, il est important de considérer un quatrième facteur qui est le prix de revient des solvants.

Dans l'industrie, il est très rare que le degré de toxicité vis-à-vis du manipulateur soit pris au sérieux ; ce qui est plutôt recherché est la qualité et la quantité du produit en faisant malheureusement abstraction du facteur santé.

Le choix d'un solvant paraît un problème assez délicat ; si nous venons à tenir compte de ces facteurs économiques et de santé. A cet effet, quatre solvants ont été étudiés pour les mêmes conditions opératoires optimum citées ci-dessus. Les différents renseignements recueillis sont dressés dans le tableau n° 10 :

Tableau N° 10 : Influence du rendement en fonction du solvant

Conditions opératoires	Solvant	Pourcentage en huile	Pourcentage de récupération	Toxicité	Prix du litre DA en 1976
- Degré de division = D	Ether diéthylique	5,18	62,3	moins élevé	7,70
- Charge/plateau = 100 g	Ether de pétrole	5,01	87,1	assez élevé	7,70
- Puissance de chauffe 4,62Kw	Benzène	4,86	98,6	très élevé	7,75
- Débit vapeur = 3 l/h - Temps de distillation = 4 h.	n-Hexane	4,98	93,5	moins élevé	23,20

En effet le tableau n° 10 montre bien cette ambiguïté à employer un solvant au lieu d'un autre. Cependant, celui qui est sensé être évité coûte que coûte est le benzène vue sa forte toxicité, de part son faible rendement en huile.

Un deuxième solvant à éviter également est le n-Hexane à cause de son prix excessif malgré son taux de récupération élevé.

Une exception est néanmoins tolérée pour ce solvant en question car il semblerait qu'il fournit la meilleure qualité.

Les deux solvants pouvant répondre aux exigences citées plus haut restent finalement les deux types d'éthers.

d - Influence du nombre de plateaux :

La constitution de l'alambic ne nous permet pas d'augmenter le nombre de plateaux qui est limité à quatre. Dans le but d'étudier la variation du rendement en fonction du nombre de plateaux, tous les autres paramètres étant fixés, nous sommes conduits à diminuer un à un ces plateaux.

Le tableau n° 11 regroupe les résultats fournis par ces essais :

Tableau N° 11 : Influence du rendement en fonction du nombre de plateaux

Conditions opératoires	Nombre de plateaux	Rendement en huile (%)
* Degré de division = D	4	5,18
* Charge/plateau = 100 g	3	5,13
* Puissance de chauffe = 4,62 Kw	2	5,08
* Débit de vapeur = 3 l/h	1	5,12
* Temps de distillation = 4 h.		

Nous observons une constance du rendement en huile quel que soit le nombre de plateaux utilisés, les légères variations existantes sont attribuées aux précisions de manipulation.

A partir de cette remarque nous pouvons dire que la quantité d'huile est proportionnelle à la charge totale utilisée, ceci pour des conditions opératoires bien déterminées.

De ce fait, nous pouvons estimer la quantité d'huile à obtenir avec n plateaux ou encore pour une quantité d'huile voulue, nous éviterons le gaspillage de matière végétale en utilisant le nombre correspondant de plateaux.

e - Localisation de l'huile dans le bois de cèdre :

Pour les conditions optimales déterminées auparavant, nous estimons nécessaire de rechercher la partie du bois donnant le meilleur rendement en essence. A cet effet, deux parties du même tronc sont prises en considération : le coeur et l'aubier.

Tableau N° 12 : Influence du rendement en fonction de la partie du tronc

Conditions opératoires	Partie du tronc	Rendement en huile %
* Degré de division = D * Charge/plateau = 100 g * Puissance de chauffe = 4,62 Kw * Débit de vapeur = 3 l/h * Temps de distillation = 4 h.	Coeur	5,26
	L'aubier	3,29
	Mélange	5,18

La couleur plus foncée du coeur par rapport à l'aubier d'un même tronc, nous mène à supposer qu'il renferme la plus importante, sinon la totalité de l'huile essentielle.

Le tableau N° 12, nous permet de vérifier la validité de cette supposition et nous renseigne également sur la distribution de l'essence dans les deux parties du tronc.

Malgré le meilleur rendement obtenu avec le coeur, nous proposons d'utiliser le mélange, car il est très difficile de supprimer l'aubier, d'autant plus que les rendements ne présentent pas une grande différence.

L'idéal serait par contre d'employer le coeur pour les extractions et l'aubier pour les menuiseries ou boiseries.

f - Influence de l'âge du tronc :

Il nous importe énormément de connaître la génération fournissant le maximum d'huile essentielle ; ce point nous permettra d'optimiser la matière végétale et d'éviter le plus possible la destruction inutile de certains arbustes.

Tableau N° 13 : Influence du rendement en fonction de l'âge du tronc

Conditions opératoires	Age du tronc	Rendement en huile %
* Degré de division = D * Charge/plateau = 100 g * Puissance de chauffe = 4,62 Kw * Débit de vapeur = 3 l/h * Temps de distillation = 4 h.	Vieux	5,18
	Jeune	1,82

Le tableau ci-dessus (tableau n° 13) montre parfaitement que sur le plan écologique, il serait beaucoup plus profitable pour l'industrie des huiles essentielles et pour l'environnement, d'utiliser les vieux cèdres délabrés, détruits par les intempéries ou autres que d'abattre des jeunes arbustes faisant la beauté et combien même la richesse de nos forêts.

Nous pensions par ailleurs, que l'huile se forme avec l'avancement d'âge du bois, ce qui est aisément prouvé par la nette différence entre les deux rendements.

f - Divers :

Deux constatations ont été soulevées au cours de nos essais :

- 1 - Comme il a été signalé plus loin, l'eau de vidange qui n'est autre que la vapeur condensée à l'arrêt de la distillation, a été décantée à l'aide d'un solvant comme pour le distillat. La quantité d'huile obtenue est relativement très faible, celle-ci varie d'un débit à un autre, le pourcentage est compris entre 0,045 à 0,06 % par rapport à la charge totale.

Ce faible rendement ne nous encourage pas à poursuivre la récupération de cette eau après chaque distillation.

A travers cet essai, nous prouvons bien la performance de cet appareil distillatoire.

- 2 - En plus de l'huile, le cèdre contient des substances résineuses, non solubles dans les quatre solvants considérés. Seul l'alcool éthylique peut les extraire. Quelques essais ont été réalisés afin d'avoir une idée sur la quantité de résine extraite du cèdre par entraînement à la vapeur. Les résultats obtenus sont décisifs : le cèdre est une plante à huile essentielle et non à résine puisque cette dernière est de l'ordre de 0,025 à 0,08 %.

B - ANALYSES

B 1.- Examen olfactif :

Si nous voulons contrôler l'odeur de corps connus, la méthode la plus simple consiste à comparer à l'état de dilution le composé avec un échantillon authentique aussi frais que possible.

S'il s'agit d'étudier les propriétés odorantes générales d'un corps, nous avons alors recours à la méthode des "minimum perceptible" : elle ne tient compte ni de la nature, ni de la nuance de l'odeur.

Le "minimum perceptible" est la plus petite quantité perceptible de la matière odorante contenue dans un litre d'air. (3)

Vu la complexité de cet examen, il ne doit être effectué que par un parfumeur responsable du contrôle de la qualité ou par un groupe de spécialistes.

Notons que cet essai est d'autant plus utile car avec le progrès de l'analyse et de la synthèse, on parvient à donner à une essence falsifiée les caractéristiques physico-chimiques d'une essence pure.

B 2.- Caractéristiques physiques :

a - Densité ou poids spécifique : C'est le rapport du poids d'un certain volume d'échantillon à une température t au poids du même volume d'eau à température standard. Le choix de l'état standard à 4°C permet l'identification des chiffres qui mesurent la densité et la masse volumique. (32)

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

Pour les mesures précises de densité, correspondant à quatre décimales exactes, nous utilisons de préférence le picnomètre ou méthode du flacon. Le picnomètre employé a un volume de 5 ml, les mesures sont faites à l'aide d'une balance digitale de haute précision (type sodorius) et à une température de 15°C .

b - Indice de réfraction : 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 20°C , sauf pour les huiles essentielles qui ne sont pas à l'état liquide à cette température. Dans ce cas, adopter les températures de 25°C ou de 30°C suivant les points de fusion des huiles essentielles considérées. (33)

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

c - Pouvoir rotatoire : Deux définitions sont applicables dans le cas des huiles essentielles :

Définition 1 : le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle α_D^t est l'angle, exprimé en milliradians ou en degrés d'angle, dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde $589,3 \text{ nm} \pm 0,3 \text{ nm}$, correspondant aux raies D du sodium, lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100 nm de l'huile essentielle dans des conditions déterminées de températures.

Définition 2 : le pouvoir rotatoire d'une huile essentielle en solution, dit aussi pouvoir rotatoire spécifique apparent (α) est le quotient du pouvoir rotatoire $\frac{t}{D}$ de la solution d'huile essentielle par la masse d'huile essentielle contenue dans l'unité de volume.

Dans ce cas précis les solvants utilisés afin de mettre en solution les huiles essentielles sont de préférence l'éthanol à 95 % (V/V) ou le tétrachlorure de carbone. Il est recommandé de vérifier que le solvant ainsi employé a un pouvoir rotatoire nul. (34)

Le polarimètre utilisé est à lecture digitale type OPTICAL ACTIVITY LTD, la cellule a un volume de 4 cc.

d - Point de congélation : C'est le degré le plus élevé auquel le thermomètre reste fixe pendant quelque temps, à la suite de son ascension rapide provoquée par le dégagement de chaleur provenant de la prise en masse de la substance. (3)

e - Solubilité dans l'alcool : Plusieurs définitions ont été données à ce sujet (35).

Définition 1 : une huile essentielle est dite miscible à V volumes et plus d'éthanol de titre alcoométrique déterminé, à la température de 20°C, lorsque le mélange de 1 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.

Définition 2 : une huile essentielle est dite miscible à V volumes d'éthanol de titre alcoométrique déterminé, à la température de 20°C, et se troublant par dilution à V' volumes lorsque le mélange de 1 volume de l'huile essentielle considérée avec V volumes de cet éthanol est limpide, puis devient trouble après addition graduelle de (V' - V) volumes d'éthanol de même titre, et demeure trouble si l'on poursuit l'addition d'éthanol jusqu'à un total de 20 volumes.

Définition 3 : une huile essentielle est dite miscible à V volumes d'éthanol de titre alcoométrique déterminé, à la température de 20°C, avec une trouble entre V' et V" volumes, lorsque le mélange de 1 volume de l'huile essentielle considérée avec V volumes de cet éthanol est limpide, devient trouble après addition graduelle de (V' - V) volumes d'éthanol de même titre, et redevient limpide après une nouvelle addition de (V" - V') volumes d'éthanol de même titre.

B 3.- Caractéristiques chimiques :

L'analyse chimique des composés odorants a pour objet la caractérisation et le dosage des constituants et surtout de ceux qui ont le plus de valeur.

Autrefois, on appliquait aux huiles essentielles des méthodes qui ne sont plus employées que dans l'analyse des matières grasses ; ainsi les indices d'iode et les réactions colorées n'ont vraiment aucune raison d'être avec les mélanges variés qui constituent les essences naturelles. On effectue aujourd'hui des déterminations précises citées ci-dessous :

- * les indices d'acidité, d'éther et de saponification
- * les quantités d'éther contenues dans cette essence
- * la proportion des alcools libres
- * la proportion d'alcool total quand il est en partie combiné
- * le dosage des aldéhydes et des cétones
- * le dosage des phénols
- * les indices de méthyle et d'éthyle.

Dans notre cas, nous nous limitons à la détermination des indices d'acide et d'ester à cause de la complexité des modes opératoires et du manque de produits nécessaires, tels que : phosphore rouge, acide arsénieux, acide iodhydrique, essence de térébenthine.

a - Indice d'acide :

- Définition : l'indice d'acide est le nombre de mg de potasse (KOH = 56) nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans 1 g de substance.
- Mode opératoire : pesons directement à l'aide d'une balance analytique $m = 0,10$ g d'huile essentielle dans une fiole cônique A de 100 cm^3 environ, nous y ajoutons 20 cm^3 d'alcool pour dissoudre l'huile. Nous mettons, d'autre part dans une fiole témoin B, la même quantité du même solvant (20 cm^3).

Nous ajoutons dans A et B trois gouttes de phtaléïne et nous titrons chaque essai par une solution de potasse décimale (N/10).

Soit : n_1 le nombre de cm^3 de potasse utilisée pour le virage dans la fiole A et n_2 dans la fiole B. La quantité de potasse utilisée pour neutraliser l'acidité libre de 0,1 g de substance est :

$$n = n_1 - n_2$$

La masse correspondante est : 5,6 n/1000 en grammes ; 5,6 n en milligrammes.

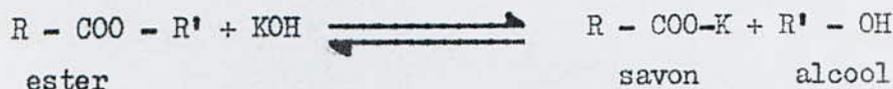
L'indice d'acide est donc :

$$I_A = 5,6 \frac{n_1 - n_2}{m} \quad m = 0,1 \text{ g} \quad (36)$$

b - Indice d'ester :

- Définition : L'indice d'ester est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire à effectuer la saponification totale des esters-sels contenus dans un gramme d'essence.

- Principe : La réaction est la suivante :



- Mode opératoire : Nous utilisons deux fioles coniques A et B. Dans A, par double pesée, nous pèserons $m = 0,1$ g d'huile et nous ajouterons $n = 10 \text{ cm}^3$ de potasse alcoolique demi-normale (N/2) mesurés à la pipette ($s_n = 1/20 \text{ cm}^3$). Dans la fiole témoin B, nous verserons de même $n' = 10 \text{ cm}^3$ de la même potasse.

Nous fermons chaque fiole avec un bouchon muni d'un long tube en verre (30 à 40 cm) et nous chauffons sur le même bain-marie pendant 1/2 heure. Nous laissons refroidir et nous ajoutons dans chaque fiole 2 cm^3 d'eau distillée. Si le liquide de la fiole A se trouble, c'est qu'il reste de l'ester non saponifié (ester soluble dans l'alcool mais insoluble dans l'eau). Nous ajoutons alors exactement 10 cm^3 de potasse alcoolique dans chaque récipient et nous remettons une 1/2 heure au bain-marie. Nous refroidissons, nous ajoutons à titre de sécurité 2 cm^3 d'eau distillée dans chaque fiole.

S'il n'y a plus de trouble dans A, nous ajoutons 3 gouttes de phtaléïne et nous titrons par une solution chlorhydrique demi-normale (N/2) ; soit n_1 le nombre de cm^3 de solution chlorhydrique nécessaire pour le virage.

Supposons que nous ayons utilisé seulement $n = 10 \text{ cm}^3$ (sinon nous prenons $n = 20 \text{ cm}^3$) de potasse. La masse $m = 0,10 \text{ g}$ d'ester a été saponifiée par :

$$(n - n_1) \text{ cm}^3 \text{ de potasse } N/2$$

Ou 1 litre de potasse demi-normale contient $56/2 = 28 \text{ g}$ de potasse $n - n_1 \text{ cm}^3$ contiennent donc : $(n - n_1) \frac{28}{1000} \text{ g} = (n - n_1) 28 \text{ mg}$

L'indice d'ester est donc :

$$IE = 28 \frac{n - n_1}{m} 10^3 \quad m = 0,1 \text{ g} \quad (36)$$

Les différents tests décrits antérieurement ont été faits pour chaque essence recueillie au cours de la détermination des conditions opératoires optimum. Les résultats obtenus pour la première série d'essais à savoir la variation de la charge pour un débit et un division fixés, sont reportés dans le tableau qui suit (tableau n° 14) :

Tableau N° 14 : Variation des propriétés physico-chimiques en fonction de la charge par plateau, les autres conditions opératoires étant fixées.

Conditions opératoires	Charge par plateau(g)	Densité à 15°C	Indice de réfraction à 20°C	Pouvoir rotatoire à 15°	P. de congélation°C	Indice acide	Indice ester	Solubilité dans alcool 90% V/V à 20°
*Division = A * Déb. vapeur = 1,2 l/h *P = 2,31 Kw * T. distill. = 4 h.	200	0,9532	1,5144	+42°22'	-7,6	3,24	3,58	5,2 V
	300	0,9539	1,5142	+41°44'	-7,5	2,8	3,66	5 V
	400	0,9537	1,5138	+41°20'	-7,5	3,08	3,69	5,2 V
	500	0,9528	1,5135	+42°55'	-7,4	2,8	3,64	5 V
	600	0,9541	1,5128	+41°56'	-7,5	2,8	3,58	5 V

Il paraît très clair que les valeurs de chaque propriété sont très proches les unes des autres et par conséquent nous pensons qu'il est plus utile de donner une valeur moyenne pour chacune des caractéristiques, puisqu'elles ne semblent pas dépendre de la charge par plateau.

A cet effet nous dressons le tableau n° 15 donnant les propriétés physico-chimiques moyennes pour les cinq degrés de division considérés, les autres conditions opératoires étant fixées.

Tableau N° 15 : Variation des propriétés physico-chimiques moyennes en fonction du degré de division, les autres conditions opératoires étant fixées (débit de vapeur = 1,2 l/h)

Conditions opératoires	Type de division	Densité à 15°C	Ind. de réfract. à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. de congélation (°C)	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90%V/V à 20° C
* Déb. vapeur = 1,2 l/h	A	0,9535	1,5137	+42°03'	- 7,5	2,94	3,63	5,1 V
* P = 2,31 Kw	B	0,9523	1,5145	+42°37'	- 7,3	2,24	3,58	5,1 V
* T. distill. = 4 h.	C	0,9487	1,5119	+41°55'	- 7,6	2,52	3,54	4,8 V
	D	0,9519	1,5115	+40°42'	- 7,1	2,38	3,64	5,0 V
	E	0,9581	1,5130	+42°16'	- 7,3	2,24	3,58	5,0 V

Nous remarquons aisément que les valeurs données sur chaque colonne, ne varient pas fortement, il semblerait même que les propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle de bois de cèdre ne sont pas énormément affectées par le changement du type de division. Nous pouvons donc résumer le tableau n° 15 en un tableau n° 16 qui donnera des intervalles au lieu de valeurs fixes pour chaque grandeur physico-chimique quel que soit son degré de division.

Tableau N° 16 : Valeurs des propriétés physico-chimiques de l'huile de cèdre algérien pour des conditions opératoires données (débit de vapeur = 1,2 l/h)

Conditions opératoires	Densité à 15°C	Ind. de réfraction à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. de congélation (°C)	Indice d'acide	Indice d'ester	Sol. dans l'alcool 90%V/V à 20°C
* Déb. vapeur = 1,2 l/h	0,9487 - 0,9581	1,5115 - 1,5145	+40°42' - +42°37'	- 7,1 - - 7,6	2,24 - 2,94	3,54 - 3,64	4,8 V - 5,1 V
* P = 2,31 Kw							
* T. distill. = 4 h.							

Voyons à présent ce qui advient de ces mêmes grandeurs physico-chimiques lorsque nous changeons les conditions opératoires à savoir le débit de vapeur.

A cet effet nous dressons le tableau n° 17 analogue au n° 15.

Tableau N° 17 : Variation des propriétés physico-chimiques en fonction du degré de division pour des conditions opératoires fixes (débit de vapeur = 3 l/h).

Conditions opératoires	Type de division	Densité à 15°C	Ind. réfraction à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. de congélation (°C)	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90% V/V à 20°C
* Déb. vapeur = 3 l/h * P = 4,62 KW * T. distillat. = 4 h.	A	0,9547	1,5140	+40°22'	- 7,4	2,80	3,24	5 V
	B	0,9558	1,5143	+43°07'	- 7,5	2,71	3,48	5 V
	C	0,9499	1,5138	+42°12'	- 7,5	2,61	3,46	5,1 V
	D	0,9544	1,5146	+40°39'	- 7,4	2,71	3,56	4,8 V
	E	0,9579	1,5112	+41°18'	- 7,6	2,80	3,54	4,8 V

Il est clair que dans ce cas également, nous voyons que la variation est tout aussi sensible et aléatoire que dans le tableau n° 15. Le tableau n° 18 regroupera les valeurs de propriétés sous forme de domaine.

Tableau N° 18 : Valeurs des propriétés physico-chimiques de l'essence de cèdre algérien pour des conditions opératoires fixées (débit de vapeur = 3 l/h).

Conditions opératoires	Densité à 15°C	Ind. de réfraction à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. de congélation (°C)	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90% V/V à 20°C
*Déb. vapeur = 3 l/h) * P = 4,62KW * T. distillat. = 4 h.	0,9499 - 0,9579	1,5112 - 1,5146	+40°22' - +43°07'	-7,4 - -7,6	2,61-2,80	3,24-3,56	4,8V-5,1V

Les mêmes constatations ont été établies pour le troisième débit de vapeur, les variations des propriétés sont regroupées dans le tableau n° 19.

Tableau N° 19 : Influence des débits de vapeur sur les propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle de bois de cèdre algérien.

Conditions opératoires	Densité à 15°C	Ind. réfraction à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. de congélation °C	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90% V/V à 20°C
* Déb. vapeur = 6 l/h * P = 6,9 KW * T. distillat. = 4 h.	0,9492- 0,9604	1,5097- 1,5155	+41°18'- +43°06'	-7,4-7,6	2,62-2,80	3,54-3,70	5V - 5,2 V
* Déb. vapeur = 3 l/h * P = 4,62 KW * T. distillat. = 4 h.	0,9499- 0,9579	1,5112- 1,5146	+40°22'- 43°07'	-7,4-7,6	2,61-2,80	3,24-3,56	4,8V - 5,1V
* Déb. vapeur = 1,2 l/h * P = 2,31 KW * T. distillat. = 4 h.	0,9487- 0,9581	1,5115- 1,5145	+40°42'- 42°37'	-7,1-7,6	2,24-2,94	3,54-3,64	4,8V - 5,1V

Apparemment le débit de vapeur n'influe pas excessivement sur les grandeurs physico-chimiques de sorte que les domaines pour chaque caractéristique sont presque identiques.

Ceci ne veut pas forcément conclure que la qualité des différentes huiles essentielles est la même, la seule technique permettant une telle affirmation est la chromatographie en phase gazeuse que nous verrons ultérieurement.

Etablissons à présent la comparaison entre les propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle obtenue à partir du coeur et celles de l'huile extraite de l'aubier. De ce fait nous dressons le tableau n° 20, les conditions opératoires étant optimum.

Tableau N° 20 : Influence de la partie du tronc sur les propriétés physico-chimiques

Conditions opératoires	Partie du tronc	Densité à 15°C	Ind. de réfract. à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. congélation °C	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90% V/V à 20°C
* Type de division = D * Déb. vapeur = 3 l/h * P = 4,62 KW * T. distillat. = 4 h.	Aubier	0,9517	1,5123	+42°45'	- 7,6	2,24	3,24	4,8 V
	Coeur	0,9563	1,5152	+40°59'	- 7,2	2,8	3,54	5 V

Les grandeurs physico-chimiques des deux parties du même tronc paraissent différentes. En effet, il semblerait que l'huile extraite du coeur est plus dense que celle extraite de l'aubier. Nous soupçonnons que ces deux huiles distinctes ne présentent pas la même qualité. Encore une fois, seule l'analyse chromatographique pourra confirmer cette suggestion.

Par ailleurs, il est clair que les valeurs des lignes appartiennent bien aux domaines correspondants (voir tableau n° 19). Un autre tableau comparatif pouvant être établi est le tableau n° 21 qui consiste à présenter les mêmes propriétés pour des générations différentes d'arbres.

Tableau N° 21 : Influence de l'âge de l'arbre sur les propriétés physico-chimiques

Conditions opératoires	Age de l'arbre	Densité à 15°C	Ind. de réfract. à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. congélation °C	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90% V/V à 20°C
* Type de division = D * Charge = 100g * Déb. vapeur = 3 l/h * P = 4,62 KW * T. distillat. = 4 h.	Jeune	0,9613	1,5245	+43°15'	- 7,8	3,34	3,72	5,5 V
	Vieux	0,9534	1,5150	+40°49'	- 7,4	2,8	3,58	4,8 V

Il est à noter que l'huile provenant du bois jeune possède des valeurs supérieures à celles de l'huile provenant du vieux bois. Dans ce cas précis nous pouvons en déduire que la qualité des deux huiles est différente.

En effet, des recherches scientifiques ont abouti à la même conclusion ; de plus elles ont montré que ces faibles variations sont dues au fait que l'huile contenue dans le vieil arbre comporte une quantité élevée en cédrol que celle contenue contenue dans l'arbre jeune. (21)

D'autre part, il est probable que l'huile du jeune arbre contienne un plus grand pourcentage en constituants oxygénés du fait de la solubilité de celle-ci dans l'alcool. (21)

En conclusion, nous ne pouvons pas valoriser notre essence en nous basant uniquement sur les propriétés physico-chimiques ; il est donc nécessaire de lui faire subir d'autres tests entre autres la chromatographie en phase gazeuse.

Cependant, il est important de comparer les propriétés de notre huile à celles données dans la littérature pour le même type de bois à savoir le cèdre de l'Atlas. Ceci nous permettra d'avoir une meilleure idée de sa qualité.

A ce sujet, le tableau n° 22 donnant les valeurs théoriques (25) et les valeurs expérimentales pour l'huile essentielle de bois de cèdre de l'Atlas.

Tableau N° 22 : Comparaison des propriétés physico-chimiques théoriques et expérimentales de l'huile essentielle de bois de cèdre de l'Atlas.

Valeurs	Densité à 15°C	Ind. de réfraction	Pouv. rotatoire à 15°C	P. de congélation (°C)	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90% V/V à 20°C
Théoriques	0,940 à 0,970	1,506 à 1,517	+35° à +62°	-	1	-	-
Expérimentales	0,9487 à 0,9604	1,5097 à 1,5155	+40°22' à +43°07'	-7,1 à -7,6	2,24 à 2,94	3,24 à 3,70	4,8V à 5,2V

Remarques : les intervalles données dans la deuxième ligne, ne sont autres que l'union des intervalles présentées dans le tableau n° 19.

La comparaison des deux types de valeurs nous mène à dire que les intervalles expérimentaux sont totalement inclus dans ceux donnés par la bibliographie et par conséquent les constantes physico-chimiques de notre huile essentielle sont plus précises puisque le domaine est plus restreint.

De ce fait la qualité de notre essence est apte à être comparée à celle trouvée dans le commerce.

Une dernière comparaison des grandeurs physico-chimiques sera établie pour les huiles obtenues en utilisant les différents solvants décrits précédemment, ceci dans le but de justifier le choix de l'un ou l'autre des solvants.

Le tableau n° 23 décrit bien ces propriétés.

Tableau N° 23 : Influence du solvant sur les propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle de bois de cèdre algérien.

Conditions opératoires	Solvant	Densité à 15°C	Ind. de réfract. à 20°C	Pouv. rotatoire à 15°C	P. de congélation (°C)	Indice acide	Indice ester	Sol. dans l'alcool 90% V/V à 20°C
*Division = D	éther diéthylique	0,9534	1,5150	+40°49'	- 7,4	2,8	3,58	4,8 V
* Charge 100g	éther de pétrole	0,9593	1,5153	+42°16'	- 7,5	2,24	3,64	4,8 V
* Nbre de plateaux 4	n-hexane	0,9602	1,5164	+45°08'	- 7,4	3,08	3,69	5 V
* Déb.vapeur = 3 l/h	Benzène	0,9380	1,5087	-	- 7,2	1,36	5,25	5,2 V
P = 4,62 KW								
* T.distill. = 4 h.								

Nous remarquons aisément l'approche qu'il y a entre les valeurs observées pour les deux types d'éther. Pour le n-hexane, les constantes physico-chimiques de l'huile sont légèrement supérieures aux précédentes sans pour autant sortir des domaines soit expérimental ou théorique donnés dans le tableau n° 22.

Par contre pour le benzène, certaines grandeurs physico-chimiques ne répondent pas aux conditions énoncées dans le tableau n° 22.

De ce fait, le benzène doit être éliminé dans ce genre d'opération puisque la qualité de l'huile n'est pas conforme à celle trouvée dans le commerce, de par la toxicité élevée de ce solvant.

B 4.- Fractionnement des huiles essentielles :

En raison de la complexité, de la volatilité et de la concentration variables de divers constituants de l'huile essentielle de bois de cèdre, il est difficile d'obtenir une analyse efficace des principaux composés sans avoir recours à des séparations préalables en deux ou plusieurs fractions.

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

Dans ces conditions tant que passera le constituant le plus volatil, sa température de passage demeure constante et égale à sa température d'ébullition, puis brusquement apparaîtra le constituant suivant, la température de passage montera jusqu'à sa température d'ébullition qui demeurera constante jusqu'à épuisement et ainsi de suite. Cette rectification dite true boiling point (T.B.P.) présente une haute sélectivité en produits désirés.

Dans ce cas, n fractions sont recueillies de compositions plus restreintes, plus homogènes et se prêtant à une meilleure analyse (voir schéma n° 4).

A cet effet nous fractionnons une masse d'huile de 132 g et nous portons les résultats obtenus dans le tableau n° 24 entre autres les pourcentages et les propriétés physiques de chaque fraction.

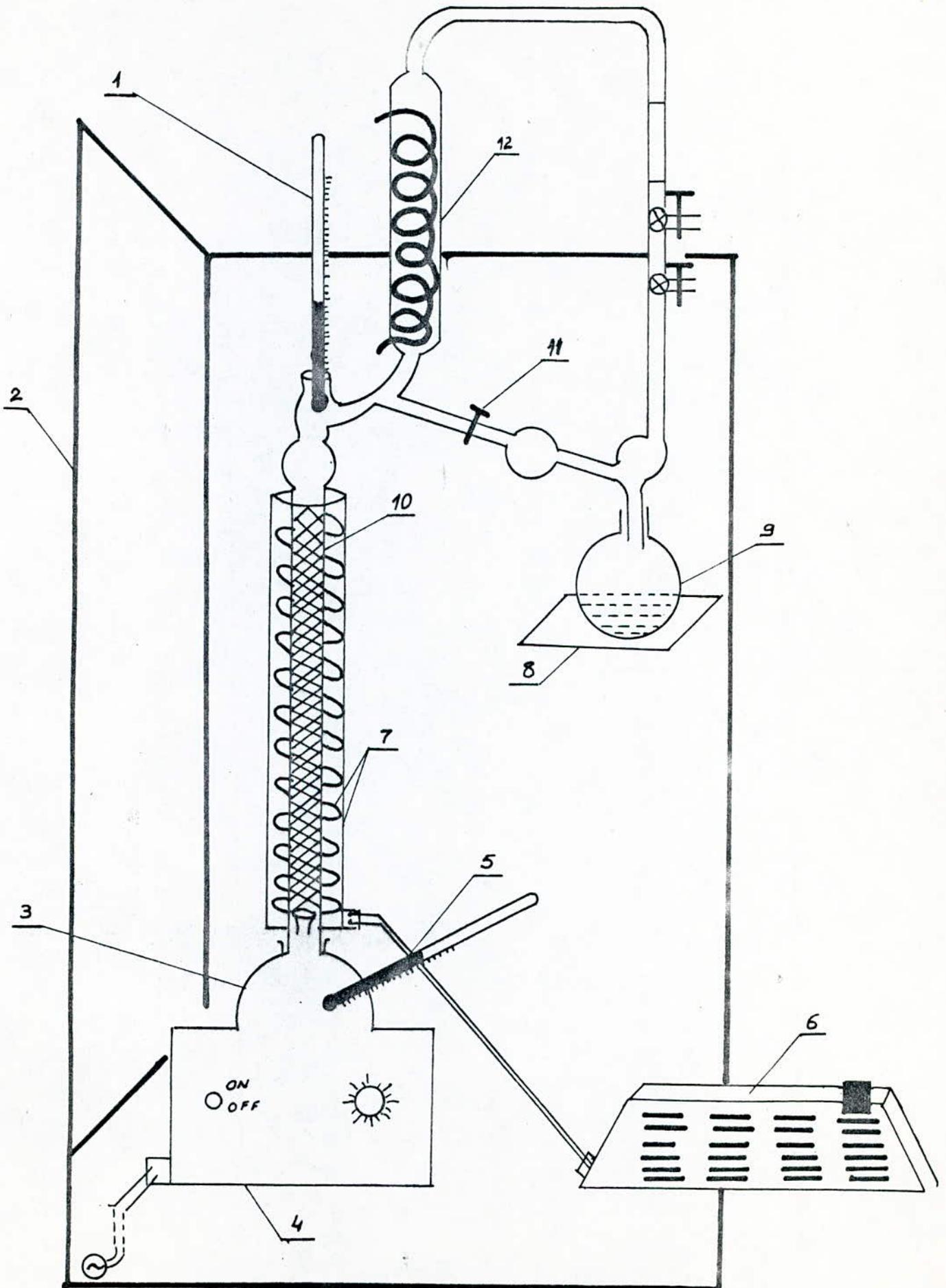
Tableau N° 24 : Résultats de la distillation T.B.P. à pression atmosphérique

Numéro de la fraction	Température d'ébullition (°C)	Poids de la fraction (g)	Pourcentage de la fraction (%)	Densité à 15°C	Indice de réfraction à 20°C
1	35-45	5,65	4,28	0,8415	1,4590
2	45-58	17,95	13,60	0,8572	1,4649
3	58-78	12,29	9,31	0,8803	1,4689
4	78-103	9,04	6,85	0,8851	1,5027
Résidu	103-110	85,89	65,07	0,9513	1,5203

Il est clair que la distillation effectuée n'est pas achevée, vu le rendement élevé du résidu. En fait nous n'avons recueilli que les fractions légères, ceci est facilement prouvé par les propriétés physiques données dans le tableau précédent. Ce point sera également justifié dans le paragraphe suivant (voir analyse chromatographique).

Schéma n° 4 : APPAREILLAGE DE LA DISTILLATION TRUE BOILING POINT (T.B.P.)

Légende : voir page suivante.



Légende du schéma n° 4 :

- 1 - Thermomètre mesurant la température des vapeurs
- 2 - Support de l'installation
- 3 - Ballon contenant la charge (huile essentielle) et de la pierre ponce
- 4 - Chauffe ballon électrique ou bouilleur
- 5 - Thermomètre mesurant la température du liquide
- 6 - Rhéostat
- 7 - Résistances chauffantes
- 8 - Support
- 9 - Ballon de recette
- 10 - Colonne garnie
- 11 - Robinets à 2 voies
- 12 - Condenseur

Malgré le chauffage progressif, il s'est produit une apparition de fumée qui s'étouffait en haut de la colonne garnie, suivie d'une chute de température. Des craquements de l'huile devenant de plus en plus fréquents se faisaient également entendre.

Ces manifestations nous ont poussé à stopper la distillation, en étant persuadé qu'il s'agissait-là d'un cracking de l'huile essentielle et par conséquent les résultats susceptibles d'être obtenus seront erronés.

Cette opération a été répétée une deuxième fois, le même phénomène se produisit. C'est à la suite de cela que nous avons jugé important d'analyser par chromatographie en phase gazeuse le résidu ainsi obtenu afin de confirmer la supposition précitée, à savoir qu'il s'agissait de la rupture de certaines liaisons chimiques au sein des constituants de l'huile.

A notre surprise, le chromatogramme enregistré présente la même allure que celui de l'huile essentielle, seul le pourcentage varie ; ceci sera discuté plus loin. Ce chromatogramme nous conduit à supposer que les manifestations observées au cours de la distillation fractionnée, ne sont pas nécessairement dues au cracking de l'huile, mais seulement au fait que cette dernière ne se prête pas à un bon fractionnement à pression atmosphérique.

Il serait donc préférable de réaliser cette opération à pression réduite autrement dit sous vide.

B 5.- Analyse chromatographique en phase gazeuse :

1 - Définition :

Il est très facile de déterminer la structure d'une substance organique quand on peut montrer qu'elle est identique à une autre substance déjà connue et de structure connue ; les critères d'identité peuvent être physique (point d'ébullition, indice de réfraction, pouvoir rotatoire, densité, solubilité,...) ou chimique.

Pour que cette comparaison de propriétés ait un sens, il est nécessaire de disposer de substances pures ou encore étalons.

Cependant, il est en général difficile de déceler des teneurs faibles d'impuretés par ces méthodes et on évalue aujourd'hui couramment la pureté en utilisant diverses techniques de séparation très sensibles, permettant d'éliminer les impuretés et de vérifier si les propriétés de l'échantillon sont ainsi modifiées.

Les plus utilisées de ces méthodes sont fondées sur la chromatographie dans laquelle les constituants d'un mélange sont séparés grâce à la différence de leur distribution entre deux phases (coefficients de partage différents).

Une définition aussi large engloberait dans la chromatographie des techniques simples de séparation telles que l'extraction dans une ampoule à décanter (système à deux phases liquide-liquide) ou la distillation fractionnée (système à deux phases liquide-gaz).

Cependant ces techniques exigent des quantités de matière assez grandes et ne donnent pas toujours des séparations satisfaisantes.

On ne peut obtenir qu'une efficacité limitée avec un processus de partage mettant en jeu un seul équilibre un "plateau" ou même quelques équilibres.

Les méthodes les plus efficaces mettent en jeu une cascade de partage avec des quantités très faibles de substances, quelques milligrammes ou moins ; elles permettent souvent des séparations extraordinaires.

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

Habituellement quelques microlitres du liquide à analyser sont injectés dans un bloc chauffé où ils sont vaporisés et la vapeur est entraînée par un courant de gaz (gaz vecteur) dans une longue colonne chauffée, remplie d'un solide poreux imprégné d'un liquide volatil.

Les substances subissent une série de partages successifs le long de la colonne, et de petites différences de coefficients de partage sont amplifiées par le grand nombre de "plateaux théoriques" que rend possible la longueur de la colonne.

2 - Choix des conditions opératoires :

Les huiles essentielles sont parmi les mélanges les plus compliqués auxquels la chromatographie en phase gazeuse ait été appliquée.

En effet, les huiles essentielles renferment de nombreux constituants qui diffèrent par leur volatilité, polarité et concentration.

Il est alors difficile d'analyser sur une seule colonne ou à une seule température de tels mélanges.

Ainsi, un protocole de travail a été adopté dans le but de nous permettre une analyse et une identification d'un certain nombre de composés présents à des concentrations intermédiaires et surtout de repérer la plupart de ces composés d'un chromatogramme sur l'autre.

* Colonnes : Deux types de colonnes ont été utilisés au cours de notre étude, l'une est classique, il s'agit de la carbowax 20 M, l'autre est capillaire.

- 1 - Carbowax 20 M : Le polyéthylène glycol présente une bonne stabilité thermique (250°C) d'où une ligne de base régulière. Il permet l'étude des composés portant des fonctions chimiques polaires.
- 2 - Capillaire : Le remplissage granuleux est éliminé pour ce genre de colonnes, ainsi que pour les fusées silica, dans lesquelles les parois servent de support pour la phase stationnaire liquide.
- * Températures : Dans ce cas également nous avons opté pour deux modes d'analyses en isotherme et en programmation de température.
 - 1 - Isotherme : Pour la colonne classique à savoir la carbowax 20 M nous avons choisi une température de 160°C, de même que pour la capillaire.
 - 2 - Programmation de température : Pour la carbowax 20 M nous avons pris une programmation de 120°C à 190°C à raison de 4°C/min.
Pour la capillaire, elle était de 70°C à 180°C à raison de 2°C/min.

Pour la même huile, nous avons travaillé avec les quatre conditions précitées :

- . Le chromatogramme n° 1 représente l'huile injectée dans la colonne capillaire en isotherme.
- . Le chromatogramme n° 2 correspond à l'huile injectée dans la colonne capillaire en programmation de température.
- . Le chromatogramme n° 3 correspond à l'huile injectée dans la colonne classique en programmation de température.
- . Le chromatogramme n° 4 représente l'huile injectée dans la colonne classique en isotherme.

Les quatre chromatogrammes comparés, il est clair que la séparation est meilleure par colonne capillaire que par colonne classique.

En outre la programmation de température dans les deux cas paraît plus avantageuse que l'isotherme. Il serait donc intéressant dans l'avenir de n'analyser que sur colonne capillaire et d'améliorer aussi les conditions de programmation de température, ceci pour une connaissance plus approfondie des constituants de notre huile.

3 - Appareillages utilisés :

- * Chromatographie type Pye-Unicam séries 304 chromatograph
- * Enregistreur et intégrateur électronique type Pye Unicam 4810 computing integrator Philips.
- * Détecteur à ionisation de flamme FID
- * Colonnes

(1) Carbowax 20 M (classique)(2) Carbowax 20 M capillaire

- Matière	verre	verre
- Longueur	1,5 m	50 m
- Diamètre intérieur	4 m/m	0,2 m m
- Phase stationnaire	Polyéthylène glycol	Polyéthylène glycol
- Gaz vecteur	Azote	Hélium

4 - Etude de la composition de l'huile en fonction des conditions opératoires de la distillation :

Sous ce titre nous étudions l'influence des conditions opératoires établies au préalable à savoir la charge par plateau, degré de division et débit de vapeur sur la composition de l'huile essentielle.

Pour ce faire, nous optons pour les conditions opératoires suivantes :

- * Colonne = Carbowax 20 M
- * Température de la colonne = en isotherme à 160°C
- * Température d'injection = 200°C
- * Température de détection = 300°C
- * Débit d'azote = 12 kg/cm²
- * Débit d'air = 6,2 kg/cm²
- * Débit d'hydrogène = 13,5 kg/cm²
- * Volume injecté = 0,1 nl
- * Atténuation = 32
- * Vitesse de papier = 0,5 mm/mn

Pour une meilleure comparaison, nous avons pris un chromatogramme comme référence (chroma 4), il s'agit ici de l'huile obtenue avec les conditions opératoires optimales.

Seuls les pics communs à cet échantillon seront retenus.

Le plan d'étude est dressé de la manière suivante :

Tableau N° 25 :

N° de manipulation Conditions opératoires	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Référence 10	11
Degré de division	A	A	A	A	A	B	C	D	E	D	D
Charge/plateau (g)	200	300	400	500	600	300	200	100	100	100	100
Débit de vapeur l/h	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	3	6

Le tableau n° 26 regroupe les manipulations les plus représentatives.

Interprétation du tableau n° 26 :

. Influence de la charge/plateau sur la constitution de l'huile essentielle

Si nous venons à comparer les pourcentages obtenus pour les manipulations 1, 2, 3, 4 et 5, nous remarquons qu'il existe une légère variation des pourcentages. Cependant l'ordre de grandeur est maintenu.

Certains pics sont absents notamment pour les manipulations 1 et 2, mais sont remplacés par d'autres à des temps de rétention voisins et à des pourcentages tout aussi faibles.

Pour ces cinq (5) manipulations, les pics majeurs paraissent au nombre de 8 correspondants aux numéros de pics suivants : 12, 13, 14, 16, 17, 18, 19, 20.

Il est donc aisément prouvé que l'huile de cèdre est constituée principalement de composés lourds étant donné les temps de rétention élevés des 8 pics cités plus haut. En outre la composition de celle-ci ne semble pas être très affectée par la charge de la matière végétale.

N° pics	Temps de rétention	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Référence 10	11
19	22,44	1,586	0,623	0,970	1,170	2,347	5,445	1,088	1,723	4,222	3,033	5,656
20	25,41	2,714	2,793	1,330	2,063	0,508	3,413	3,193	0,426	0,835	6,266	2,609
Autres	-	0,242	0,188	1,187	0,235	0,254	0,071	0,285	0,503	4,542	-	0,180
Total	-	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

. Influence du degré de division :

A cet effet, il nous suffit de se référer aux manipulations 2, 6, 7, 8 et 9 pour s'apercevoir qu'il existe une variation notable des pourcentages sur pratiquement tous les pics. Cependant les constituants lourds paraissent en forte proportion dans le degré de division D ; en effet, le constituant 14 s'y trouve en concentration importante. Il serait donc cohérent de préciser que le degré de division intervient énormément dans la composition de l'huile.

. Influence du débit de vapeur :

Pour ce cas, il nous reste à comparer les manipulations 8, 10 et 11.

Des changements sont facilement observés surtout pour les constituants légers, de sorte que nous remarquons que plus le débit augmente, plus les constituants 1, 2, 3 et 4 augmentent en pourcentage.

Par contre les autres constituants varient considérablement mais d'une façon aléatoire.

Comme pour le degré de division, la composition de l'huile essentielle de bois de cèdre semble dépendre excessivement du débit de vapeur.

. Conclusion :

A partir des conditions de distillations suggérées du bois de cèdre algérien, la charge de la matière végétale n'a pas une influence significative dans la composition de l'huile. Par contre les plus importants paramètres à respecter pour l'obtention

des concentrations élevées en certains constituants sont le degré de division de la plante et du débit de vapeur appliqué.

Cette étude comparative nous permet de répondre à un compromis quantité-qualité.

5 - Influence de l'âge et de la partie du tronc sur la composition chimique de l'huile essentielle :

Les conditions opératoires sont identiques à celles du paragraphe précédent, de même que la référence reste inchangée (chroma n° 4). Les différents résultats recueillis sont regroupés dans le tableau n° 27.

Tableau N° 27 : Influence de l'âge et de la partie du tronc sur la composition chimique :

N° pic	Temps de rétention	Arbre vieux			Arbre jeune
		Mélange référence	Coeur	Aubier	Mélange
1	1,03	15,747	12,427	8,256	0,212
2	1,21	0,709	0,752	0,582	0,750
3	1,42	0,101	0,238	0,157	0,138
4	1,65	0,042	0,151	0,074	0,048
5	2,08	0,152	0,104	0,228	-
6	2,61	0,049	2,139	2,994	1,807
7	3,46	0,051	0,123	0,172	-
8	3,93	0,084	0,057	0,527	-
9	4,71	0,050	-	0,144	-
10	5,38	0,098	0,108	0,481	-
11	6,85	0,070	-	-	0,100
12	7,33	2,172	1,056	0,730	3,894
13	9,67	12,837	13,672	14,652	17,286
14	11,65	46,442	50,560	50,296	58,177
15	13,45	3,536	4,588	7,400	2,415
16	15,69	1,280	1,761	1,435	1,159
17	17,22	2,613	2,128	3,806	3,643
18	19,59	4,667	5,986	5,275	5,834

./..

Suite tableau n° 27 ...

N° pic	Temps de rétention	Arbre vieux			Arbre jeune
		Mélange référence	Coeur	Aubier	Mélange
19	22,44	3,033	1,128	-	2,715
20	25,41	6,266	2,598	2,024	1,113
Autres	-	-	0,439	0,767	0,709
Total	100	100	100	100	100

Interprétation du tableau n° 27 :. Influence de la partie du tronc

De légères variations de la composition se font sentir lors de la comparaison des différentes parties d'un même tronc.

Celles-ci sont plus remarquables pour les pics 1, 12, 13, 14 et éventuellement le 15. Cependant ces différences sont plus notables si nous comparons le mélange à une des deux parties seule.

. Influence de l'âge du tronc

Des variations sont observées dans la composition chimique des huiles essentielles issues d'arbres de générations distinctes, particulièrement pour le premier pic. Il est fort probable que ce constituant en question, très volatil d'ailleurs, se soit évaporé à température ambiante.

De sorte que l'arbre jeune, étant par ailleurs humide est plus susceptible de libérer des constituants que l'arbre sec. Cet effet longuement discuté dans le chapitre entraînement à la vapeur est régi par le phénomène d'osmose.

. Conclusion

Les constatations et propositions énoncées dans ce dernier paragraphe à savoir l'influence de l'âge et de la partie du tronc ne peut pas être augmentées. L'explication de telle ou telle variation, n'est malheureusement de notre ressort, sinon il faudrait avoir de bonnes connaissances en agronomie et (ou) autres spécialités touchant directement à la plante elle-même.

6 - Influence du type de solvant sur la composition chimique de l'huile

Un autre paramètre intervenant également dans l'huile essentielle tant du point de vue quantitatif que qualitatif est l'influence du solvant lors de la décantation. Les différents échantillons sont analysés par chromatographie en phase gazeuse dans les mêmes conditions que précédemment.

Le tableau n° 28 regroupant les divers résultats servira de terrain de discussion. Nous joignons les différents chromatogrammes (4, 5, 6, 7).

Tableau n° 28 : Influence du solvant sur la composition de l'huile essentielle

N° pic	Temps de rétention	Ether-diéthylique Référence	Ether de pétrole	n-hexane	Benzène
1	1,03	15,747	44,447	25,043	0,11
2	1,21	0,709	-	0,261	0,452
3	1,42	0,101	0,640	0,048	61,594
4	1,65	0,042	0,660	0,182	-
5	2,08	0,152	0,579	0,117	0,051
6	2,61	0,049	-	-	-
7	3,46	0,051	0,077	-	-
8	3,93	0,084	0,061	-	0,079
9	4,71	0,05	-	-	-
10	5,38	0,098	0,062	-	0,051
11	6,85	0,070	-	-	-
12	7,33	2,172	1,738	2,054	0,894
13	9,67	12,837	9,028	12,702	6,724
14	11,65	46,442	32,276	46,134	24,805
15	13,45	3,536	1,048	1,091	0,189
16	15,69	1,280	0,178	-	-
17	17,22	2,613	0,687	0,969	0,294
18	19,59	4,667	2,494	3,279	1,374
					./..

Suite tableau n° 28

N° pic	Temps de rétention	Ether-di-éthylique Référence	Ether de pétrole	n-hexane	Benzène
19	22,44	3,033	1,307	2,099	0,850
20	25,41	6,266	3,668	-	2,533
Autres	-	-	0,815 (tr31,30)	6,021(tr27,77)	-
Total	-	100	100	100	100

Interprétation :

La variation des divers constituants est gigantesque.

Cependant chaque solvant nous permet d'identifier ou plutôt de regrouper une famille de composés.

A titre d'exemple, l'éther de pétrole dissout les constituants légers.

Par contre, le n-hexane et l'éther diéthylique regroupent les constituants plus ou moins lourds.

7 - Analyse des différentes fractions recueillies par la distillation TBP :

Dans les mêmes conditions que plus loin, les quatre fractions ainsi que le résidu ont été injectés.

Les chromatogrammes obtenus (8, 9, 10, 11, 12) ne font que confirmer ce qui a été précité dans le paragraphe distillation fractionnée, à savoir que par la distillation fractionnée à pression atmosphère, seuls les éléments volatils peuvent être séparés.

De plus le chromatogramme 12 montre bien que l'huile n'a pas subi de cracking, puisque son allure est identique à celle du chromatogramme n° 4 et par conséquent, notre huile contient surtout des composants lourds.

8 - Identification de certains constituants de l'huile essentielle :

Pour identifier les divers constituants de l'huile essentielle du bois de cèdre algérien ainsi étudiée, nous devons disposer d'étalons commerciaux plus ou moins purs. L'identification se faisait alors par comparaison des temps de rétention qui d'ailleurs est l'empreinte digitale de chaque constituant pour des conditions opératoires bien déterminées. Une vingtaine d'étalons nous ont été parvenus, malheureusement nous n'en avons retenu que très peu d'entre-eux ; les autres ne se présentent pas dans notre huile. Le tableau n° 29 nous donnera les constituants identifiés.

Tableau N° 29 : Identification de quelques constituants d'huile de bois de cèdre

N° du pic	Temps de rétention	Nom du constituant
1	1,03	α et β pinène
2	1,21	Camphène
3	1,42	Phellandrène
5	2,08	Paracymène
7	3,46	Linalol
10	5,38	Cédrène
11	6,85	Terpinéol gauche
12	7,33	Terpenyl acétate

Seuls les composés légers ont partiellement pu être identifiés. Il aurait été beaucoup plus intéressant de disposer d'étalons plus lourds étant donné que notre huile essentielle est constituée principalement d'éléments ayant des temps de rétention élevés.

Malheureusement nous n'avons pu identifier les constituants majeurs.

B 6.- Toxicité :

La toxicologie n'a pas seulement pour objet la description des manifestations cliniques des intoxications, elle se propose aussi d'étudier tous les produits pour essayer d'en déceler l'éventuelle toxicité. Elle a donc des rapports avec de nombreuses sciences fondamentales, comporte des études expérimentales chez l'animal, vérifie les conséquences de l'action d'une substance sur l'homme.

L'étude de la toxicité d'un produit donné nécessite des connaissances théoriques, des vérifications expérimentales et cliniques ; sa formule chimique est établie en laboratoire et permet de prévoir ses effets éventuels par comparaison avec les produits de formule analogue et de connaître la façon dont il va réagir avec d'autres substances absorbées en même temps.

La biochimie étudie le métabolisme dans les organismes vivants ; il est en effet capital de savoir si la substance est métabolisée, c'est-à-dire détruite dans le corps, et de pouvoir préciser par quelles réactions et dans quel organe.

Le produit peut être éliminé sans transformation par les urines ou par la respiration (28).

Il ne nous a été malheureusement pas possible de déterminer la toxicité de notre huile à usage interne vu que nous ne connaissons pas tous les constituants s'y présentant.

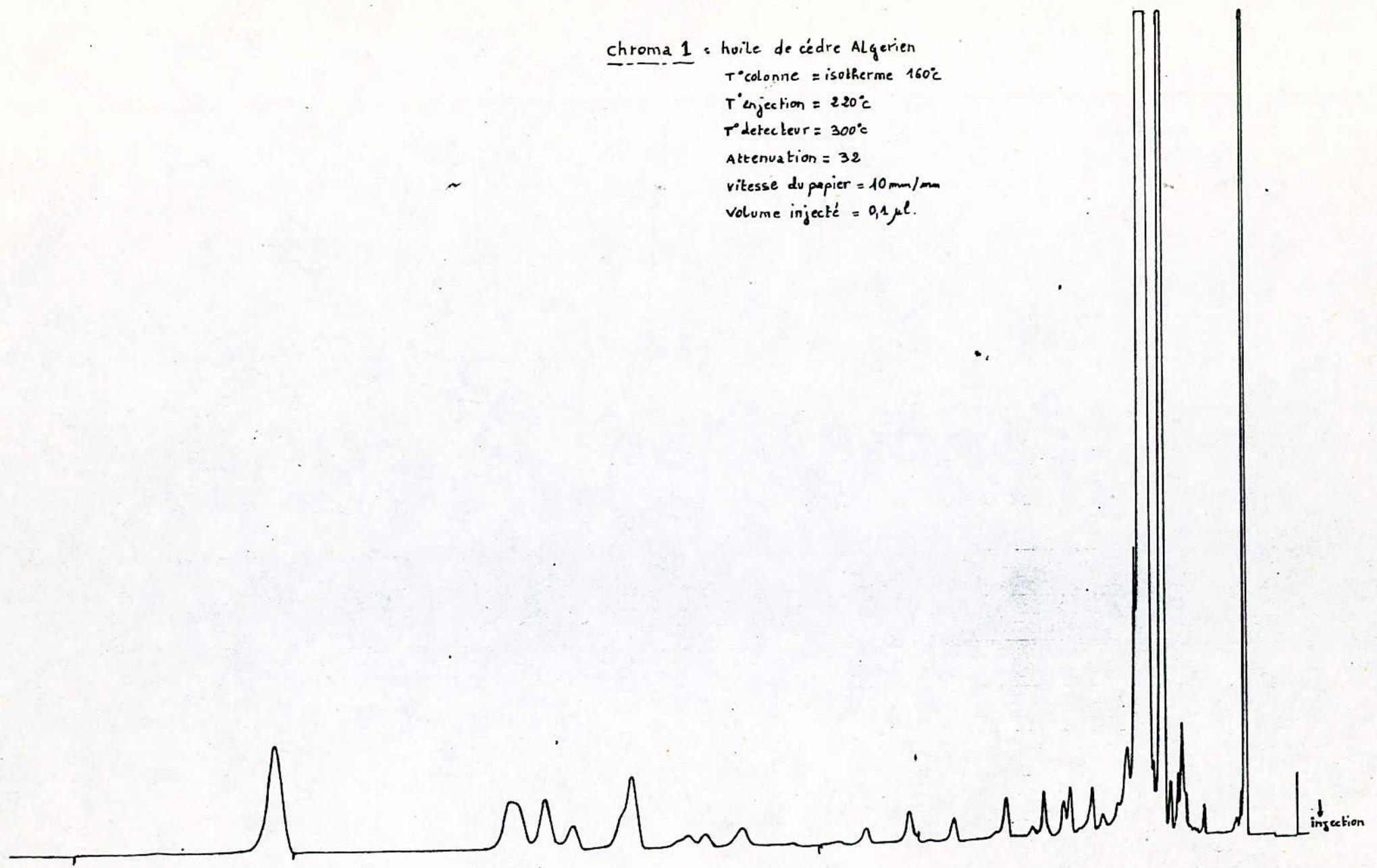
La toxicité à usage externe a par contre été révélée négative autrement dit notre huile ne présente aucun danger à être appliquée sur la peau.

En effet, cet essai a été réalisé par un spécialiste en pharmacologie dans les laboratoires de la SAIDAL (ex-PCA) sur un rat et au bout de quatre jours cet animal ne présentait aucune lésion.

A force de manipuler cette huile au cours de notre travail, nous n'avons jamais ressenti ni démangeaisons, ni autres manifestations extérieures. Par conséquent notre huile n'est pas nocive tant que l'usage est externe.

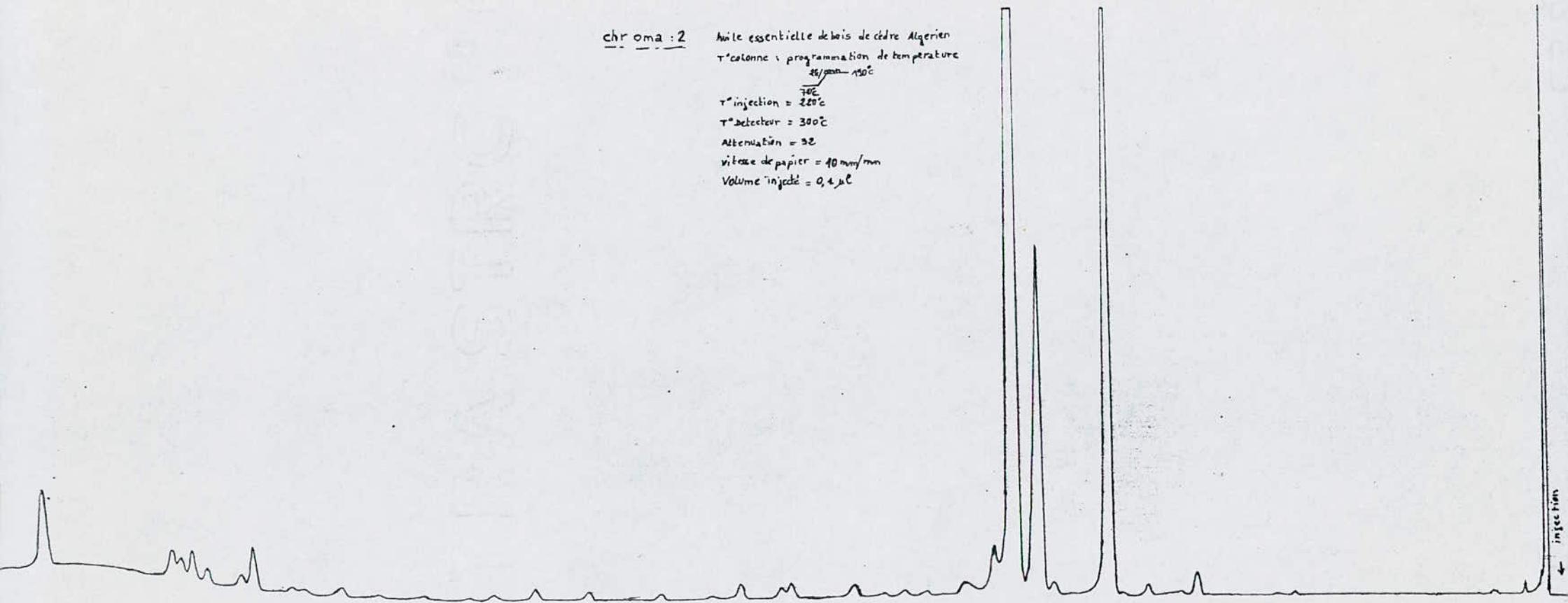
chroma 1 = huile de cèdre Algerien

T° colonne = isotherme 160°C
T° injection = 220°C
T° detecteur = 300°C
Attenuation = 32
vitesse du papier = 10 mm/min
volume injecté = 0,1 µl.



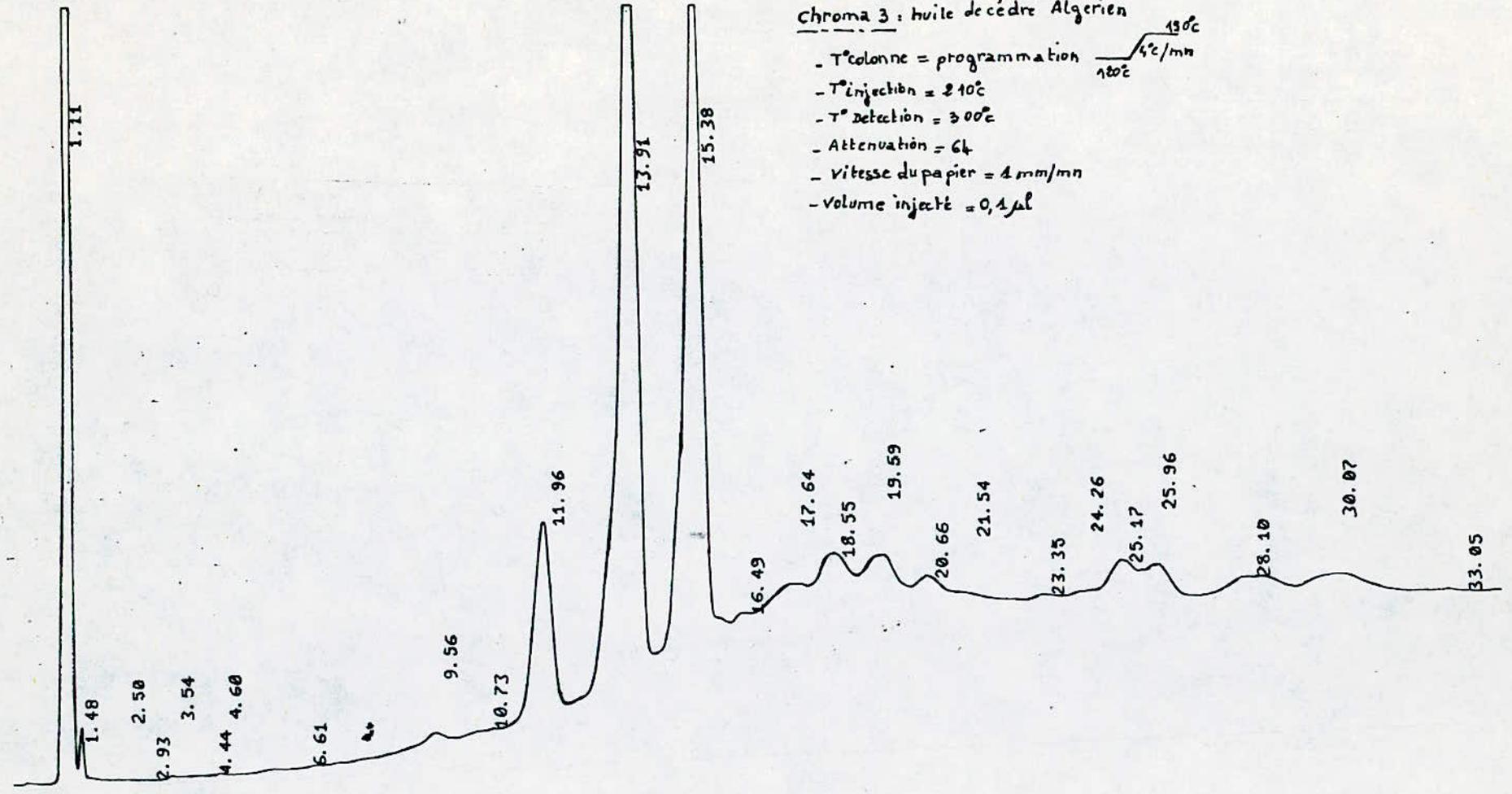
chroma : 2

Huile essentielle de bois de cèdre Algérien
T° colonne : programmation de température
26/200 - 150°C
T° injection = 220°C
T° détecteur = 300°C
Atténuation = 32
vitesse de papier = 10 mm/min
Volume injecté = 0,4 µl



Chroma 3 : huile de cèdre Algerien

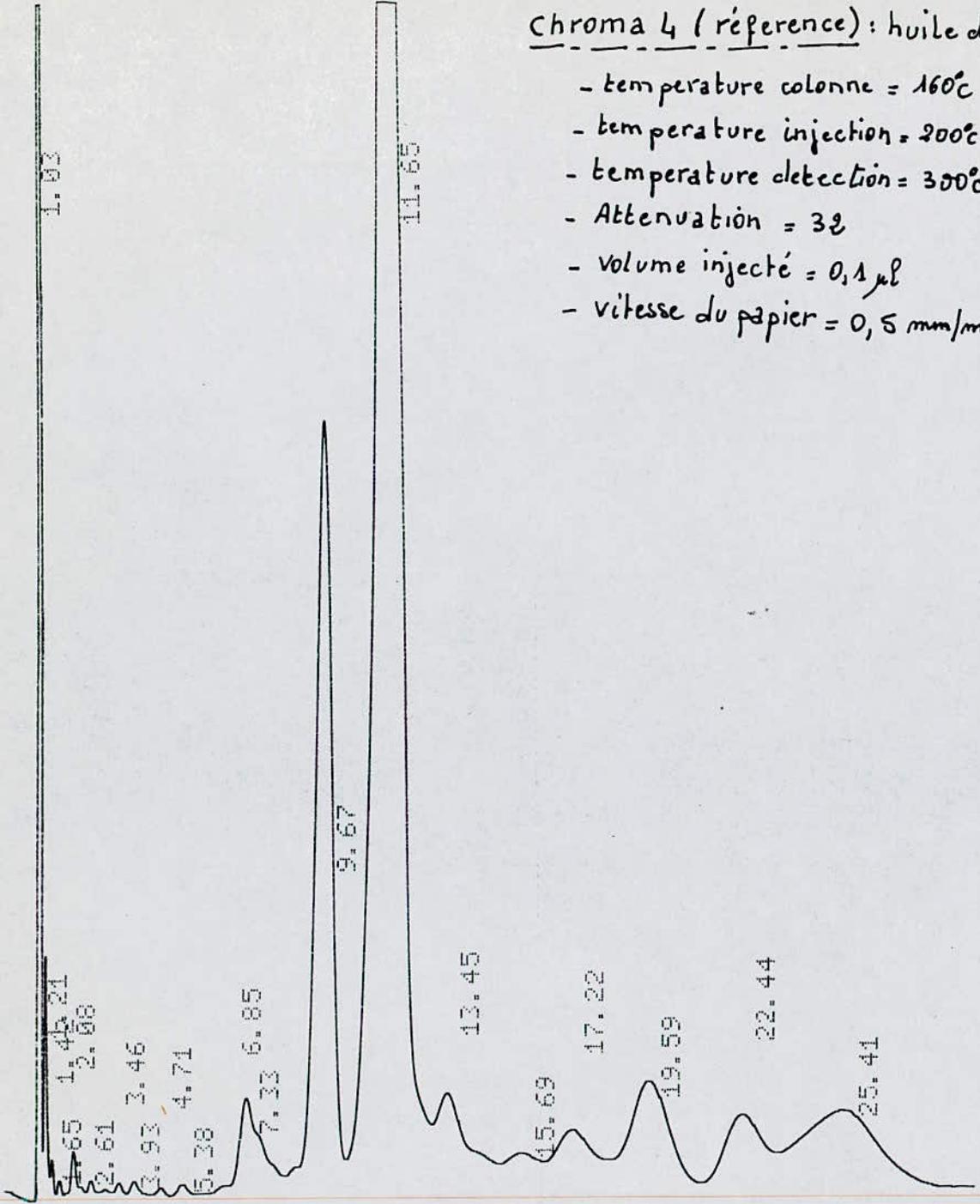
- T° colonne = programmation $\frac{130^{\circ}\text{C}}{180^{\circ}\text{C}}$ $\frac{4^{\circ}\text{C}/\text{mn}}$
- T° injection = 210°C
- T° detection = 300°C
- Attenuation = 64
- Vitesse du papier = 1 mm/mn
- Volume injecté = 0,1 µl



FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	37.123	1.11	11855282	02
2	0.166	1.48	53031	03
3	0.005	2.5	1461	01
4	0.004	2.93	1416	02
5	0.034	3.54	10759	02
6	0.019	4.44	6163	02
7	0.02	4.6	6409	02
8	0.049	6.61	15776	02
9	0.342	9.56	109256	02
10	0.215	10.73	68501	02
11	3.432	11.96	1095905	02
12	13.478	13.91	4304238	02
13	12.705	15.38	4057169	02
14	1.206	16.49	385222	02
15	3.944	17.64	1259475	02
16	3.975	18.55	1269411	02
17	4.034	19.59	1288261	02
18	2.974	20.66	949794	02
19	2.9	21.54	926118	02
20	1.736	23.35	554415	02
21	1.262	24.26	402974	02
22	2.513	25.17	802474	02
23	2.193	25.96	700422	02
24	3.008	28.1	960721	02
25	2.319	30.07	740518	02
26	0.343	33.05	109554	03
TOTAL	100.		31934725	

CHANNEL A INJECT 04:22:46



Chroma 4 (référence): huile de cèdre Algérien/solvant éther diéthylique

- température colonne = 160°C
- température injection = 200°C
- température détection = 300°C
- Atténuation = 32
- volume injecté = 0,1 µl
- vitesse du papier = 0,5 mm/min

04:22:46 CH= "A" PS= 1

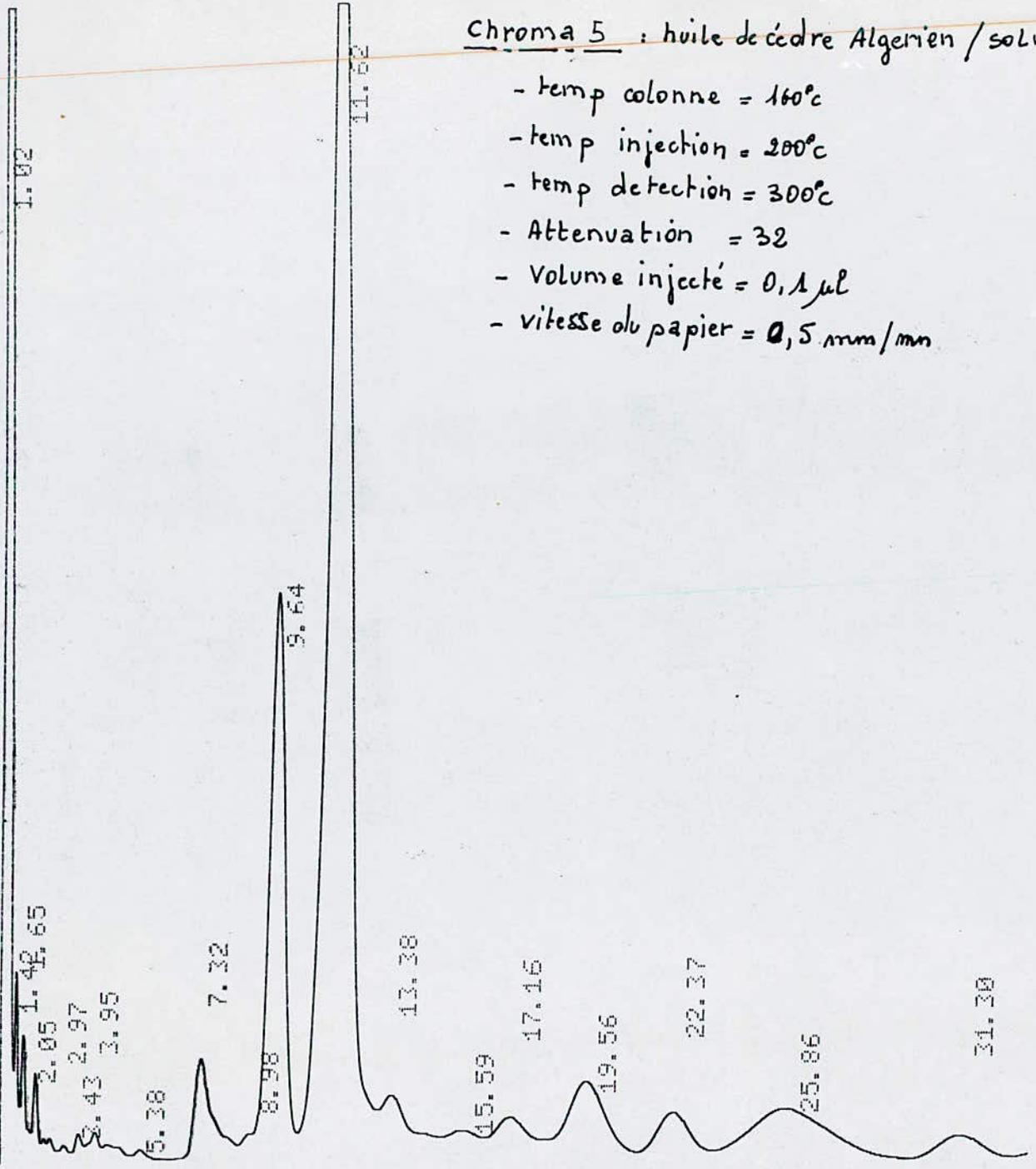
FILE 1. METHOD 0. RUN 8 INDEX 8

PEAK#	AREAZ	METHOD	RT	AREA	BC
1	15.747		1.03	1678439	02
2	0.709		1.21	75557	02
3	0.101		1.42	10721	02
4	0.042		1.65	4438	03
5	0.152		2.08	16245	01
6	0.049		2.61	5194	01
7	0.051		3.46	5489	02
8	0.084		3.93	8987	03
9	0.05		4.71	5300	02
10	0.098		5.38	10396	03
11	0.07		6.85	7502	02
12	2.172		7.33	231574	02
13	12.837		9.67	1368249	02
14	46.442		11.65	4949987	02
15	3.536		13.45	376916	02
16	1.28		15.69	136411	02
17	2.613		17.22	278555	02
18	4.667		19.59	497462	02
19	3.033		22.44	323264	02
20	6.266		25.41	667815	03
TOTAL	100.			10658457	

Chroma 5 : huile de cedre Algerien / solvant : ether de petrole

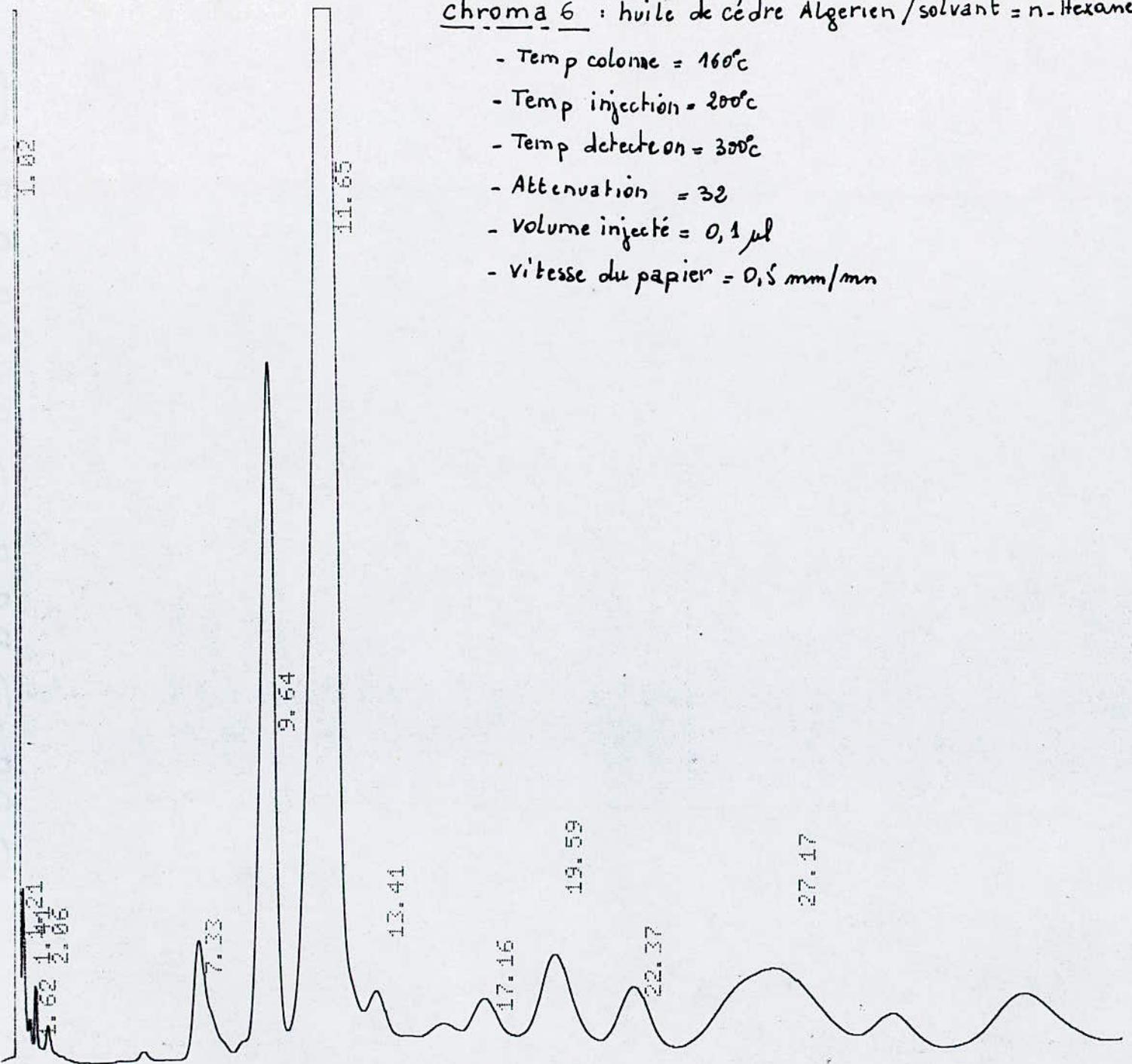
- temp colonne = 160°C
- temp injection = 200°C
- temp detection = 300°C
- Attenuation = 32
- Volume injecté = 0,1 µl
- vitesse du papier = 0,5 mm/mm

03:02:54 CH= "R" PS= 1.



FILE 1.	METHOD 0.	RT	RUN 6	INDEX 6
PEAK#	AREA%	RT	AREA BC	
1	44.447	1.02	4743971	02
2	0.64	1.42	68332	02
3	0.66	1.65	70422	02
4	0.579	2.05	61785	03
5	0.027	2.97	2890	01
6	0.077	3.43	8207	01
7	0.061	3.95	6523	01
8	0.062	5.38	6668	01
9	1.738	7.32	185522	02
10	0.207	8.98	22081	02
11	9.028	9.64	963613	02
12	32.276	11.62	3444888	02
13	1.048	13.38	111888	03
14	0.178	15.59	19023	02
15	0.687	17.16	73349	02
16	2.494	19.56	266205	02
17	1.307	22.37	139518	02
18	3.668	25.86	391467	03
19	0.815	31.3	87025	01
TOTAL	100.		10673378	

1.02



Chroma 6 : huile de cèdre Algerien / solvant = n-Hexane

- Temp colonne = 160°C
- Temp injection = 200°C
- Temp detection = 300°C
- Attenuation = 32
- volume injecté = 0,1 µl
- vitesse du papier = 0,5 mm/min

03:41:46 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 7 INDEX 7

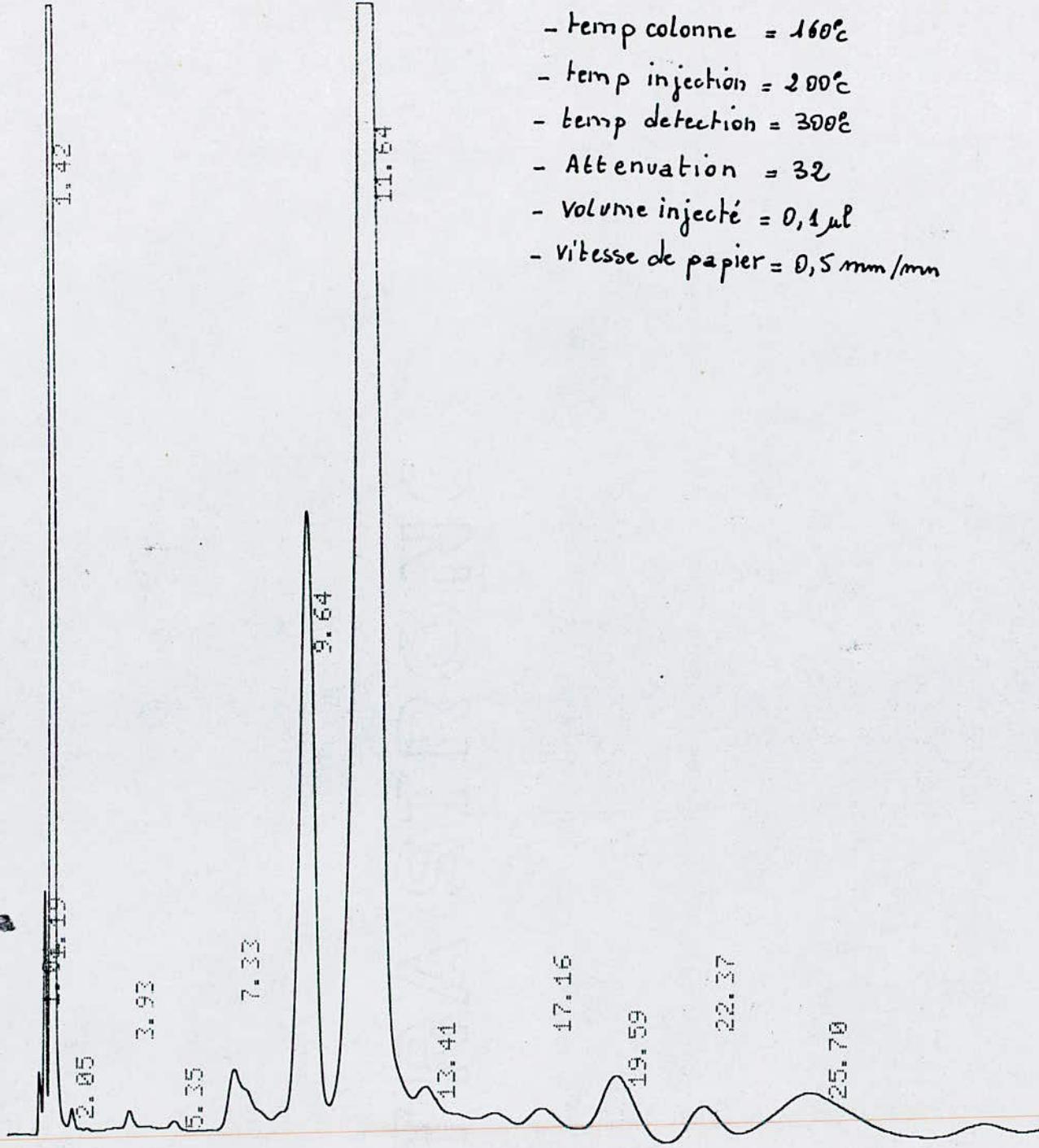
PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	25.043	1.02	2588016	08
2	0.261	1.21	26995	05
3	0.048	1.41	4963	02
4	0.182	1.62	48761	03
5	0.117	2.06	12116	01
6	2.054	7.33	212296	01
7	12.702	9.64	1312630	02
8	46.134	11.65	4767632	02
9	1.091	13.41	112746	03
10	0.969	17.16	100100	01
11	3.279	19.59	338860	02
12	2.099	22.37	216903	03
13	6.021	27.17	622209	01

TOTAL 100. 10334227

PT= 327.

CHANNEL A INJECT

02:22:56



Chroma 7 : huile de cèdre Algerien / solvant : Benzène

- temp colonne = 160°C
- temp injection = 200°C
- temp detection = 300°C
- Attenuation = 32
- volume injecté = 0,1 µl
- vitesse de papier = 0,5 mm/mm

02:22:56 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 5 INDEX 5

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.11	1.01	17952	02
2	0.452	1.19	73881	02
3	61.594	1.42	10063589	03
4	0.051	2.05	8401	01
5	0.079	3.93	12831	01
6	0.051	5.35	8402	01
7	0.894	7.33	146017	02
8	6.724	9.64	1098619	02
9	24.805	11.64	4052738	08
10	0.189	13.41	30832	05
11	0.294	17.16	48068	01
12	1.374	19.59	224522	01
13	0.85	22.37	138897	02
14	2.533	25.7	413825	03

TOTAL 100. 16338574

982 983

PT EVAL:
PT= 984.
PT EVAL:
PT= 476.

CHANNEL A INJECT 04:55:05

1.41 1.19 1.04

- temp colonne = 160°C
- temp injection = 200°C
- temp detection = 300°C
- Attenuation = 32
- vitesse de papier = 0,5 mm/mn
- volume injecté = 0,1 µl

INPUT OVERRANGE AT RT= 1.04

04:55:05 CH= "A" PS= 1.
FILE 1. METHOD 0. RUN 9 INDEX 9

PEAK#	AREA#	RT	AREA BC
1	94.425	1.04	10224773 02
2	2.001	1.19	216625 02
3	0.141	1.41	15305 03
4	3.433	3.21	371713 01

TOTAL 100. 10580129

1010 1010

PT EVAL:
PT= 156.

CHANNEL A INJECT 05:15:02

1.03

- temp colonne = 160°C
- temp injection = 200°C
- temp detection = 300°C
- Attenuation = 32
- vitesse de papier = 0,5 mm/mn
- volume injecté = 0,1 µl

INPUT OVERRANGE AT RT= 1.05

05:15:02 CH= "A" PS= 1.
FILE 1. METHOD 0. RUN 11 INDEX 11

PEAK#	AREA#	RT	AREA BC
1	0.097	0.55	10322 02
2	99.176	1.03	10556550 02
3	0.727	2.5	77436 03

TOTAL 100.

10644308

1009

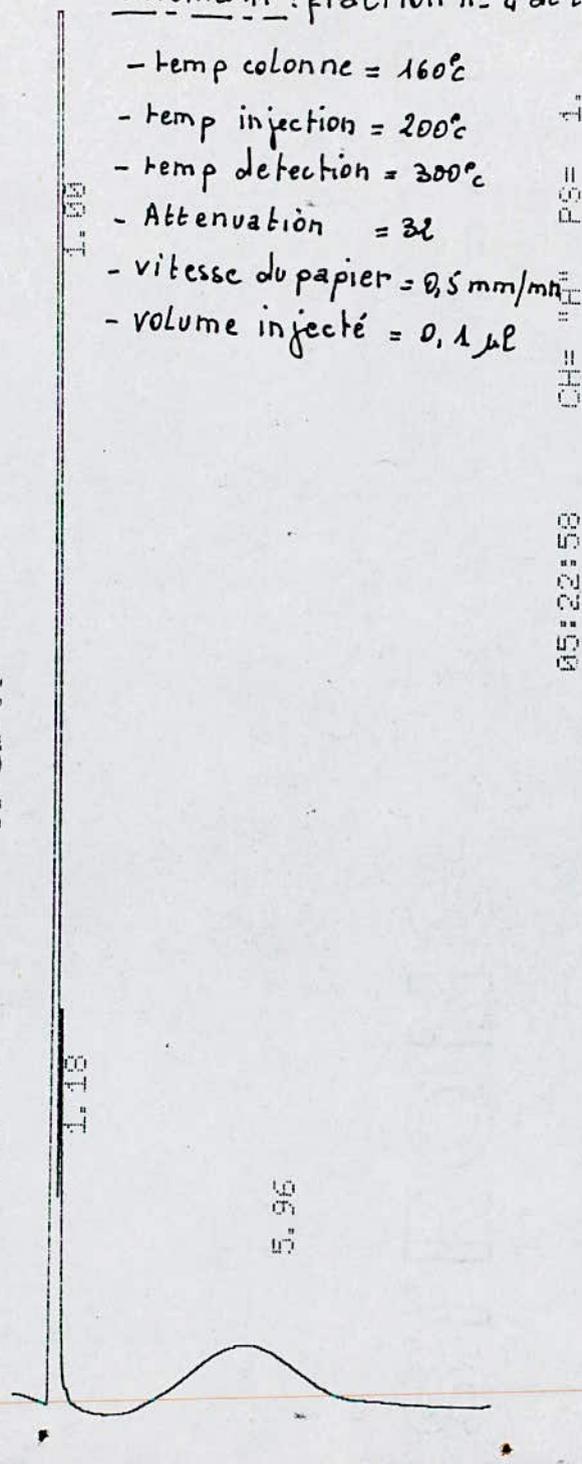
PT EVAL:

PT= 324.

CHANNEL A

INJECT

05:22:58



Chroma 11 : fraction n°4 de la T.B.P

- temp colonne = 160°C
- temp injection = 200°C
- temp detection = 300°C
- Attenuation = 32
- vitesse du papier = 0,5 mm/mn
- volume injecté = 0,1 µl

05:22:58 CH= "F" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 12 INDEX 12

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	82.356	1.	2228288 02
2	3.453	1.18	93440 03
3	14.191	5.96	383958 01

TOTAL 100.

2705686

TOTAL 100.

10828416

974 974

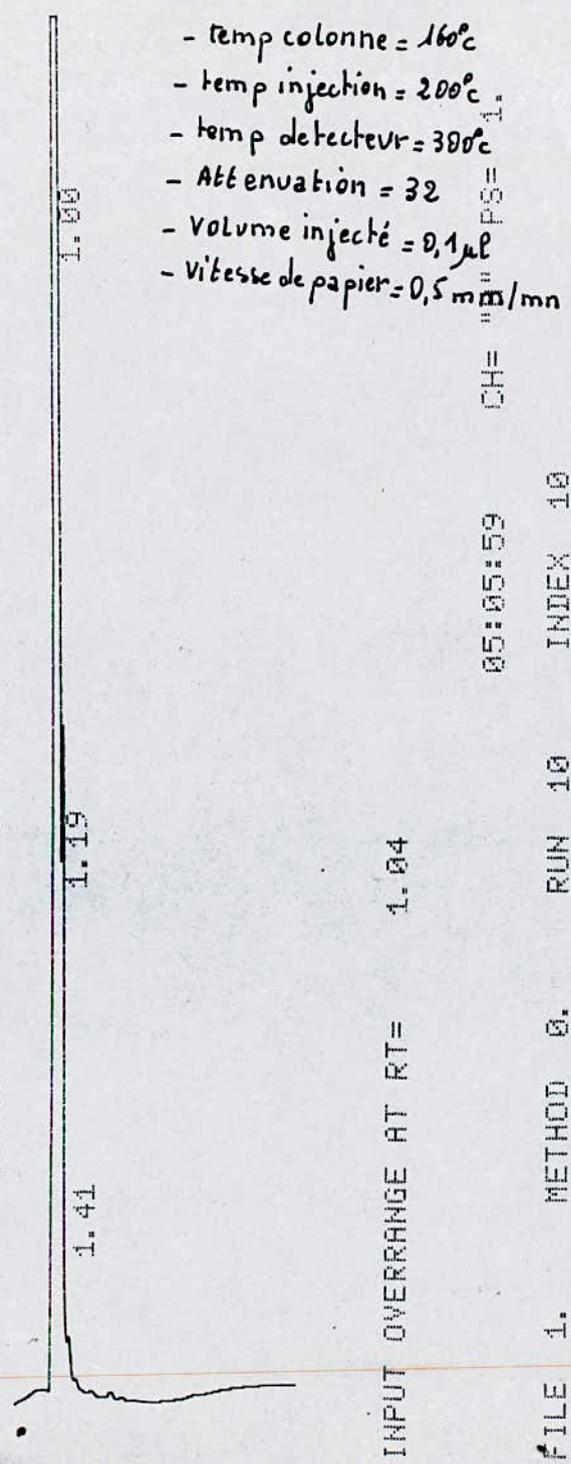
PT EVAL:

PT= 404.

CHANNEL A

INJECT

05:05:59



Chroma 8 : fraction n°1 de la T.B.P

- temp colonne = 160°C
- temp injection = 200°C
- temp detecteur = 300°C
- Attenuation = 32
- volume injecté = 0,1 µl
- vitesse de papier = 0,5 mm/mn

05:05:59 CH= "F" PS= 1.

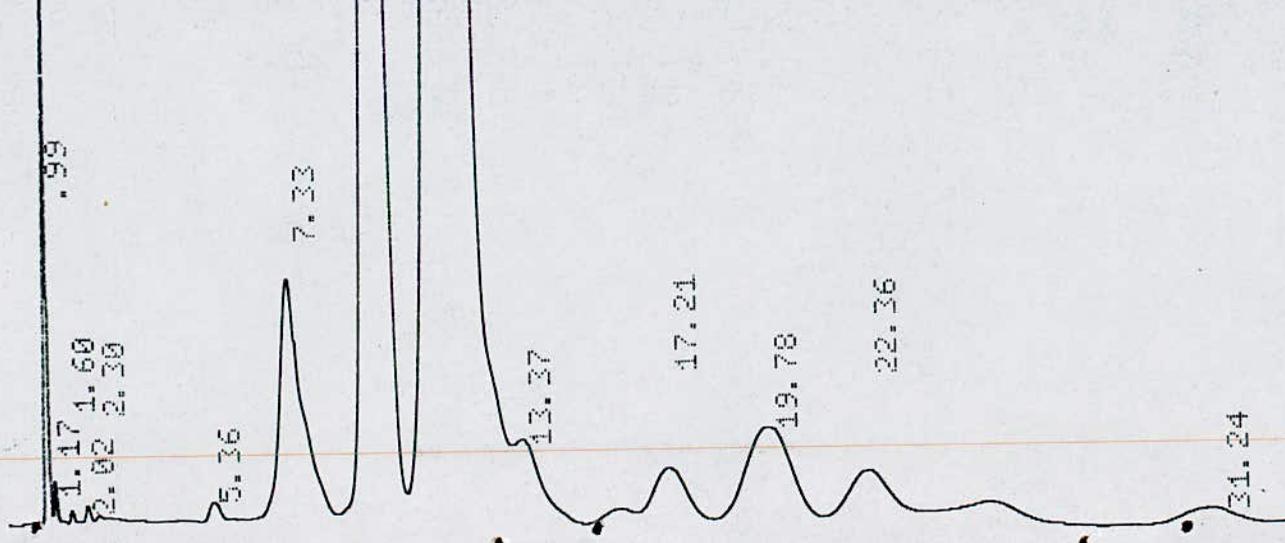
INPUT OVERRANGE AT RT= 1.04

FILE 1. METHOD 0. RUN 10 INDEX 10

PEAK#	AREA%	RT	AREA BC
1	98.351	1.	10405633 02
2	1.535	1.19	162380 02
3	0.115	1.41	12116 03

905 904
PT EVAL:
PT= 138.

CHANNEL A INJECT MG:08:33



Chroma 12 : Residu de la T.B.P

- temp colonne = 160°C
- temp injection = 200°C
- temp detection = 300°C
- Attenuation = 32
- vitesse de papier = 0,5 mm/mn
- volume injecté = 0,1 µl.

MG:08:33 CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 15 INDEX 15

PEAK#	AREA%	METHOD	RT	ARFA	RC
1	0.742		0.99	87197	02
2	0.079		1.17	9250	03
3	0.024		1.6	2862	01
4	0.045		2.02	5290	02
5	0.009		2.3	1095	03
6	0.12		5.36	14100	01
7	3.585		7.33	421510	02
8	18.342		9.64	2156651	02
9	69.902		11.67	8219015	02
10	1.471		13.37	172989	02
11	1.394		17.21	163941	02
12	2.7		19.78	317484	02
13	1.086		22.36	127735	03
14	0.5		31.24	58806	01

II CONCLUSION GENERALE

IV - CONCLUSION

L'huile essentielle que nous avons étudiée a été obtenue par entraînement à la vapeur d'eau de bois de cèdre algérien (*cedrus atlantica manetti*) de la région de Djurdjura.

Le tronc d'un âge assez avancé se trouvait dans la nature sec et débarrassé de ses écorces.

Le bois entier, coeur et aubier a été réduit en cinq degrés de division totalement différentes (du parallélépipède à la sciure) ; chacune de ces formes et à des charges multiples a été soumise à une distillation durant 4 heures ; à cet effet trois débits de vapeur ont été considérés.

Les eaux de distillation étant extraites par de l'éther diéthylique avant d'être évacuées à l'égoût. Les huiles essentielles directe et d'extraction ont été réunies et constituent l'huile essentielle totale.

Une première étude consistait à déterminer les paramètres opératoires optimum autrement dit de déterminer le degré de division, la charge par plateau ainsi que le débit de vapeur donnant le meilleur rendement total en huile.

A cet effet 45 essais ont été réalisés, le rendement en huile essentielle totale a été de 1,15 à 5,18 %. Le meilleur rendement a été obtenu pour une division ayant une faible épaisseur favorisant ainsi la diffusion de la vapeur à travers la matière végétale, il s'agit dans notre cas de copeaux. La charge doit permettre une répartition uniforme évitant par-là les chemins préférentiels à la vapeur. Cette dernière ne doit pas être trop importante car elle créerait un mauvais contact avec la matière, pas trop faible non plus car elle ne permettrait pas de conduire la totalité des huiles extraites jusqu'au condensat, une partie s'accrocherait aux parois du chapiteau sous l'effet de sa viscosité.

Conformément à la construction de notre appareil distillatoire les paramètres permettant le rendement le plus élevé pour du bois entier issu d'un vieux tronc sont les copeaux, une charge de 100 g par plateau (les plateaux sont au nombre de 4) et une puissance de chauffe de 4,62 KW conduisant ainsi à un débit de distillat de 3 l/h.

Une deuxième étude a eu pour objectif de choisir un solvant parmi quatre, à savoir l'éther diéthylique (qui a servi tout le long de la première étude), l'éther de pétrole, le n-hexane et enfin le benzène. Ce choix a été assez délicat puisqu'il fallait tenir compte simultanément et des facteurs économiques, citons le coût du solvant, le rendement en huile, le pourcentage de récupération du solvant et des facteurs de sécurité entre autres la toxicité vis-à-vis du manipulateur, et la facilité d'explosion du solvant ainsi considéré.

Un compromis a été donc fait entre ces quatre solvants, un seul paraît répondre à toutes les exigences, que ce soit du point de vue économique ou sécurité ; il s'agit de l'éther de pétrole. L'éther diéthylique est tout aussi valable, mais sa propriété est d'être très explosif nous incite à l'éviter tant que possible.

Cependant des exceptions peuvent avoir lieu, en effet certains fabricants préfèrent utiliser du n-hexane car il conduit à une meilleure qualité de l'huile.

En une troisième étape, nous nous sommes proposés d'étudier l'influence de la partie du tronc sur le rendement en huile. A cet effet il a été prouvé que le coeur donnait un meilleur rendement que l'aubier ; cependant assez proche du rendement obtenu avec le bois pris tout entier.

Il est donc préférable de travailler avec le mélange qu'avec le coeur qui demande un travail ingrat de par le gaspillage pouvant être engendré.

Il aurait été très intéressant de récupérer les déchets de l'industrie du bois si le cèdre avait été utilisé, ce qui n'est malheureusement pas le cas dans notre pays actuellement.

Une dernière étude portant sur l'influence de l'âge de l'arbre nous a permis de montrer que plus l'arbre est vieux, plus le rendement est important. Ceci est une bonne chose vis-à-vis de l'environnement, car il est plus rentable d'utiliser des arbres délabrés que de couper de jeunes arbustes qui d'ailleurs serait un acte de vandalisme.

Il ne suffit pas seulement de produire de l'huile essentielle mais de connaître ses propriétés, son identité, afin de le traiter à sa juste valeur.

A cet effet des propriétés physico-chimiques ont été établies pour chaque échantillon d'huile ; nous en comptons au cours de notre étude 52 ; les différents résultats montrent qu'il n'y a pas de variation considérable entre eux.

Les caractéristiques physico-chimiques de cette huile sont rassemblées ci-dessous :

Couleur	= Jaunâtre
Odeur	= Balsamique et plaisante
Densité à 15°C	= 0,9487 à 0,9604
Indice de réfraction à 20°C	= 1,5097 à 1,5155
Pouvoir rotatoire à 15°C	= + 40°22' à + 43°07'
Point de congélation	= - 7,1°C à - 7,6°C
Indice d'acide	= 2,24 à 2,94
Indice d'ester	= 3,24 à 3,70
Solubilité dans l'alcool à 90% (V/V)	= 4,8 V à 5,2 V

Ces caractéristiques se rapprochent énormément des valeurs habituellement admises pour les huiles essentielles de bois de cèdre d'Atlas (25).

L'isolement et l'identification des nombreux constituants de l'huile essentielle est capital. A cet effet nous avons utilisé les techniques de séparation habituelles : distillation fractionnée et la chromatographie en phase gazeuse.

La première technique étant réalisée à pression atmosphère s'est révélée être impuissante pour une séparation plus uniforme, de sorte que seuls les constituants légers ont pu être fractionnés.

La seconde, autrement dit la chromatographie en phase gazeuse qui par ailleurs est une méthode infailible nous a servi d'appui pour l'interprétation des divers échantillons, à savoir l'influence des conditions opératoires sur la composition. L'identification des constituants n'a malheureusement pas été achevée pour un manque d'étalons, cependant cette étude nous a permis d'avoir une meilleure idée de la composition de notre huile ; en effet, elle présente principalement des constituants lourds.

Les quelques étalons dont nous disposons nous ont conduit à identifier certains éléments légers de notre huile, citons : le pinène (α et β), camphène, phellandrène, paracymène, linalol, cédrène, terpinéol gauche et enfin le terpenyl acétate.

La richesse olfactive des échantillons nous mène à conclure que nous sommes encore très loin d'avoir identifié les nombreuses substances odorantes en particulier celle (ou celles) responsables de la note ambrée qui font tout l'attrait de cette huile essentielle.

Il serait donc très important sinon nécessaire de se pencher sur ce sujet qui est la détermination des éléments principaux de notre essence.

Un dernier point qui a son importance, est que tant que l'usage de cette huile est externe, elle ne présente aucun danger.

Depuis l'Antiquité, l'histoire des parfums et des arômes se confond avec l'histoire des civilisations.

A l'aube du 21^{ème} siècle, dans un monde ouvert à la communication, les mutations s'accélèrent. D'un côté, les évolutions propres à la phase post-industrielle engendrent une plus grande sophistication des concepts de tout ce qui se parfume et s'aromatise. De l'autre, dans le Tiers-monde, des masses de population, souvent encore confrontées à des problèmes nutritionnels, accèdent sans transition au stade de la consommation.

Dans tous les cas, des besoins quasi illimités s'offrent à cette industrie qui est appelée à les satisfaire, à condition de s'y être préparée.

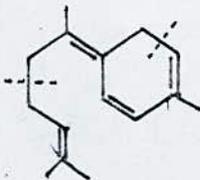
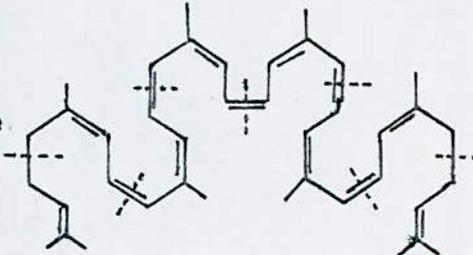
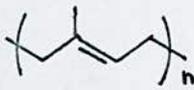
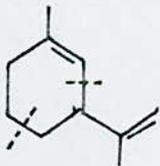
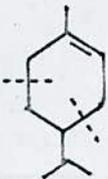
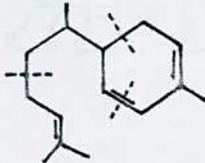
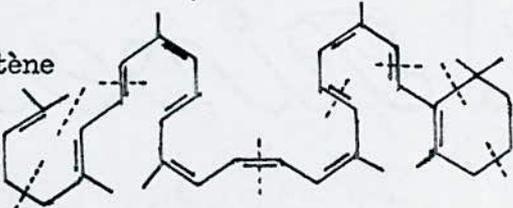
L'homme a toujours rêvé d'imiter et de maîtriser la nature ; malgré les moyens d'investigations actuels, le domaine du sensoriel demeurera en dernier ressort l'apanage de l'homme.

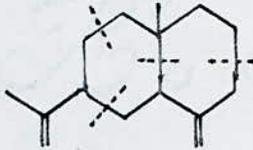
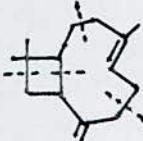
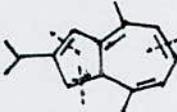
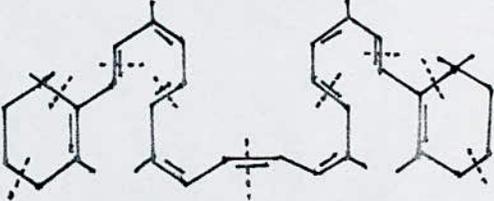
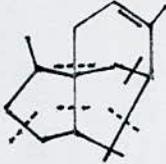
(F-2) N N E X E

<u>Mot</u>	<u>Signification</u>	<u>Page</u>
(A) * Absolue	Concrète lavée plusieurs fois à l'alcool (95 %) afin d'éliminer la cire.	-
* Acclimater	Adapter à un nouveau climat, à un nouveau milieu.	21
* Adjuvant	Produit que l'on ajoute, généralement en faible quantité, à un matériau pour en améliorer certaines caractéristiques.	20
* Agrume	Nom collectif désignant le citron et les fruits voisins : orange, mandarine, bergamote, pamplemousse, etc.	17
* Alcoolat	Résultat de la distillation de l'alcool sur une substance aromatique. (L'eau de cologne est un alcoolat).	3
* Arbitre	Classification	22
* Arôme	S'emploie pour caractériser : 1) l'odeur des corps volatiles issus des aliments ou boissons et perçue au cours de leur dégustation. 2) La propriété odorante des aliments et boissons responsable de la flaveur.	-
* Artefact	Structure ou phénomène d'origine artificielle ou accidentelle rencontré au cours d'une observation ou d'une expérience portant sur un phénomène naturel.	-
(B)* Biogénèse	Apparition de la vie sur la Terre.	7
(C)* Carminatif	Se dit des remèdes qui ont la propriété d'expulser les vents des intestins, tels que : la mélisse, la sauge, l'anis, le carvi, le fenouil, la coriandre...	19
* Cédraie	Lieu planté de cèdres.	24
* Cholérétique	Se dit des substances qui accroissent la sécrétion biliaire.	19
* Cholagogue	Se dit d'une substance facilitant l'excrétion biliaire.	19
* Coctions	Cuisson.	3
* Coenzyme A ou CoA	Substance chimique complexe de nature enzymatique constituée par du magnésium et par des groupements appartenant à la vitamine B1 et à la carboxylase.	7

<u>Mot</u>	<u>Signification</u>	<u>Page</u>
* Concrète	Produit d'extraction par solvant à partir d'une plante fraîche.	-
* Convulsivante	Qui provoque des convulsions c'est-à-dire des contractions musculaires brusques et involontaires.	20
(D) * Drainer	Action de débarrasser un sol humide de son excès d'eau.	23
* Drogue	Produit fourni par la matière médicale, animale ou végétale.	-
(E) * Ebénisterie	Menuiserie de placage ou d'assemblage.	24
* Enzyme	Catalyseur de nature protéique, thermolabile, susceptible d'agir en dehors de la cellule ou du milieu qui le produit. Synonymes : diastase, ferment soluble, zymase.	7
* Excipient	Substance thérapeutiquement inactive, à laquelle on incorpore un médicament en quantité donnée.	20
(F) * Flaveur	L'ensemble des sensations olfactives et gustatives perçues pendant la consommation d'un produit.	-
(G) * Glauque	De couleur verte tirant vers le bleu.	23
(H) * Huile fixe	Huile non volatile telles que les lipides.	6
* Hydrolat	Eau parfumée obtenue lors de l'extraction des essences par la vapeur d'eau.	-
(I) * Imputrescible	Qui ne peut pourrir.	-
(L) * Liasique	Type de relief développé dans une structure sédimentaire régulièrement plissée où alternent couches dures et couches tendres.	26
* Lipophiles	Qui se laissent mouiller par les liquides huileux.	18
* Lustrale	Bénite, employée dans les rites de purification, dans la liturgie catholique.	3
(M) * Métamorphique	Transformation à l'état solide d'une roche sous l'effet de la température et (ou) de la pression, ceci dans la croûte terrestre.	26

<u>Mot</u>	<u>Signification</u>	<u>Page</u>
* Monoïque	Se dit d'une plante à fleurs unisexuées, mais où chaque pied porte des fleurs mâles et des fleurs femelles, comme le maïs.	23
(O) * Onction	Geste liturgique consistant en une application d'huile bénite sur une personne ou une chose.	3
* Ontogénique	Séries de transformations subies par l'individu depuis la fécondation de l'oeuf jusqu'à l'être achevé.	21
* Organoleptique		2-19
* Ossature	Ensemble des parties qui soutiennent un organisme: charpente.	26
(P) * Parfum	Produit chimique volatil à température ordinaire et possédant une odeur agréable.	-
* Péricarpe	Ensemble des tissus constituant le fruit et entourant la graine.	5-19
* Plantule	Embryon d'une plante, contenu dans la graine.	23
* Pollinisation	Transport du pollen par le vent ou par les insectes, depuis les étamines jusqu'au stigmate d'une fleur de la même espèce, permettant la fécondation.	6
(R) * Rancir	Avoir une saveur âcre et une odeur forte.	7
(S) * Scarification	Destruction de la cohésion d'un sol ou d'un revêtement, ou encore incision superficielle de la peau.	17
* Schizogènes	Mode de multiplication des sporozoaires comportant un cloisonnement tardif des cellules.	6
* Stomachiques	Médicaments pour l'estomac.	19
(V) * Vermifuge	Se dit des remèdes propres à faire évacuer les vers intestinaux.	19

Type	Nom	Structure	Origine
monoterpène acyclique $C_{10}H_{16}$	myrcène		essences de laurier, de verveine
	ocimène		essence d'Ocimum basilicum
sesquiterpène acyclique $C_{15}H_{24}$	-farnésène		essence de citro- nelle
tétraterpène acyclique $C_{40}H_{56}$	lycopène		pigment végétal- tomate, pyra- canthe, etc.
polyterpène acyclique $(C_5H_8)_n$	caoutchouc (cis) gutta percha (trans)		latex de l'Hevea
monoterpène monocyclique $C_{10}H_{16}$	limonène		essences de citron, de menthe poivrée, etc.
	sylvestrène		essences de térében- thine russe et sué- doise
sesquiterpène monocyclique $C_{15}H_{24}$	zingibérène		essence de gingembre
tétraterpène monocyclique $C_{40}H_{56}$	-carotène		pigment végétal

Type	Nom	Structure	Origine
monoterpène bicyclique $C_{10}H_{16}$	sabinène		essence de sabine
	-pinène		principal constituant de l'essence de térébenthine
	camphène		essences de gingembre, de citronnelle, etc.
sesquiterpène bicyclique $C_{15}H_{24}$	-sélinène		essence de céleri
	caryophyllène		essence de girofle
$C_{15}H_{18}$	vétivazulène		essence de vétiver (de couleur bleue)
tétraterpène bicyclique $C_{40}H_{56}$	-carotène		pigment végétal
monoterpène tricyclique $C_{10}H_{16}$	tricyclène		accompagne souvent le camphène c.
sesquiterpène tricyclique $C_{15}H_{24}$	cédrene		essence de cèdre

B I B L I O G R A P H I E

- (1) TAKAYUKI SHIBAMOTO, *Analyse des huiles essentielles*, chro sci 1981 455-509, vol.15
- (2) DIOURTE, *Extraction de l'huile essentielle de bois de cèdre de l'Atlas par entraînement à la vapeur d'eau* - E.N.P. Dépt. de Génie Chimique
Projet de fin d'Etudes, 1986
- (3) R. DELANGE, *Essences naturelles et Parfums*
Ed. Armand Colin, 1930
- (4) M. PARIS, M. HURABIELLE, *Abrégé de matière médicale pharmacognosie*
Ed. Masson, 1981
- (5) DJECHERI, *Contribution à l'étude des huiles du géranium et cyprès d'Algérie*,
Mémoire de projet de fin d'Etudes, E.N.A.
- (6) HART/SCHUETZ, *Chimie organique*, 5ème édition.
Ed. Guérin, 1980
- (7) C. CASERIO, *Chimie organique moderne*
Ed. interédition, 1979
- (8) NAVES Y.R., *Qu'est-ce-qu'une huile essentielle ?*
Industrie chimique Belge (1) 1165-1176
- (9) J. GARNERO, *Quelques problèmes rencontrés au cours de l'obtention du contrôle et l'étude de la composition d'une huile essentielle*
Riv ital E.P.P.O.S. 1-12, 1976
- (10) J. GARNERO, R. JABACCHI, *Contribution à l'étude de la composition chimique de l'huile essentielle des rameaux de cyprès d'Algérie*
Riv ital E.P.P.O.S 1-50, 1975
- (11) BULLETTIN DE LA VULGARISATION FORESTIERE, *Le cèdre dans la région provence côte d'Azur*, N° 74/6, Juin-juillet, 1974
- (12) AZZOUNI Ali, *Etude de la croissance de cedrus atlantica Manetti introduit en moyenne altitude dans l'Atlas tellien*
Mémoire de fin d'études ENA, 1979-80
- (13) BULLETTIN DE LA VULGARISATION FORESTIERE, *Le cèdre de l'Atlas*, N° 71/4, Avril 1971
- (14) H. LOUBIE, *Les essences forestières, essences résineuses*
Ed. Masson & Cie, 1918
- (15) KADID, *Contribution à la description structurale des peuplements de cèdre et de pin noir algérien du Djurdjura*
Mémoire de fin d'études, INA, 1985
- (16) GROCHOWSKI Janusz, *Distillation et rectification EMP*, Dépt de Génie chimique,
1979-80
- (17) Ernest GUENTHER, *The essential oils*
Volume I : History-origine in plants - Production - analysis
Ed. Robert E-KREIGER, 1948, nouvelle édition 1972

- (18) GILDEMEISTER & HOFFMANN "Die Athrischen Öle", 3 éd. Vol II, 268
- (19) SHRI TEJ SINGH, KL HANDA, PR RAD, Parfümerie und kosmetik, 57
Jahrgang, Nr 3/76, p.68-70
- (20) M. PLATTIER et P. TEISSEIRE, Contribution à la connaissance de l'huile
essentielle de cèdre de l'Atlas, Août 1972
- (21) Anonyme : The Plant Family Cupressaceae, p. 335-369
(photocopie d'un ouvrage reçue de Dracogo)
- (22) E. GILDEMEISTER/HOFFMANN, "Die Athrischen Öle"
Akadémie-Verlag-Berlin, Tome IV, p. 284
- (23) R.P. PARIS, H. MOYSE, Matière médicale, tome 1, éd. Masson, 1976
- (24) Dr BRIAN M. LAWRENCE, R.J. REYNOLDS, TABACCO COMPANY, Progress in essential
oils, Vol 11, June/july, 1986
- (25) ADRIAN, Huiles essentielles et matières premières aromatiques,
société expanscience pharmascience, Paris
- (26) NORME AFNOR, NF T 75-220, juin 1984
Huile essentielle de cèdre du Texas
- (27) Pr A. DOMART, Dr J. BOUTNEUF, Nouveau Larousse Médical, 1981
- (29) L. BEZANGER-BEUQUESNE et M. PINKAS, Les plantes médicinales des régions
tempérées, ed. Maloine S.a, 1980
- (30) Charles BOURGEOIS, Chimie de la beauté, éd. Que sais-je ? 1960
- (31) T. BASSIRI, Introduction à l'étude des parfums,
éd. Masson & Cie, 1960
- (32) P. WUITTIER, Raffinage et génie chimique, Tome I
éd. Technip, 1972
- (33) NORME AFNOR, Huile essentielle, détermination de l'indice de réfraction,
NF T 75-112, Août 1977
- (34) NORME AFNOR, Huile essentielle, détermination du pouvoir rotatoire,
NF T 75-113, juin 1982
- (35) NORME AFNOR, Huile essentielle, évaluation de la miscibilité à l'éthanol,
NF T 75-101, juin 1982
- (36) M. GARRIC, Travaux pratiques de chimie,
éd. Dunod, 1964



