

RUPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale supérieure Polytechnique



Projet de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en
Génie Chimique

Thème :

*Extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse par
entraînement à la vapeur d'eau. Modélisation*

Dirigé par :

Pr. R. DERRICHE

Etudié par :

M^r: HEDRACHE Mohammed Fayssal

Soutenu le 19 juin 2014 devant le jury composé de :

M^r E.H BENYOUSSEF

Professeur à l'ENP

Président

M^{me} S.CHARCHARI

Professeur à l'ENP

Examinatrice

M^r T.AHMED ZAID

Professeur à l'ENP

Examinateur

M^{me} R. DERRICHE

Professeur à l'ENP

Promotrice

Promotion 2014

10 Avenue Hassen Badi El-Harrach – Alger

ملخص:

يستهدف هذا العمل بدراسة حركيات الاستخلاص للزيوت الأساسية للمقرمان عن طريق السحب ببخار الماء على المستوى المخبري والنصف صناعي.

من أجل فهم ظواهر انتشار المادة، اهتمنا بنمذجة مختلف حركيات الاستخلاص عن طريق MATLAB بتطبيقنا للنموذجين المطروحين من طرف Crank على النتائج المحصل عليها في الاستخلاص، مع إجراء المقارنة ما بين معاملي الانتشار المحصل عليها في كل من المستويين.

الكلمات المفتاحية: السحب ببخار الماء، مقرمان، انتشار المادة، النمذجة.

Résumé :

Ce travail a porté sur l'étude de la cinétique d'extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse par entrainement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire et semi pilote.

Pour mieux comprendre les phénomènes de transfert, nous nous sommes intéressés à modéliser les différentes cinétiques d'extractions par MATLAB tout en appliquant deux modèles qui ont été proposée par Crank sur les résultats obtenus au cours de l'extraction, et faire la comparaison entre les coefficients de diffusion obtenus sur les deux échelles.

Mots clés : entrainement à la vapeur d'eau, inule visqueuse, transfert de matière, modélisation.

Abstract:

This work with range on the study of the kinetics of extraction of essential oils of the inula viscosa, by stripping with the vapor of water, on the scale laboratories and semi pilot.

For better understanding the phenomena of transfer, we were interested to model the various kinetics of extractions by MATLAB, while applying two models that have been proposed by Crank on the results obtained during the extractions, and to make the comparison between the coefficients of diffusion obtained from the two scales.

Keywords : steam distillation, inula viscosa, mass transfer, modeling.

Remerciements

*On tient tout d'abord à remercier le grand dieu le tout puissant
Pour son aide céleste, grâce à lui seul que j'ai pu réaliser ce modeste
travail.*

Tout d'abord je remercie en premier lieu la directrice de ce mémoire M^{me} R.DERRICHE professeur à l'ENP, qu'elle trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour m'avoir accordé sa confiance ainsi que pour m'avoir guidé tout au long de ce mémoire, ses compétences, ses précieux conseils, sa disponibilité et sa gentillesse qui ont contribué au bon déroulement de ce travail.

Je tiens également à remercier les différents membres du jury qui ont accepté de juger ce travail et en particulier M^r E-H.BENYOUSSEF professeur à l'ENP d'avoir accepté de présider le jury aussi,

M^{me} : S.CHARCHARI, professeur a l'ENP

M^r : T.AHMED ZAID, professeur a l'ENP

Trouvent ici l'expression de mes plus vifs remerciement pour avoir accepté d'examiner ce travail et de faire partie du jury.

Merci également à toute notre bande d'acolytes : « *les chimistes* ». Le chemin parcouru ensemble fut truffé de joies, de peines, de désillusions, de fous rires... A tous nos moments partagés ensemble!

Je tiens à remercier l'ensemble du corps professoral de notre département, ainsi que toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Enfin, je remercie ma famille et nos proches, toujours présents et qui, par leur soutien et leurs encouragements ont contribué à leur façon à l'aboutissement d'un long travail.

Dédicace

Grâce à dieu qui ma tracé le chemin et m'a donné la santé, la volonté, la patience et de m'avoir fourni sa bénédiction, j'ai pu réaliser ce modeste travail que je dédie

A mes très chers parents, qu'aucune dédicace ne pourra exprimer mes sentiments de reconnaissance et de gratitude à leurs égards, et nul amour ne pourra rivaliser, en témoignage de leurs dévouements, leur amours qu'ils ont

pu me donner, ils m'ont toujours encouragés, soutenus, aidés et donnés espoir, que dieu tout puissant leur réserve une place dans son vaste paradis.

A mes très chères sœurs Nadjat ; Lamia ; Soumia ; Farida ; Wafâa que je leurs souhaite une longue vie pleine de joie et de réussite;

*A mes oncles Paternel et Maternel ; A toute ma famille
HEDRACHE ;*

*A tout ceux qui m'ont aidé à réaliser mon but, A mes collègues des études et tous mes amis de promotion **Génie Chimique**, sans oublier mes enseignants sans exception chacun par son nom pour le bon déroulement de mes études.*

A toute personne tenant une place dans mon cœur, A tous ceux qui m'aiment, et à tous, ce qui je n'ai pu citer, qu'il trouve ici toute la gratitude et la coordination.

MOHAMMED FAYSSAL

*« La connaissance est la seule chose qui s'accroît lorsqu'on la
partage »*

Sadra Boudjema – Ordre du grand vol

石の上にも三年

« Trois années assis sur une pierre »

(Proverbe japonais : Persévérance est gage de réussite).

Préambule

Ce travail a été réalisé sous la direction de professeur R.DERRICHE dans le cadre des activités de l'équipe « valorisation des espèces végétales » du laboratoire valorisation des énergies fossiles » dirigé par monsieur le professeur Chems eddine Chitour.

Résumé.....	i
Remerciement.....	ii
Dédicace.....	iii
Préambule.....	v
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des symboles	
Introduction générale.....	1

Etude bibliographique.

Chapitre I : Présentation de la matière végétale.

I.1. La Nomenclature	2
I.2. localisation et floraison.....	2
I.3. Description botanique de l'inula viscosa.....	3
I.4. Propriétés / indications	4
I.5. Les différentes espèces d'inules	5
I.5.1. Inula crithmoide (L.) (Faux crithmum).....	5
I.5.2. Inula magnifica (L.)	6
I.5.3. Inula helenium (L.)	7
I.5.4. Inula conyza (DC.).....	7
I.5.5. Inule odorante (L.) (Inula graveolens)	8
I.5.6. Inula hirta (L.) (Inule hérissée)	9
I.5.7. Inula salicina (L.)	9

Chapitre II : Les huiles essentielles.

II.1. Généralités sur les huiles essentielles.....	11
II.1.1. Définition	11
II.1.2. Intérêt thérapeutique, écologique et économique des huiles essentielles	13
II.1.3. Localisation des huiles essentielles dans la plante	13
II.1.4. Les propriétés des huiles essentielles	15
II.1.5. Composition chimique des huiles essentielles.....	16
II.1.6. Les facteurs influençant la composition	18
II.1.7. La toxicité des huiles essentielles	18

II.1.8. Conservation et stockage des huiles essentielles	18
--	----

Chapitre III : Extraction des huiles essentielles par EVE.

III.1. Le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau	20
III.1.1. Principe.....	20
III.1.2. Théorie.....	20
III.1.3. Mécanisme.....	22
III.2. Paramètres du procédé de l'entraînement à la vapeur d'eau.....	23
III.2.1. Débit de vapeur	23
III.2.2. La durée d'extraction.....	23
III.2.3. La température du distillat.....	23
III.2.4 Rendement en huile essentielle	24
III.2.5. Avantages et inconvénients du procédé	24

Chapitre IV : Procédés d'extraction.

IV.1. Procédés d'extraction	25
IV.1.1. Entraînement à la vapeur d'eau.....	25
IV.1.2. Hydro distillation	26
IV.1.3. Hydrodiffusion	26
IV.1.4. Extraction par du CO2 supercritique.....	27
IV.1.5. Extraction assistée par micro-onde	28
IV.1.6. L'extraction par solvants volatils	29
IV.1.7. La technique d'enfleurage.....	32
IV.1.8. L'extraction par ultrasons ou sonication	32

Chapitre V : Les travaux antérieurs relatifs à l'extraction d'inule visqueuse.

Partie expérimentale

Chapitre VI : matériel & méthode.

VI.1. La matière végétale	36
VI.2. Séchage de la matière végétale	36
VI.3. Mesure du taux d'humidité	36
VI.4. Caractérisation de la matière végétale	37
VI.5. Procèdes d'extraction	39
VI.5.1. Extraction par EVE à l'échelle laboratoire	39
VI.5.2. Extraction par EVE à l'échelle semi pilote	40
VI.6. Mesure de débit de vapeur d'eau.	41
VI.7. Calcul du rendement en huile essentielle.....	41
VI.8. Récupération de l'huile essentielle	41
VI.9. Détermination la porosité du lit	42

Chapitre VII : Extraction par entrainement à la vapeur à deux echelles.

VII.1. Extraction par entrainement à la vapeur à l'échelle laboratoire	44
VII.1.1. Protocole expérimentale	44
VII.1.2. Essais et les conditions opératoires.....	44
VII.1.3 L'étude cinétique d'extraction à l'échelle laboratoire	45
VII.1.3.1. L'Etude de l'évolution du rendement en huile essentielles en fonction du temps (lot mars).	45
VII.1.3.2. L'Etude de l'évolution du rendement en huile essentielles en fonction du temps (lot d'avril)	48
VII.1.4. la variation de l'humidité.....	52
VII.1.5. la porosité du lit	52
VII.2. Extraction par entrainement à la vapeur à semi pilote	53
VII.3. Comparaison entre l'échelle laboratoire et l'échelle semi pilote	60

Chapitre VIII : Modélisation du transfert de matiere

VIII.1. Modélisation des procédés d'extraction..... 61

VIII.2. Mécanismes de transfert des huiles essentielles..... 62

VIII.3. Modèle mathématique..... 63

 VIII.3.1. Les hypothèses..... 63

VIII.4. Modélisation à l'échelle laboratoire..... 63

VIII.5. Modélisation à l'échelle semi pilote 73

VIII.7. Discussion générale..... 80

conclusion générale.....81

bibliographie

Tableau I.1 : la nomenclature de la plante inula viscosa (L.).....	2
Tableau VI.1 : Description des deux lots de la matière végétale.....	36
Tableau VI.2 : la masse volumique de la plante « humide et sèche » ρ_s (g/cm ³).....	37
Tableau VI.3 : la masse volumique de la plante « humide » ρ_s (g/cm ³).....	38
Tableau VI.4 : la masse volumique de la plante « sèche » ρ_s (g/cm ³).....	38
Tableau VII.1 : rendement en HE obtenue par EVE pour lot de mars à l'échelle laboratoire.....	44
Tableau VII.2 : Résultats de la cinétique d'extraction d'HE de toutes les essais l'entraînement à la vapeur à l'échelle labratoire.....	45
Tableau VII.3 : Résultats de la cinétique d'extraction d'HE de toutes les essais l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire.....	49
Tableau VII.4 : les différents débits de vapeur mesurés sans matière végétale.....	55
Tableau VII.5 : rendement en HE obtenue par EVE pour les deux lots à l'échelle semi pilote.....	56
Tableau VII.6 : rendement en HE obtenue par EVE pour Essai N °2 lots de mars à l'échelle semi pilote.....	57
Tableau VII.7 : rendement en HE obtenue par EVE pour Essai N °1 lots de mars à l'échelle semi pilote.....	58
Tableau VII.8 : rendement en HE obtenue par EVE pour Essai N °3 lots de mars à l'échelle semi pilote.....	59
Tableau VIII.1 : les données statistiques pour l'équation du modèle I a un seul terme de l'essai N°2.....	64
Tableau VIII.2 : les données statistiques pour l'équation du modèle I a plusieurs termes de l'essai N°2.....	65
Tableau VIII.3 : les données statistiques pour l'équation du modèle I à un seul terme de l'essai N°4.....	66
Tableau VIII.4 : les données statistiques pour l'équation du modèle I à plusieurs termes de l'essai N°4.....	67
Tableau VIII.5 : les données statistique pour l'équation du modèle I a un seul terme de l'essai N°7.....	68

Tableau VIII.6 : Les données statistiques pour l'équation du modèle I a plusieurs termes de l'essai N°7.....	69
Tableau VIII.7 : les données statistique pour l'équation du modèle II de l'essai N°2.....	70
Tableau VIII.8 : les données statistiques pour l'équation du modèle II de l'essai N°4.....	71
Tableau VIII.9 : les données statistique pour l'équation du modèle II de l'essai N°7.....	72
Tableau VIII.10 : Les données statistiques pour l'équation du modèle I à un seul terme de l'essai N°2.....	74
Tableau VIII.11 : les données statistique pour l'équation du modèle I à plusieurs termes de l'essai N°2.....	75
Tableau VIII.12: les données statistiques pour l'équation du modèle I a un seul terme de l'essai N°3.....	76
Tableau VIII.13 les données statistique pour l'équation du modèle I a plusieurs termes de l'essai N°3.....	77
Tableau VIII.14 : les données statistiques pour l'équation du modèle II de l'essai N°2.....	78
Tableau VIII.15 les données statistique pour l'équation du modèle II de l'essai N°3.....	79
Tableau VIII.16 : les résultats de simulation du modèle I à différente échelles.....	79
Tableau VIII.17 : les résultats de simulation du modèle II à différente échelles.....	80

Figure I.1 : Photos de l’Inule visqueuse.....	3
Figure I.2 : <i>Inula viscosa</i>	4
Figure I.3 : <i>Inula crithmoide</i> (L.).....	6
Figure I.4 : <i>Inula magnifica</i> (L.).....	6
Figure I.5 : <i>Inula helenium</i> (L.).....	7
Figure I.6 : <i>Inula conyza</i> (DC.).....	8
Figure I.7 : <i>Inula graveolens</i> (L.).....	9
Figure I.8 : <i>Inula hirta</i> (L.) (Inule hérissée).....	9
Figure I.9 : <i>Inula salicina</i> (L.).....	10
Figure II.1 : Les 4 types de trichomes sécréteurs observés chez <i>Lavandula angustifolia</i> Mill. (1) Poil pelté, (a) vue de dessus, (b) vue de profil ; (2) Poil capité court ; (3) Poil capité long ; (4) Poil sécréteur bosselé, différents stades de la sécrétion.....	14
Figure II.2 : les cellules sécrétrices des labiées.....	14
Figure II.3 : (a). Poche sécrétrice schizogène; (b). Poche sécrétrice schizolysigène.....	15
Figure II.4 : Exemples de quelques mono terpènes.....	16
Figure II.5 : Exemples de quelques sesquiterpènes.....	17
Figure II.6 : Exemples de composés aromatiques.....	17
Figure III.1 : Evolution des températures de distillation de l’eau et l’huile essentielle, et du mélange eau/huile essentielle en fonction de la pression du milieu.....	22
Figure IV.1 : montage d’entraînement à la vapeur d’eau.....	25
Figure IV.2 : montage d’hydro distillation.....	26
Figure IV.3 : montage d’hydrodiffusion.....	27
Figure IV.4 : montage d’extraction par le CO2 supercritique.....	28
Figure IV.5 : montage d’extraction assistée par micro-onde.....	28
Figure IV.6 : montage d’extraction par solvant.....	29
Figure VI.1 : Montage de Dean Stark.....	36
Figure VI.2 : Appareillage de l’entraînement à la vapeur d’eau échelle laboratoire.....	39

Figure VI.3 : Appareillage de l'entraînement à la vapeur d'eau échelle semi pilote.....	40
Figure VII.1 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N°1, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).....	46
Figure VII.2 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 2, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).....	46
Figure VII.3 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 3, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).....	47
Figure VII.4 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 4, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).....	48
Figure VII.5 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 5, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril).....	49
Figure VII.6 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 6, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril).....	50
Figure VII.7 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 7, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril).....	51
Figure VII.8 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 2, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).....	58
Figure VII.9 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 3, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril).....	60
Figure VIII.1 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un seul terme ($R^2=0.94$) de l'essai N°2.....	64
Figure VIII.2 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes ($R^2=0.99$) de l'essai N°2.....	65
Figure VIII.3 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I à un seul terme ($R^2=0.88$) de l'essai N°4.....	66
Figure VIII.4 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes ($R^2=0.93$) de l'essai N°4.....	67
Figure VIII.5 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un seul terme ($R^2=0.95$) de l'essai N°7.....	68
Figure VIII.6 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes	

($R^2=0.98$) de l'essai N°7.....69

Figure VIII.7 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.99$) de l'essai N°2.....70

Figure VIII.8 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.98$) de l'essai N°4.....71

Figure VIII.9 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.98$) de l'essai N°7.....72

Figure VIII.10 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un seul terme ($R^2=0.92$) de l'essai N°2.....73

Figure VIII.11 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes ($R^2=0.96$) de l'essai N°2.....74

Figure VIII.12 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un seul terme ($R^2=0.94$) de l'essai N°3.....75

Figure VIII.13 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un plusieurs termes ($R^2=0.98$) de l'essai N°3.....76

Figure VIII.14 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.98$) de l'essai N°2.....77

Figure VIII.15 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.98$) de l'essai N°3.....78

Symbole	Signification
Adjusted R-square	Le coefficient de corrélation ajusté.
D	Coefficient de diffusion (m ² /s).
EVE	Entrainement à la vapeur d'eau.
H	Taux d'humidité (%).
HE	Huile essentielle.
K	Le coefficient de transfert (m/s).
L	Paramètre adimensionnel. C'est le rapport entre la résistance dans le solide sur la résistance du liquide.
MAE	microwave assisted extraction.
mE	Masse d'eau (g).
m_{ep}	La masse de l'éprouvette vide (g).
mH	Masse huile (g).
Mh	Masse de la matière végétale humide (g).
mHE	Masse d'huile essentielle cumulée (g).
m_{ms}	La masse de la matière végétale sèche (g).
Ms	Masse de la matière végétale sèche (g).
m_s	Masse du solide (matière végétale) (g).
m_{slv}	La masse du solvant utilisée (n-heptane) (g).
PE	Tension de vapeur d'eau.
PH	Tension de vapeur d'huile.
P_i	Tension de vapeur du constituant i pur.
P_T	Pression totale.
Q	Le débit volumique (ml/min).
R	Rapport d'entraînement.
Rh	Rendement en huile essentielle par rapport à la matière végétale humide (%).

RMSE	Root mean squared error (évalué l'écart dans les données utilisées).
Rs	Rendement en huiles essentielle par rapport à la matière végétale sèche (%).
R-square	Le coefficient de corrélation.
SSE	Sum squared error (la performance de la fonction).
Veau	Le volume d'eau recueilli dans le tube récepteur (ml).
VMHD	Vacuum microwave hydrodistillation.
V_{occupé}	Le volume occupé par le solvant (ml).
V_s	Volume du solide (ml).
V_T	Le volume total (ml).
X_i	Fraction molaire du constituant i en phase liquide.

Les lettres grecques :

ε	La porosité.
ρ_{eau}	La masse volumique de l'eau à la température T° (g/ml).
B	C'est les racines de l'équation du modèle II.
ρ_s	La masse volumique du solide (g/ml).

INTRODUCTION GENERALE

De tout temps, le règne végétal a offert à l'homme des ressources essentielles à son alimentation, à son hygiène et sa santé. Depuis les temps les plus anciens, les parfums de ces mêmes végétaux sont associés à des rites mystiques, artistiques et esthétiques.

Aujourd'hui encore, diverses maladies sont traitées uniquement par les seules thérapies naturelles qui font appel non seulement aux plantes aromatiques, mais aussi à leurs huiles essentielles obtenues généralement par entraînement à la vapeur d'eau.

L'Algérie est riche en plantes aromatiques et médicinales (l'inule visqueuse...etc.) susceptibles d'être utilisées dans les différents domaines (pharmacie, parfumerie, cosmétique, agroalimentaire)

Pour leurs propriétés thérapeutiques et odorantes. Ces plantes aromatiques sont, donc, la source de produit à forte valeur ajoutée (huiles essentielles, extrait, résines..) qui se présentent presque toujours comme des mélanges complexes dont il convient de traiter avant leur éventuelle valorisation.

Dans le but de faire connaître l'extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse par entraînement à la vapeur d'eau nous présentons dans ce mémoire, composée des trois grandes parties :

La première partie comporte une investigation bibliographique relative à la présentation générale de la matière végétale (*inula viscosa*) dans un premier chapitre, Le deuxième chapitre est accentué sur les huiles essentielles: leurs compositions chimiques, les méthodes d'analyses, leurs activités biologiques, les domaines d'application sans oublier les précautions et les contres indications lors de leur application.

Après avoir passé une revue générale sur les huiles essentielle le troisième chapitre sera concerné à l'étude du procédés d'extraction des huiles essentielles par l'entraînement à la vapeur d'eau.

Le quatrième chapitre traitera les différents procédés d'extraction des huiles essentielles.

Le cinquième chapitre présente les nombreux travaux qui ont été effectués sur l'inule visqueuse.

La partie expérimentale sera basée sur l'étude de la cinétique d'extractions d'huile essentielle de l'inule visqueuse à partir de ses feuilles soient séchées soit fraîches accompagné de calcul de rendement pour chaque essai.

L'opération d'extraction a été réalisée sur deux échelles : à l'échelle laboratoire et à l'échelle semi pilote.

La dernière partie partie de ce mémoire consacré à l'étude et modélisation du transfert de matière.

Etude bibliographique.

Chapitre I : présentation de la matière végétale : *Inula viscosa* (L.)

Chapitre II : Les huiles essentielles.

Chapitre III : Procédés d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau.

Chapitre IV : Procédés d'extraction.

Chapitre V : Les travaux antérieurs relatifs à l'huile essentielle de *inula viscosa* (L.).

Chapitre I

Présentation de la matière végétale.

Introduction

Depuis le début des temps, l'être humain utilise des plantes médicinales pour soigner des maux et des blessures. Ce sont elles qui constituèrent les médicaments du passé.

Certes l'utilisation des plantes médicinales, de la phytothérapie s'avère extrêmement salvatrice pour l'homme. Parfois une mauvaise utilisation des plantes médicinales peut entraîner d'autres problèmes de santé ou les accentuer.

Il est temps de **redécouvrir** ces végétaux trop longtemps oubliés, dont nous pouvons mettre à profit les multiples vertus dans notre vie quotidienne [1].

Les inules sont présentes à l'état sauvage dans toute l'Asie et l'Europe tempérée. Ces plantes sont vivaces et refleuriront tous les ans.

La multiplication naturelle se fait essentiellement par propagation des graines par le vent. Les inules peuvent aussi se diviser ou se bouturer en fin d'été.

Elles ne demandent aucun soin particulier mis à part un sol sec, Elles se propagent là où la terre ne reste pas trop mouillée. Le calcaire est souvent présent dans les lieux où elle pousse

I.1. La Nomenclature [2]

Tableau I.1 : la nomenclature de la plante inula viscosa (L.).

Nomenclature	
Le nom de l'espèce :	Ditrichia viscosa (L.) W.Greuter=inula viscosa (L.) Aiton,
Noms communs :	Faux yellowhead, aromatique inula, stiky vergerette.
Famille de la plante :	<u>Asteraceae</u> (marguerite (tournesol) famille).
Nom dérivation :	<u>Ditrichia</u> = genre dédié a manfred ditrich (1934) botaniste de l'Allemagne. Il était un spécialiste des <u>Asteraceae</u> à l'herbarium de Genève, Suisse, conservatoire et jardin botanique et plus tard directeur de l'herbier du jardin botanique et botanique musée de Berlin-Dahlem (latin) ; viscosa= stiky, se référant principalement à l'exsudat collant de les poils glandulaires (latins).
Synonymes :	inula viscosa, cupularia viscosa

I.2. localisation et floraison [2]

Fréquente en région méditerranéenne, où elle fleurit à la fin de l'été et au début de l'automne (Août –octobre). Elle affectionne les anciennes cultures, les décombres, les bords des routes et des chemins, formant d'abondantes touffes vertes à capitules jaunes ; elle est considérée comme assez

envahissante. Elle est l'un des rares représentants du genre *Dittrichia*, auquel appartient aussi *Dittrichia graveolens* (inule fétide). Elle est connue au Maroc sous les noms vernaculaires : Terhalâ, Mâgrâmân, bagramane ou encore Amagramane.



Figure I.1. Photos de l'Inule visqueuse

I.3. Description botanique de l'inula viscosa

L'Inule visqueuse est l'un des rares représentants du genre *Dittrichia*, c'est une plante **vivace** ; toute visqueuse à odeur agréable (selon certains, désagréable pour d'autres), ligneuse à sa base avec une forte racine pivotante lignifiée pouvant atteindre **30 cm** de long.

La feuille est glanduleuse, crénelée, embrassant (formant deux petites oreillettes à sa base). Lors de sa floraison, la moitié inférieure de sa tige se lignifie. **Les graines** sont paires, couronnées d'une aigrette rousse.

Elle mesure entre **50 cm** et **120 cm** de hauteur. Sa tige, dressée et très feuillée, est frutescente à la base. Ses capitules font environ 1 cm de diamètre. Ils sont disposés en longue grappe pyramidale

L'Inule visqueuse et l'Inule fétide (*Dittrichia graveolens*) peuvent être confondues à l'état végétatif mais l'Inule fétide aux feuilles non-dentées.

L'*Inula viscosa* est réputée être un "**insecticide végétal**" qui combat la Mouche de l'Olive. On la trouvait fréquemment dans les oliveraies avant qu'elle ne soit arrachée comme "**mauvaise herbe**" envahissante et encombrante [3].

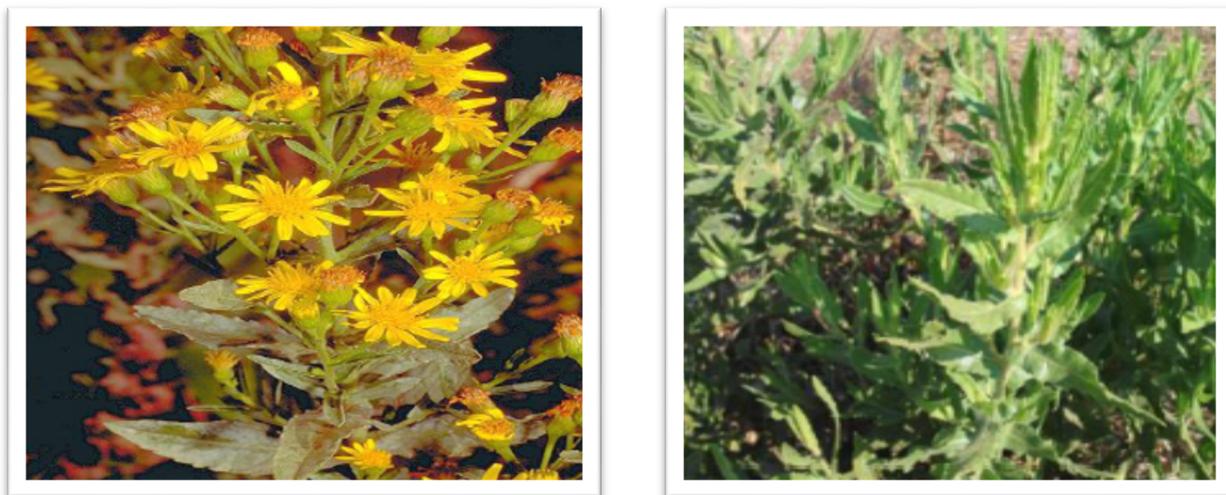


Figure I.2. *Inula viscosa* (L.) [4]

I.4. Propriétés / indications

- ✚ Elle est utilisée pour ses activités : anti-inflammatoires [5], antidiabétiques [6], antipyrétiques, antiseptiques [7], pour traiter les troubles gastroduodénaux [8].
- ✚ Un effet antiulcérogénique a été attribué à la composition flavonique d'*Inula viscosa* [8].
- ✚ L'extrait flavononique et l'huile essentielle d'*Inula viscosa* montrent une activité antifongique contre les dermatophytes et *Candida* spp [9].
- ✚ Anticatharrale

❖ Propriété antibactériennes

Les molécules aromatique possédant l'activité antibactérienne la plus élevée sont les phénols : carvacrol, thymol, eugénol, les monoterpénols, des alcools à 10 carbones, se situent juste après ; géraniol, linalol, citronellol, thujanol, terpinéol, menthol. Par ailleurs les monoterpénoles stimulent les défenses naturelles.

Les aldéhydes manifestent une certaine puissance antibactérienne : néral, géranial, citronellal, cuminal.les cétones, verbénone, thuyone, cryptone, menthone, camphre, fenchone, présentent un intérêt dans le traitement des états infectieux.

❖ Propriété Antifongique [10]

Les infections fongiques, ou mycoses, sont d'une actualité criante, car les antibiotiques prescrits de manière abusive ne sont plus efficaces. Par ailleurs, les mycoses, provoquées par les champignons *candida* ne se développent pas sur un terrain acide. Parmi les huiles essentielles antifongiques, on citera celles de cannelle, clou de girofle, eucalyptus citronné géranium, niaouli, tagète, romarin a cinéole

❖ Propriété Antiseptique [10]

Les HE sont réputés pour leurs propriétés désinfectantes et antiseptiques et s'opposent à la prolifération des germes pathogènes. Alors que les hôpitaux sont confrontés à des problèmes insurmontables (maladies nosocomiales, légionellose), la désinfection des locaux, des salles de réanimation et des chambres de malades peut faire appel à la diffusion d'HE riches en alcools et oxydes terpéniques.

❖ Propriété Anti-arythmique [10]

Certains esters. Comme l'acétate de bronyle de l'ylang-ylang, sont de bons régulateurs cardiaques.

❖ Propriété Antiparasitaire [10]

Le groupe des phénols possèdent une action puissante contre les parasites, viennent ensuite les alcools mono terpéniques, les oxydes, les cétones et les lactones.

❖ Désodorisantes, parfumantes [10]

En diffusion dans l'atmosphère ou diluées dans les produits de nettoyage, les huiles essentielles désinfectent, désodorisent et parfument agréablement et naturellement l'air que nous respirons.

❖ Antidouleurs : [10]

Les huiles essentielles ont le pouvoir de calmer et atténuer certaines douleurs de faible intensité :

- La douleur vive d'une migraine est anesthésiée par la Menthe poivrée en application locale.
- La douleur dentaire est atténuée par l'application de Girofle sur la gencive.
- Le cyprès calme les crampes musculaires et les rhumatismes
- Le niaouli calme les douleurs en engourdissant les nerfs.

❖ Digestives [10]

Certaines huiles essentielles peuvent :

- Empêcher la formation de gaz digestifs, elles sont carminatives, - Etre apéritives et digestives, - Stimuler la sécrétion des sucs digestifs, - Calmer les nausées.

La Menthe poivrée est l'huile essentielle des problèmes digestifs, elle est efficace pour calmer la constipation, les brûlures d'estomac, l'indigestion et la flatulence.

I.5. Les différentes espèces d'inules**I.5.1. Inula crithmoide (L.) (Faux crithmum) [11]**

C'est une espèce des régions méditerranéennes plus exactement du bord de mer. Elle se caractérise par ses feuilles allongées et charnues qui ressemblent à celles de la criste marine (crithmum maritimum) qui pousse aussi près de la mer mais dont les fleurs forment une ombelle.

Cette similarité explique le terme ou en forme de crithmum (crithmoides) attribué à cette espèce. Ses fleurs forment des capitules jaunes

- ✚ Taille : 50 - 120 cm.
- ✚ Floraison : Juillet - Octobre.
- ✚ Milieu : Dunes.



Figure I.3 : Inula crithmoide (L.) [12].

I.5.2. Inula magnifica (L.) [13]

Plante vivace d'un vert sombre, plus ou moins pubescente, à poils tuberculeux à leur base, tige de **30-80 cm.**, dressée, simple, feuilles molles, irrégulièrement inégales, obscurément dentées, assez étroitement lancéolées, longues et aiguës, parfois glabrescentes.

Les inférieures atténuées en pétiole, à aigrette blanche ; capitules en corymbe ; fleurs jaunes à ligules glanduleuses mais non poilues.

- ✚ **Sol** : Sol meuble, bien drainé et frais
- ✚ **Nom commun** : Aunée magnifique ; Grande aunée.



Figure I.4 : Inula magnifica (L.) [12].

I.5.3. *Inula helenium* (L.)

Originaires des régions tempérées et subtropicales d'Europe, d'Afrique et d'Asie, la plante d'*Inula helenium* se rencontre dans diverses zones, principalement dans les sites montagneux secs et rocailloux mais aussi dans les régions de plaines, fraîches et ombragées. La plante d'*Inula helenium* présente de grandes feuilles basales et des feuilles caulinaires de plus en plus petites, en disposition alterne. Les fleurs, en capitules, ressemblant à des marguerites, sont plates et portent de nombreuses ligules jaunes, étroites, et des fleurons tubulaires composant le disque central. Elles sont solitaires ou réunies en petits corymbes ou en panicules. [4]

✚ Hauteur: 0,80 à 1,50 m.

✚ Capitule : 6 à 8 cm.



Figure I.5. *Inula helenium* (L.) [12].

I.5.4. *Inula conyza* (DC.)

C'est une plante vivace couverte de poils doux qui pousse dans les lieux secs rocheux ou non. Elle appartient à la famille des composées ou Astéracées.

C'est une grande plante érigée qui peut dépasser **1,50 m** avec une tige solide et pourprée, ramifiée vers l'extrémité.

Les feuilles alternes sont ovales, finement dentées et pointues, leur surface plus ou moins gaufrée est grisâtre au revers [11].

Des corymbes de capitules se développent et s'épanouissent au sommet de la plante.

Chaque capitule est allongé, de petite taille et son involucre est muni de bractées recourbées en écailles (squarreuses). Les fleurs du capitule sont généralement dépourvues de ligules, leur couleur est jaune plus ou moins teinté de pourpre [13].

✚ **Floraison** : De Juillet à Septembre.

✚ **Habitat** : Lieux secs, incultes ; toute la France ; Corse. Presque toute l'Europe,

✚ **Noms communs** : L'Inula conyza, inule squarreuse, herbe aux mouches, Chassepuces, Herbe aux punaises ; Ploughman's Spikenard.



Figure I.6. *Inula conyza* (DC.) [12].

I.5.5. Inule odorante (L.) (*Inula graveolens*)

Il s'appelle aussi inule à odeur forte, On rencontre cette espèce dans les lieux sablonneux d'une grande moitié sud de la France. Elle remonte, à l'est, jusque dans l'Ain et, à l'ouest, jusque dans le Cotentin. C'est une plante glanduleuse-visqueuse à forte odeur camphrée. La tige est très ramifiée et le port est pyramidal. Les capitules sont petits, allongés, et les ligules, jaunes ou violacées, sont courtes [14].

✚ Hauteur : 0,3 à 1 m.

✚ Capitule : 1 cm.

✚ Floraison : août à octobre.

✚ Altitude : 0 à 400 m.



Figure I.7. *Inula graveolens* (L.) [12].

I.5.6. *Inula hirta* (L.) (Inule hérissée)

Cette inule est velue sur toute sa surface : sa tige s'élève à 3 dm. Et se réunifie un peu au sommet ; elle est droite, cylindrique, garnie de feuilles éparses, rétrécies en pétiole dans le bas de la plante ; les fleurs sont ordinairement au nombre de cinq à six, disposées en corymbe terminal.



Figure I.8. *Inula hirta* (L.) (Inule hérissée) [12].

I.5.7. *Inula salicina* (L.)

C'est une plante commune dans une zone qui va des Pyrénées aux Ardennes. Elle devient de plus en plus rare au fur et à mesure qu'on s'en éloigne. Elle se rencontre dans des prairies fraîches et humides, en lisière de forêt, mais aussi dans des milieux plus secs. La tige simple, ou seulement ramifiée dans le haut, porte des feuilles lancéolées, plus ou moins luisantes et qui s'écartent à angle droit. Les ligules sont étroites. Les bractées externes de l'involucre sont recourbées en de-hors. Une confusion est possible avec *Buphtalmum salicifolium* Linné dont le réceptacle est pourvu de paillettes et chez qui les ligules sont plus larges. [15]

✚ Hauteur : 30 à 70 cm.

✚ Capitule : 3 à 5 cm.

✚ Floraison : juin à septembre.

✚ Altitude : 0 à 600 m.



Figure I.9. *Inula salicina* (L.) [12].

Chapitre II

Les huiles essentielles.

L'extraction, issu du mot latin extra hère (tirer hors de), est la première opération de séparation d'un ensemble de filière de transformation. (huilerie, sucrerie, jus de fruits, boissons alcoolisées, etc), dans laquelle l'une des phases est retenue (l'extrait) et l'autre est rejetée (le résidu). Cependant et dans le but de valoriser le résidu, il arrive que celui-ci subisse une extraction telles que l'extraction des protéines de tourteaux d'oléagineux ou le séchage de nombreux sous-produit (le séchage peut être considéré comme un type particulier d'extraction

II.1. Généralités sur les huiles essentielles

II.1.1. Définition

Les huiles essentielles sont des substances huileuses, volatiles et odorantes, ce qui les différencie des huiles fixes. On peut les extraire de certaines plantes appelées pour cette raison aromatiques et couramment plantes à essence.

Le terme « huile », quant à lui, souligne le caractère visqueux et hydrophobe de ces substances, le terme « essentielle » comme caractéristique principale de la plante à travers ses exhalations [16].

Selon Naves [17], les huiles essentielles ne sont que des mélanges de divers produits issus d'une espèce végétale. Cette définition est restrictive car elle ne tient pas compte des produits obtenus par expression à froid du péricarpe ou zeste clé fruit de citrus.

L'huile essentielle est définie comme étant un produit de composition généralement assez complexe des principes volatils contenus dans les végétaux. Depuis la 9^e édition en 1972, la pharmacopée n'utilise plus que le terme : huile essentielle.

Quant à la norme AFNOR NF T 75-006, elle la définit comme étant le produit obtenu, soit par entraînement à la vapeur d'eau de la matière première végétale, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des citrus, soit par distillation à sec. Elle sera séparée par la suite de la phase aqueuse par des procédés physiques [18].

Les huiles essentielles occupent une place considérable sur le marché de la pharmacie des produits d'hygiène, de la parfumerie, de l'industrie cosmétique ainsi que de nombreux secteurs d'agro-alimentaire.

- ✚ **Une huile** : est une substance, insoluble dans l'eau, d'origine végétale, animale ou minérale, grasse, elle est liquide à la température ordinaire.
- ✚ **L'essence** : (du latin essentia, de esse : être) est une substance aromatique naturelle secrétée par la plante. Pour les agrumes, on extrait principalement l'essence par expression du zeste. On devrait dire essence de citron et non huiles essentielles de citron.

Lors de sa transformation par distillation l'essence subit une modification biochimique et devient une huile essentielle. Donc l'huile essentielle est l'essence de la plante distillée.

Les essences ne sont pas des corps purs, presque toutes constituent des mélanges, on le reconnaît à l'instabilité de leur point d'ébullition. Sous le rapport de la composition, on les rangeait autrefois en trois classes, les essences hydrocarbonées, les essences oxygénées et les essences sulfurées. Ainsi beaucoup d'essences sont un mélange d'hydrocarbures et de substances oxygénées, et quant à celles-ci, aucun lien ne les rattache, car dans les essences oxygénées on trouve les fonctions chimiques les plus différentes : des aldéhydes, essence de cumin, de cannelle, etc. ; des acétones. ; des phénols, essence de girofle ; des éthers, essence de gaultheria, etc [19].

✚ **Une huile essentielle** : Le terme d'huile essentielle s'applique uniquement à des essences 100% pures et naturelles. Elles ne subissent aucune transformation, aucune dénaturation, reconstitution ou coupage à l'aide d'autres substances synthétiques ou naturelles.

✚ **Eau aromatique (hydrolat)** : Distillat aqueux qui subsiste après l'entraînement à la vapeur d'eau, après la séparation de l'huile essentielle

Les hydrolats contiennent les molécules chimiques des huiles essentielles, mais de façon dissoute (généralement moins de 5%). Cette particularité permet certaines utilisations notamment chez les enfants et sur certaines parties du corps comme le visage sans risque dermocaustique ou irritatif [20].

✚ **Concrète** : Extrait à odeur caractéristique obtenu à partir d'une matière première fraîche d'origine végétale, par extraction au moyen d'un solvant non aqueux.

✚ **Absolue** : Produit ayant une odeur caractéristique, obtenu à partir d'une concrète, d'une pommade florale ou d'un résinoïde par extraction à l'éthanol à température ambiante.

Note : la solution éthanolique est généralement refroidie et filtrée dans le but d'éliminer les *cires*. L'éthanol est ensuite éliminé par distillation.

✚ **Résinoïde** : Extrait à odeur caractéristique obtenu à partir d'une matière sèche d'origine végétale, par extraction au moyen d'un solvant non aqueux [20].

✚ **Pommade florale** : corps gras parfumé obtenu à partir de fleurs, soit par enfleurage à froid (par diffusion des constituants odorants des fleurs dans le corps gras), soit par enfleurage à chaud (par digestion ou immersion des fleurs dans le corps gras fondu) ;

II.1.2. Intérêt thérapeutique, écologique et économique des huiles essentielles

Les huiles essentielles possèdent de nombreuses activités biologiques. En phytothérapie, elles sont utilisées pour leurs propriétés antiseptiques contre les maladies infectieuses d'origine bactérienne, par exemple contre les bactéries endocanalaire [21] ou au niveau de la microflore vaginale [22] et d'origine fongique contre les dermatophytes [23]. Cependant, elles possèdent également des propriétés cytotoxiques [24] qui les rapprochent donc des antiseptiques et désinfectants en tant qu'agents antimicrobiens à large spectre.

Dans les domaines phytosanitaires et agroalimentaires, les huiles essentielles ou leurs composés actifs pourraient également être employés comme agents de protection contre les champignons phytopathogènes [25] et les microorganismes envahissant les denrées alimentaires [26].

Les huiles essentielles jouent un rôle écologique dans les interactions végétales,

végétale-animales et pourraient même constituer des supports de communication par des transferts de messages biologiques sélectif [27]. En effet, elles contribuent à l'équilibre des écosystèmes, attirent les abeilles et des insectes responsables de la pollinisation, protègent les végétaux contre les herbivores et les rongeurs, possèdent des propriétés antifongiques, antibactériennes, allopathiques dans les régions arides et peuvent servir de solvants bioactifs des composés lipophiles [28] [29].

Traditionnellement, les huiles essentielles sont présentes dans le processus de fabrication de nombreux produits finis destinés aux consommateurs. Ainsi, elles sont utilisées dans l'agroalimentaire (gâteaux, biscuits, soupe, sauce, chewing gum, chocolats, bonbons...) pour aromatiser la nourriture. Elles sont également utilisées dans l'industrie de la parfumerie, de la cosmétique et de la savonnerie. On les utilise aussi dans la fabrication des adhésifs (colle, scotch ...), et celle de la nourriture pour animaux, dans l'industrie automobile, dans la préparation des sprays insecticides. L'homéopathie et l'aromathérapie sont des exemples courants d'usage d'huiles essentielles en médecine douce, et leur popularité s'est accrue d'une façon considérable ces dernières années [30].

II.1.3. Localisation des huiles essentielles dans la plante

La synthèse et l'accumulation des HE s'effectuent dans des structures histologiques spéciales, différenciées et variables suivant la famille. Ces structures sont localisée soit a la surface des différents organes de la plante, sites exogènes, soit dans des canaux ou poches, sites endogènes.

Les huiles essentielles sont localisées dans le cytoplasme de certaines cellules végétales sécrétrices qui se situent dans un ou plusieurs organes de la plante, à savoir [31] :

II.1.3.1. Les poils sécréteurs ou trichomes

Ils peuvent se présenter sous quatre formes : ils peuvent se composer de plusieurs cellules sécrétrices, associées pour constituer un plateau porté par un pédicelle court, poils peltés, poils capités à pieds court ou long ou bosselé. Les poils sécréteurs peuvent être externes ou bien internes, comme dans les divers eucalyptus.

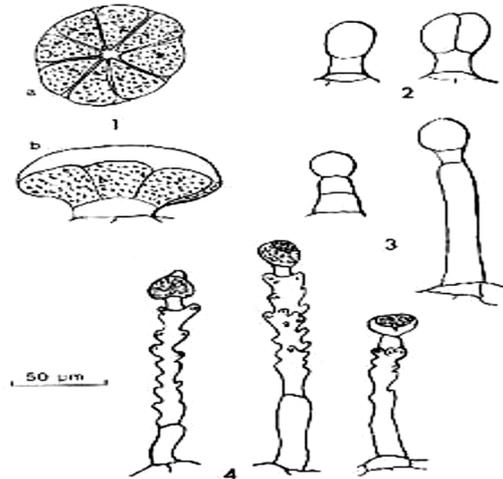
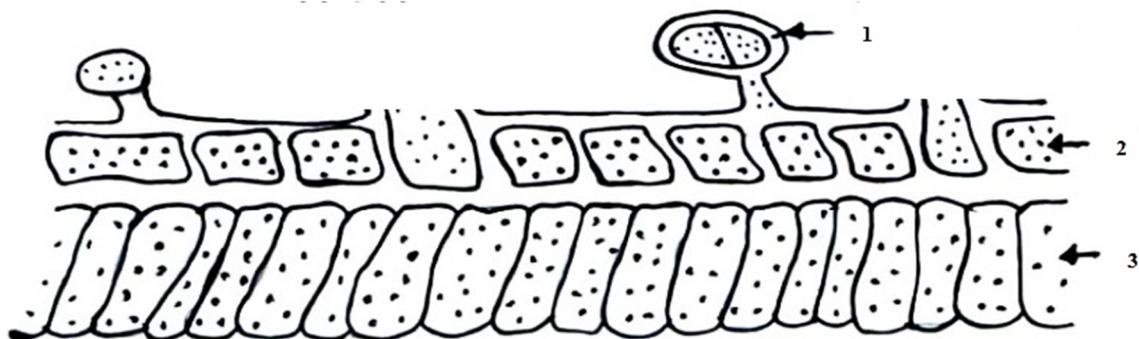


Figure II.1 : Les 4 types de trichomes sécréteurs observés chez *Lavandula angustifolia* Mill.

- (1) Poil pelté, (a) vue de dessus, (b) vue de profil ; (2) Poil capité court ; (3) Poil capité long ; (4) Poil sécréteur bosselé, différents stades de la sécrétion

II.1.3.2. Les cellules épidermiques et Les cellules sécrétrices internes

L'huile sécrétée par les cellules de tête, traverse la paroi cellulosique et se collecte dans une cavité que crée la cuticule en se soulevant ; elle se distend et persiste [32]. Les poils ont une origine épidermique. Cependant, on classe dans les poils sécréteurs ces émergences de cellules parenchymateuses qui prennent une forme capitée et se séparent finalement de la cellule- mère par une paroi transversale, en bordure de lacunes aérifères (sites endogènes) [32]. De tels poils sécréteurs, dits «internes», sont caractéristiques de certaines fougères [33].



(1) Poil sécréteur à pied, (2) épiderme, (3) parenchyme

Figure II.2 : les cellules sécrétrices des labiées.

II.1.3.3. Les poches sécrétrices [31]

La genèse des poches sécrétrices débute par la division d'une cellule parenchymateuse en quatre cellules, qui forment en leur centre une poche. Dès lors il existe deux voies d'évolution pour cette poche :

a) soit les cellules, qui entourent la poche, continuent à se diviser tout en formant une seule rangée tout autour, la poche est qualifiée de schizogène (Figure II.3, a).

b) soit les cellules, entourant la poche, vont se diviser et s'organiser pour constituer des rangées successives autour de la poche, avec un phénomène de lyse pour les cellules de la rangée la plus interne, ce qui forme alors une poche schizolytique (Figure II.3.b).

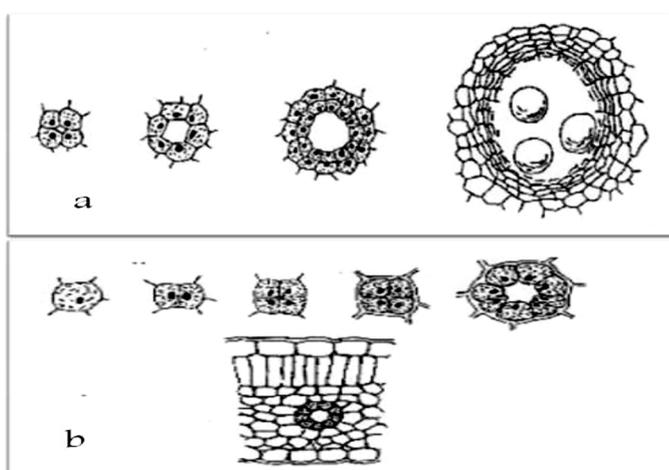


Figure II.3 : (a). Poche sécrétrice schizogène; (b). Poche sécrétrice schizolytique.

Des travaux qui ont été fait sur l'inule visqueuse les chercheurs ont réalisé des coupes selon un plan transversal sur la feuille, ces coupes visent à localiser les tissus sécréteurs des huiles essentielles.

Elles sont observées par microscope photonique, ces photos ont montré que les feuilles de l'inule visqueuse contiennent des poils endogènes [34].

Ces observations seront d'une grande utilité lors de l'étude des phénomènes de transfert qui régissent les différents procédés d'extraction.

II.1.4. Les propriétés des huiles essentielles

II.1.4.1. les propriétés physiques des huiles essentielles

- Liquides à température ambiante
- De consistance huileuse mais non grasse
- Volatiles telle que leur volatilité augmente avec la chaleur
- Insolubles dans l'eau et, pour la grand majorité, plus légères que l'eau
- Souvent odorantes et colorées

- Les huiles essentielles s'enflamment facilement
- Elles sont solubles dans les huiles végétales et dans l'alcool jusqu'à un certain pourcentage [35].

II.1.4.2. Propriété chimiques des huiles essentielles

- elles s'oxydent facilement à la lumière et se résinifient en absorbant l'oxygène en même temps que leur odeur se modifie, leur point d'ébullition augmente, leur solubilité diminue.
- Elles réagissent avec le chlore, le brome, l'iode avec dégagement de chaleur
- Elles peuvent se combiner avec l'eau pour former des alcools [35]

II.1.5. Composition chimique des huiles essentielles

Dans les plantes, les huiles essentielles n'existent quasiment que chez les végétaux supérieurs. Elles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent-en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule. Elles peuvent être stockées dans divers organes : fleurs, feuilles, écorces, bois, racines, rhizomes, fruits ou graines [35].

Les huiles essentielles sont constituées principalement de deux groupes de composés odorants distincts selon la voie métabolique empruntée ou utilisée. Il s'agit des terpènes (mono et sesquiterpènes), prépondérants dans la plupart des essences, et des composés aromatiques dérivés du phénylpropane.[36]

II.1.5.1. Les mono terpènes

Les mono terpènes sont les plus simples constituants des terpènes dont la majorité est rencontrée dans les huiles essentielles (90%) [37]. Ils comportent deux unités isoprène (C_5H_8), selon le mode de couplage « tête-queue ». Ils peuvent être acycliques, monocycliques ou bi cycliques. A ces terpènes se rattachent un certain nombre de produits naturels à fonctions chimiques spéciales.

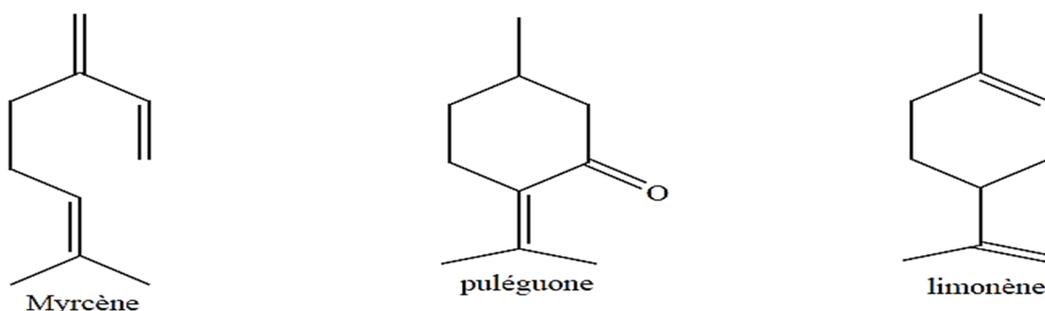


Figure II.4 : Exemples de quelques mono terpènes

II.1.5.2. Les sesquiterpènes

Ce sont des dérivés hydrocarbures en $C_{15}H_{22}$ (assemblage de trois unités isoprènes). Il s'agit de la classe la plus diversifiée des terpènes qui se divisent en plusieurs catégories structurales, acycliques, monocycliques, bi cycliques, tricycliques, polycycliques. Ils se trouvent sous forme hydrocarbures ou sous forme hydrocarbures oxygénés comme les alcools, les cétones, les aldéhydes, les acides et les lactones dans la nature.

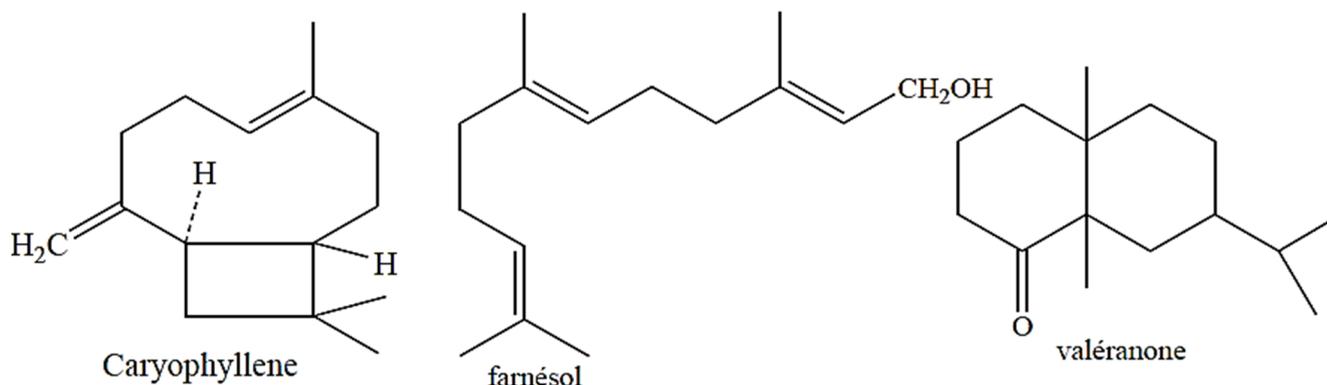


Figure II.5 : Exemples de quelques sesquiterpènes.

II.1.5.3. Les composés aromatiques

Une autre classe de composés volatils fréquemment rencontrés est celle des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (Figure II.6). [31] Cette classe comporte des composés odorants bien connus comme la vanilline, l'eugénol, l'anéthole, l'estragole et bien d'autres. Ils sont davantage fréquents dans les huiles essentielles d'Apiaceae (persil, anis, fenouil, etc.) et sont caractéristiques de celles du clou de girofle, de la vanille, de la cannelle, du basilic, de l'estragon, etc. [19]

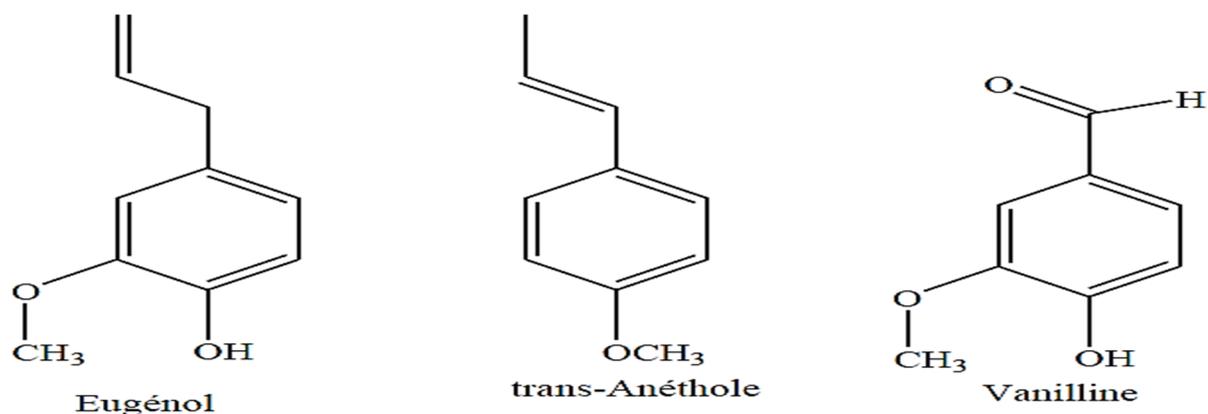


Figure II.6 : Exemples de composés aromatiques

II.1.6. Les facteurs influençant la composition

Il existe beaucoup de facteurs externes pouvant influencer la composition chimique de l'huile essentielle. La température, le taux d'humidité, la durée d'ensoleillement, la composition du sol sont autant de facteurs d'ordre environnemental susceptibles d'exercer des modifications chimiques.[38].

✓ **Le chémotype** : c'est une classification par rapport au composant chimique majoritaire présent dans l'huile essentielle. Cette classification permet une utilisation plus précise, plus sûre et plus efficace. Suivant la nature des sols et des climats locaux, une même espèce botanique se subdivise en variétés de composition bio- chimique différente qui donneront des huiles essentielles aux propriétés variables.

Dans le cas Romarin, il existe plusieurs variétés : celle de Provence et du Languedoc donne une huile essentielle riche en camphre toxique pour le foie, alors que celle de Corse et d'Espagne contient un ester et une cétone qui régularisent les fonctions hépatobiliaires.

✓ **Les conditions environnementales** Elles influencent aussi la composition. La température, la quantité de lumière, la pluviométrie, les conditions édaphiques représentent autant de causes potentielles de variations de la composition chimique d'une plante aromatique donnée [39]

✓ **Les conditions culturelles** Telles que la date de semis, date de récolte, les traitements phytosanitaires, l'emploi d'engrais, ainsi que les techniques de récolte... influencent aussi la composition [39].

II.1.7. La toxicité des huiles essentielles [40]

La toxicité chronique des huiles essentielles est assez mal connue ; on connaît par contre beaucoup mieux le risque de toxicité aiguë lié à une ingestion massive, en particulier la neurotoxicité des huiles essentielles à thuyone (thuya, absinthe, sauge officinale, tanaïsie) ou à pinocamphone (hysope). Ces cétones induisent des crises épileptiformes et tétaniformes, des troubles psychiques et sensoriels nécessitant l'hospitalisation.

Cette toxicité non négligeable conduit à adopter une attitude prudente face aux pratiques telles que l'aromathérapie lorsqu'elles utilisent des huiles essentielles pures et à fortes doses, par voie orale et a fortiori en mélange.

En générale chez l'homme l'ingestion de 10 à 30ml d'une huile essentielle peut être mortelle. A des doses plus faibles on note des troubles digestifs, de l'hypotension, de l'hypothermie et une confusion mentale [35].

II.1.8. Conservation et stockage des huiles essentielles [41]

La conservation des huiles essentielles est délicate .Trois facteurs interviennent dans l'altération des huiles essentielles :

- ✚ La température : obligation de stockage à basse température (entre 8°C et 25°C), surtout pour les essences.
- ✚ La lumière : stocker dans l'obscurité et dans un récipient opaque, marron de préférence.
- ✚ L'oxygène de l'air : bien reboucher le flacon.
- ✚ La durée de conservation admise est de 2 ans à 5 ans pour les huiles essentielles et 1 an à 2 ans pour une essence.

Chapitre III

Extraction des huiles essentielles par
entraînement à la vapeur d'eau.

L'entraînement à la vapeur d'eau est le plus ancien des procédés d'extraction des huiles essentielles à partir des végétaux. Élaboré par le médecin et philosophe Ibnou Sina, il est basé sur le fait que la plupart des composés odorants volatils sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau du fait de leurs points d'ébullition relativement bas et de leur caractère hydrophobe [42]. L'entraînement des huiles essentielles des plantes par la vapeur d'eau est applicable à un grand nombre de cas et, en particulier, à toutes les plantes dont les essences ne sont pas sensiblement altérées par l'eau à 100°C [43].

III.1. Le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau

III.1.1. Principe

L'extraction par entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau, fournie par une chaudière, traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel végétal, les cellules libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange constitué de vapeurs d'eau et d'huile essentielle. Ce mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [44].

III.1.2. Théorie

Bien que les huiles essentielles soient des mélanges fort complexes de plusieurs constituants, il n'est souvent pas nécessaire de les traiter comme des systèmes multi composés, la théorie des mélanges binaires semble convenir pour en expliquer le phénomène [45].

Ainsi, l'entraînement des molécules organiques, correspondant à une distillation hétérogène et dépendant de l'équilibre des phases liquide et vapeur, est régi par deux lois physiques [42]:

la loi de Dalton et la loi de Raoult.

- **La loi de Dalton**, selon laquelle la pression du mélange de vapeur est égale à la somme des tensions de vapeur de divers constituants du mélange [46].

$$P_T = P_H + P_E \quad (\text{III.1})$$

En assimilant le système eau - huile essentielle à un mélange binaire de liquides non miscibles et en supposant que chaque constituant peut se vaporiser sans contrainte, la pression de vapeur du système sera égale à la somme des pressions de vapeurs des constituants purs.

Donc la relation III.1 devient

$$P_T = P^{\circ}_H + P^{\circ}_E \quad (\text{III.2})$$

Où :

P_T : Pression totale

P°_i : Tension de vapeur de constituant i pur

H et E désignent respectivement l'huile essentielle et l'eau [45].

- **La loi de Raoult**, selon laquelle, la pression partielle de chaque constituant de la solution est proportionnelle à sa fraction molaire en phase liquide [46].

$$P_i = P^{\circ}_i X_i \quad (\text{III.3})$$

Où:

P_i : Pression partielle du constituant i .

P°_i : Tension de vapeur du constituant i pur.

X_i : fraction molaire du constituant i en phase liquide.

La combinaison de ces deux lois nous donne respectivement la pression totale et la composition des vapeurs en fonction des pressions partielles, d'où le calcul du taux de corps entraîné appelé également rapport d'entraînement :

$$R = m_H / m_E \quad (\text{III.4})$$

Où :

m : masse.

R : rapport d'entraînement [47].

H et E désignent respectivement l'huile essentielle et l'eau.

La masse m_i de chaque constituant dans le distillat dépend de sa masse moléculaire M_i et de sa tension de vapeur P°_i . Si on considère que l'eau et l'huile ne sont pas miscibles, le nombre n_i de moles, selon la loi des gaz parfaits, de chaque constituant en phase vapeur est proportionnel à sa tension de vapeur.

Par ailleurs, la somme ($P^{\circ}_E + P^{\circ}_H$) est égale à la pression extérieure, ainsi il sera possible, lors de la distillation de modifier partiellement le rapport eau/huile dans le condensât en changeant la pression de travail, la température de l'appareil s'ajuste automatiquement à celle d'ébullition du mélange [45].

La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeurs de chacun des constituants purs est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures.

Ainsi le mélange eau/huile essentielle distillée possède une température inférieure à 100°C à pression atmosphérique, généralement proche de 100°C en raison de la faible tension des

constituants odorants, alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées [42].

La figure III.1 montre l'évolution de la température de co-distillation d'un mélange hétérogène d'eau et d'huile essentielle

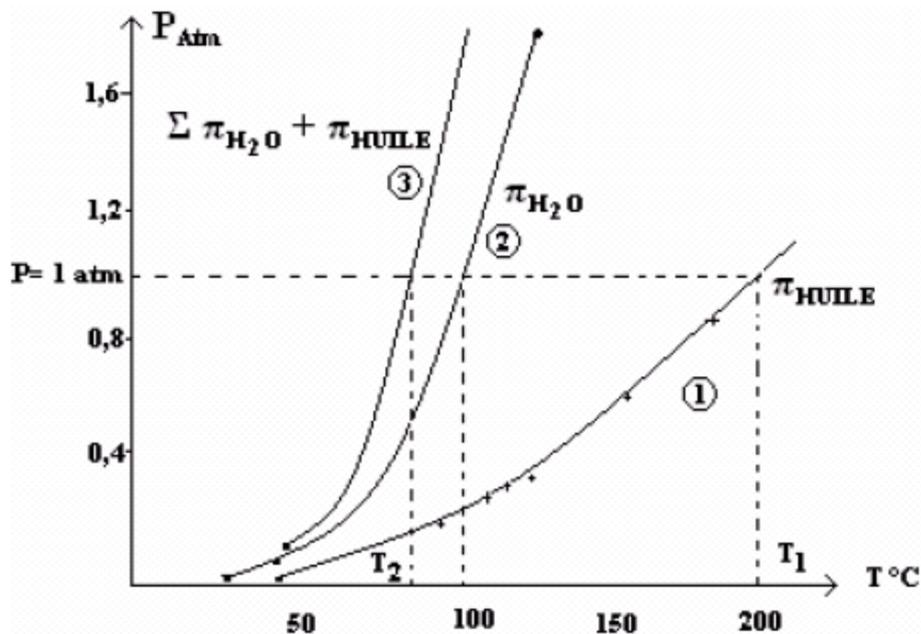


Figure III.1 : Evolution des températures de distillation de l'eau et l'huile essentielle, et du mélange eau/huile essentielle en fonction de la pression du milieu [48].

III.1.3. Mécanisme

L'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles est un processus de transfert de matière complexe, du fait que les dépôts d'huile dans la matière végétale sont de nature et de localisations différentes : exogènes et endogènes. Le processus s'effectue en deux étapes :

- ✚ L'hydrodiffusion : c'est la diffusion de matière en milieu aqueux jusqu'à la surface de la matière végétale.
- ✚ La distillation : c'est l'évaporation de l'huile essentielle se trouvant à la surface de la matière végétale dont les constituants sont directement entraînés par la vapeur [49].

Le mode de récupération de l'huile par entraînement à la vapeur d'eau a fait l'objet de plusieurs travaux. Ainsi, Teler [49] a constaté, lors de l'hydrodistillation des grains de carvi que les fractions oxygénées les moins volatiles distillaient avant les hydrocarbures. Koedam [50] observa le même phénomène pour l'huile essentielle d'aneth, où le limonène hydrodistille après son homologue oxygéné la carvone, alors que leurs températures d'ébullition sont respectivement de 177 $^{\circ}C$ et 230 $^{\circ}C$. Dès le début du siècle, Von Renchenberg [49] a tenté d'expliquer ce phénomène en affirmant que, durant une distillation, la vapeur pénètre dans les tissus de la plante et solubilise une partie des huiles essentielles contenues dans les glandes sécrétrices. Cette solution aqueuse chargée de

composés terpéniques, diffuse ensuite lentement, à travers les membranes cellulaires pour atteindre la surface extérieure, où l'huile essentielle est entraînée sous forme d'azéotrope par la vapeur d'eau. La plus grande partie de l'huile n'arrive à la surface qu'après une étape de diffusion à travers une épaisseur de tissu végétal. Par conséquent, le processus de diffusion influe directement sur la cinétique de l'hydrodistillation. Les constituants oxygénés, plus solubles dans l'eau que les hydrocarbures lourds ont une vitesse de diffusion plus grande [43]. La vitesse d'hydrodistillation dépend donc de deux facteurs cinétiques : l'hydrodiffusion et l'évaporation. [51] Dans le cas des végétaux ayant des dépôts exogènes, l'hydrodiffusion n'est pas le phénomène prépondérant. En effet, le flux de vapeur atteint et détruit facilement la cuticule couvrant le dépôt d'huile, ainsi le contact direct vapeur-eau est rapidement établie. L'hydrodistillation de telles matières végétales est de courte durée, la plus grande quantité d'huile est récupérée au début du processus [49]. Lorsque la matière végétale à dépôts exogènes est traitée avec des organes du végétal dépourvus ou contenant peu d'huile (tiges, racines...), une partie de l'huile peut être adsorbée à leur surface. La désorption ayant lieu ensuite est très lente. Ces phénomènes d'adsorption et de désorption sont souvent la cause de prolongation de la durée du processus [49].

III.2. Paramètres du procédé de l'entraînement à la vapeur d'eau

III.2.1. Débit de vapeur

Le flux de vapeur est introduit dans l'extracteur à travers les orifices de distributeur, qui joue le rôle de support du lit de matière végétale. La vapeur traverse la matière végétale entraînant l'huile essentielle. La maîtrise du débit de vapeur permet d'éviter des dysfonctionnements de type hydraulique, comme l'étranglement qui provoquerait une accumulation du liquide dans l'extracteur.

III.2.2. La durée d'extraction

C'est un paramètre important de l'entraînement à la vapeur d'eau. Il fournit des informations sur la localisation de l'huile essentielle à l'intérieur de la plante. Ainsi, les plantes dans lesquelles l'huile essentielle est située dans des glandes exogènes auront un temps d'extraction relativement court, tandis que les plantes dans lesquelles l'huile essentielle est située dans les glandes endogènes auront un temps d'extraction plus long.

III.2.3. La température du distillat

La température du distillat est liée à la solubilité de l'huile essentielle dans l'eau, dont il faut tenir compte pour le choix d'une température convenable. La récupération complète de l'huile essentielle des eaux de condensation dépend donc de la température du distillat recueilli à la sortie du condenseur. En augmentant celle-ci la densité de l'huile essentielle diminue plus rapidement que celle de l'eau, et par conséquent, la séparation est améliorée, mais les risques d'évaporation sont

alors importants. Il faut donc tenir compte et choisir un compromis entre ces deux paramètres, qui sont liés à la nature de l'huile essentielle à extraire [52].

III.2.4 Rendement en huile essentielle

Le rendement en huile essentielle est défini par le rapport entre la masse de l'huile essentielle (mHE) obtenue et la masse de matière végétale sèche (Ms) ou humide (Mh), exprimées dans la même unité de masse :

$$R_s = mHE \times 100 / M_s \quad (\text{III.5})$$

$$R_h = mHE \times 100 / M_h \quad (\text{III.6})$$

III.2.5. Avantages et inconvénients du procédé

La distillation par entraînement à la vapeur d'eau est incontestablement la méthode la plus employée pour l'extraction des essences végétales, car elle présente les avantages suivants : - Elle ne demande qu'une main d'œuvre minime. - Elle fournit directement une essence très pure.

Elle donne en général d'excellents rendements en produits volatils. Cependant on ne peut pas l'appliquer dans tous les cas, car : - Certaines substances odorantes sont altérées à la température d'ébullition de l'eau. - Certains constituants des essences qui sont solubles dans l'eau, ne se retrouveront pas dans l'essence, ou tout au moins n'y seront que partiellement représentés. Il en résultera que l'essence obtenue par distillation à la vapeur d'eau n'aura pas toujours exactement l'odeur de la matière première [53].

Chapitre IV

Procédés d'extractions

IV.1. Procédés d'extraction des huiles essentielles [54]

Les huiles essentielles sont obtenues avec des rendements très faibles (de l'ordre de 1%) ce qui en fait des substances fragiles, rares, et précieuses. Ainsi les différentes techniques d'extraction des huiles essentielles ou extraits aromatiques doivent d'une part, tenir compte de ces caractéristiques et d'autre part, apporter des performances quantitatives satisfaisantes. Une forte demande toujours plus exigeante basée sur différents phénomènes physiques : la distillation, l'extraction ou la séparation, ces techniques d'extraction seront présentées selon le principe sur lequel elles sont basées et classées en deux catégories distinctes selon le produit final obtenu : une huile essentielle ou un extrait aromatique.

IV.1.1. Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydro distillation, cette technique ne met pas en contact direct de l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : huile essentielle. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de huile.

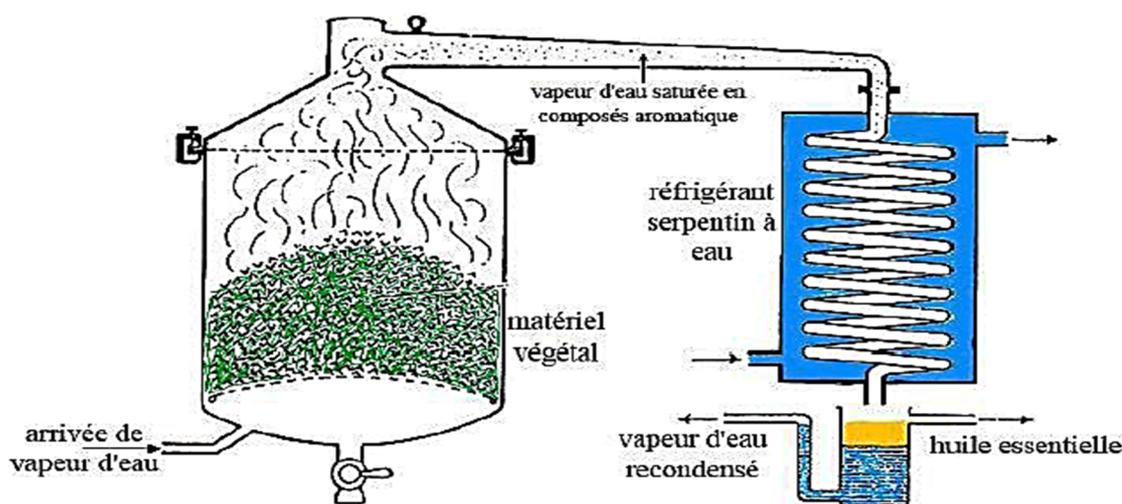


Figure IV.1. : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau.

IV.1.2. Hydro distillation

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait la plus anciennement utilisée. Le principe de l'hydro distillation correspond à une distillation hétérogène qui met en jeu l'application de deux lois physiques (loi de Dalton et loi de Raoult) Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un ballon lors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à l'ébullition. La chaleur permet de libérer les molécules odorantes qui se trouvent dans les cellules. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotrope. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité. Au laboratoire, le système équipé d'une cohobe généralement utilisé pour l'extraction des huiles essentielles est le Clevenger (figure IV.2).

Les eaux aromatiques ainsi prélevées sont ensuite recyclées dans l'hydrodistillateur afin de maintenir le rapport plante/eau à son niveau initial.

La durée d'une hydro distillation peut considérablement varier, pouvant atteindre plusieurs heures selon le matériel utilisé et la matière végétale à traiter. La durée de la distillation influe non seulement sur le rendement mais également sur la composition de l'extrait.

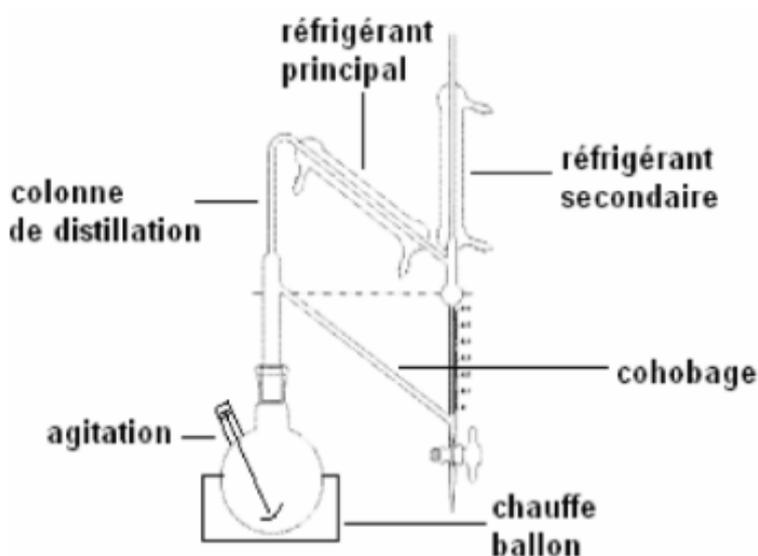


Figure IV.2 : montage d'hydrodistillation.

IV.1.3. Hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur (Figure IV.3). Cette technique relativement récente et particulière. Elle exploite ainsi l'action osmotique de la vapeur d'eau. Elle consiste à faire passer, du haut vers le bas, la vapeur d'eau au travers de la matrice végétale.

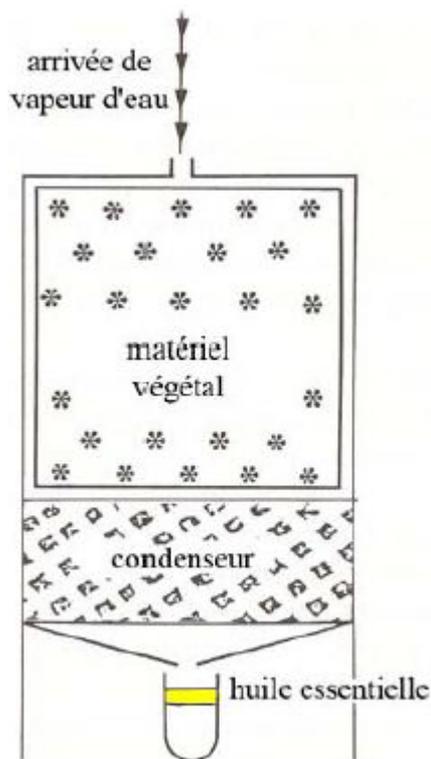


Figure IV.3 : montage d'hydrodiffusion

L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc moins dommageable pour les composés volatils, et de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, L'hydrodiffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur.

IV.1.4. Extraction par du CO₂ supercritique

La technique est fondée sur la solubilité des constituants dans le dioxyde de carbone à l'état super critique. Grâce à cette propriété, le dioxyde de carbone permet l'extraction dans le domaine liquide (supercritique) et la séparation dans le domaine gazeux. Le dioxyde de carbone est liquéfié par refroidissement et comprimé à la pression d'extraction choisie. Il est ensuite injecté dans l'extracteur contenant le matériel végétal, puis le liquide se détend pour se convertir à l'état gazeux pour être conduit vers un séparateur où il sera séparé en extrait et en solvant (Figure IV.4)

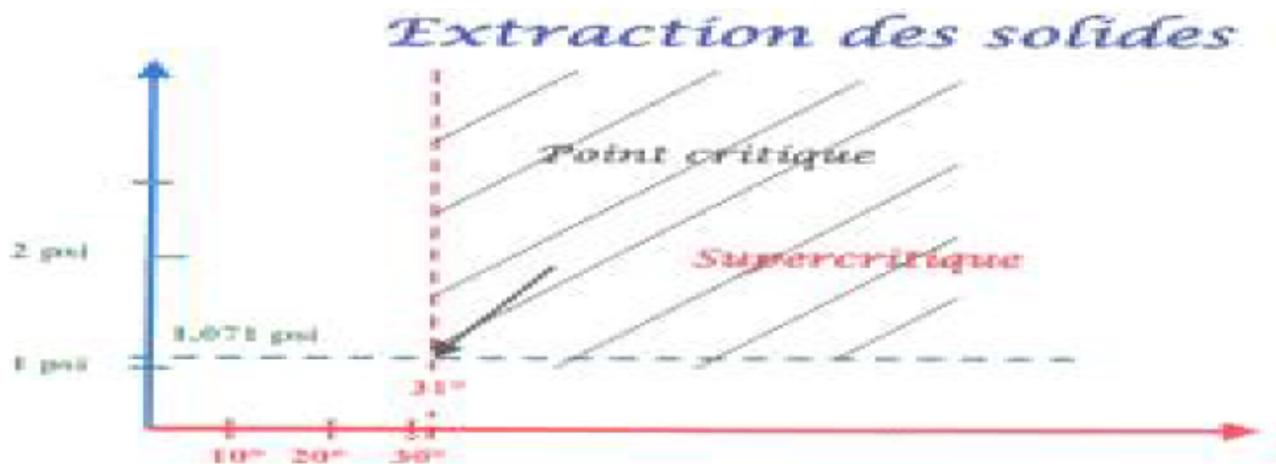


Figure IV.4 : montage d'extraction par le CO₂ supercritique

L'avantage de cette méthode est la possibilité d'éliminer et de recycler le solvant par simple compression détente. De plus les températures d'extraction sont basses dans le cas de dioxyde de carbone et non agressives pour les constituants les plus fragiles [55]. Cette technique est utilisable pour les essences difficilement distillables. Inconvénients : L'appareillage est coûteux.

IV.1.5. Extraction assistée par micro-onde

Cette technique d'extraction a été développée au cours des dernières décennies à des fins analytiques [56]. Le procédé consiste à irradier par micro-ondes de la matière végétale broyée en présence d'un solvant absorbant fortement les micro-ondes (le méthanol) pour l'extraction de composés polaires ou bien en présence d'un solvant n'absorbant pas les micro-ondes (hexane) pour l'extraction de composés apolaires. L'ensemble est chauffé sans jamais atteindre l'ébullition durant de courtes périodes entrecoupées par des étapes de refroidissement (Figure IV.5).

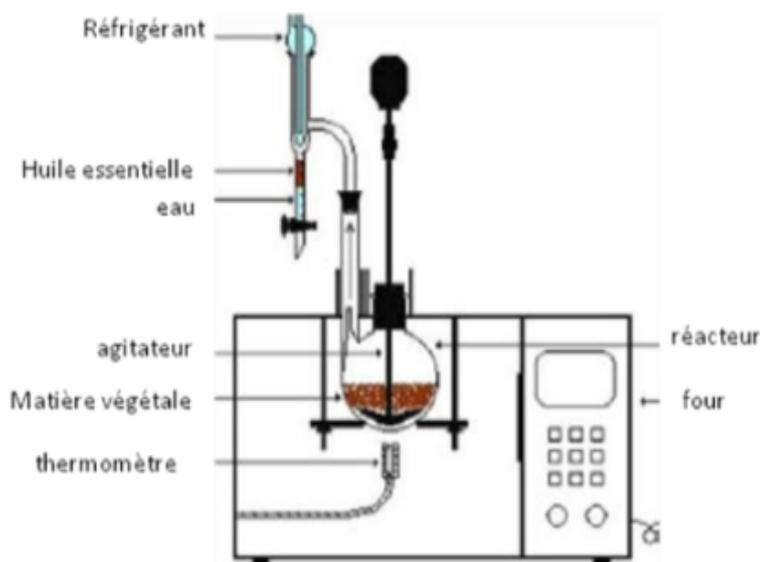


Figure IV.5 : montage d'extraction assistée par micro-onde.

Les premiers travaux utilisant les micro-ondes pour extraire des composés organiques ont été publiés par Ganzler et col.[57] et Lane et Jenkins [58] en 1986.

Depuis cette date, l'extraction végétale assistée par micro-ondes a été le fruit de nombreuses recherches et de brevets. L'extraction par micro-ondes regroupe différents procédés parmi lesquels :

- ☞ L'extraction par solvant assistée par micro-ondes ou « MAE : microwave assisted extraction » breveté par Paré [59].
- ☞ le « VMHD : vacuum microwave hydrodistillation » ou hydrodistillation par micro-ondes sous vide, breveté par Archimex [60].

L'avantage essentiel de ce procédé est de réduire considérablement la durée de distillation (ramenée à quelques minutes) et incrémente le rendement d'extrait [61].

Toutefois, aucun développement industriel n'a été réalisé à ce jour. Il semble que les problèmes technologiques concernent la mise en œuvre d'un générateur de rayonnement haute fréquence susceptible d'irradier un volume important. Nombre d'expérimentations stipulent l'intervention conjointe d'un solvant organique (tétrachlorure de carbone, dichlorométhane, hexane, éthanol) sans en préciser la mise en œuvre.

IV.1.6. L'extraction par solvants volatils

La technique d'extraction par solvant volatil, consiste à placer dans un extracteur la matière végétale à traiter et un solvant. Les solvants les plus utilisés à heure actuelle sont hexane, le cyclohexane, l'éthanol, le méthanol, le dichlorométhane et l'acétone. [62] Le solvant choisi.

Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en huiles essentielles, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé sous pression atmosphérique.

Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'action hydrolysant de l'eau ou de la vapeur d'eau.

L'extraction est réalisée avec un appareil de Soxhlet (Figure IV.6).



Figure IV.6 : montage d'extraction par solvant

L'extraction solide liquide, encore appelée extraction par solvant, est une opération de transfert de matière destinée à séparer les principes solubles d'un substrat solide par leur diffusion dans un solvant. En règle générale, la phase noble est constituée par la solution d'extrait tandis que la phase insoluble constitue le résidu. [63]

De plus, l'extraction solide-liquide est influencée, à la fois par des paramètres thermodynamiques (température, pression, débit...etc.) et par des paramètres cinétiques (durée de traitement, vitesse de cheminement du solvant à l'intérieur de la matrice du solide,...etc.). Dans de nombreux cas, le soluté n'est pas distribué de façon homogène dans les pores du solide. Alors qu'une fraction de l'extrait se trouve très accessible, elle est donc extraite en priorité, l'extraction du reste de l'extrait est à la fois limitée par la solubilité et la diffusion dans le solide. [64]

I. Une extraction idéale satisferait aux quatre **conditions** suivantes :

IV.1.6.1. Débit

Le débit peut s'exprimer par la masse de l'extrait obtenue par unité de temps.

IV.1.6.2. Rendement

Le rendement représente la masse de la fraction recherchée obtenue dans l'extrait, par rapport à la masse de cette fraction initialement présente dans la phase solide.

IV.1.6.3. Sélectivité

Dans certaines industries, le souci de sélectivité se réduit à la non extraction de certains composés indésirables (café, thé, etc.). Dans d'autres, on cherche à extraire un seul composé ou une fraction bien définie (extraction des huiles essentielles). La sélectivité est caractérisée par la teneur en extrait en substances recherchées rapportée à son extrait sec total.

IV.1.6.4. Concentration de l'extrait

L'extrait doit être généralement non seulement concentré mais totalement séché. Il est clair que les frais de séchage, liés en particulier à la consommation d'énergie, seront d'autant plus lourds que l'extrait sera plus dilué.

Les principaux facteurs intervenant dans l'extraction solide liquide sont : [64]

✓ **Nature et état du solide et du soluté**

La nature et l'état physique du solide et du soluté ont une importance déterminante pour le transfert de matière. Le soluté contenu dans ces corps est réparti plus ou moins régulièrement à des teneurs variables dans le solide.

Au début de l'extraction, le solvant dissout le soluté situé à la surface, en laissant un solide poreux. Il pénètre ensuite cette couche extérieure avant d'atteindre le soluté situé en profondeur.

Son cheminement devient de plus en plus difficile et se traduit par une diminution de la vitesse d'extraction.

Le soluté dans les matières végétales est généralement occlus dans des cellules d'où il est extrait par un mécanisme de dialyse ou de diffusion capillaire à travers les parois cellulaires.

✓ **Nature du solvant**

Le choix du solvant d'extraction doit tenir compte des critères suivants :

- ✚ être sélectif, par rapport aux produits à extraire,
- ✚ posséder une grande capacité de dissolution
- ✚ avoir une température d'ébullition peu élevée, pour éviter toute dégradation des constituants thermolabiles,

✚ être non-toxique, ininflammable et non explosif,

✚ avoir une volatilité élevée, pour éviter les opérations d'évaporation,

avoir une faible viscosité et une masse volumique peu élevée, pour faciliter la diffusion, l'agitation et la séparation

✚ être disponible et peu coûteux,

Les principaux solvants utilisés sont l'eau, les alcools (éthanol), et de moins en moins les hydrocarbures (hexane) et les solvants halogénés.

✓ **Température**

L'élévation de la température permet généralement l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et la diminution de la viscosité de la solution. Elle est limitée par les risques d'extraire des composés nuisibles, et par les risques de dégradation thermique du soluté.

✓ **Degré d'agitation**

L'agitation mécanique des particules dans le solvant qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu à un effet toujours favorable sur l'opération d'extraction.

✓ **Taux d'humidité du solide**

Lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité varie inversement avec la teneur en eau du solide.

✓ **Durée d'extraction**

Il est conseillé d'arrêter l'extraction à l'instant où le rendement en produit de meilleure qualité soit maximal.

IV.1.7. La technique d'enfleurage [65]

Cette technique est employée en parfumerie. Elle est fondée sur l'affinité qui peut exister entre les corps gras et les huiles essentielles. En effet les huiles essentielles sont absorbées par les corps gras, souvent à froid (enfleurage à froid) ou à l'état liquide par chauffage (enfleurage à chaud).

IV.1.8. L'extraction par ultrasons ou sonication [66]

Cette technique est apparue en 1950, avec des équipements de taille laboratoire [66]. Elle représente une adaptation de l'hydrodistillation ou de l'extraction par solvant organique. En effet, la matière première est immergée dans l'eau ou dans le solvant, et dans le même temps elle est soumise à l'action des ultrasons. Cette technique peut être utilisée pour l'extraction des huiles essentielles, mais elle a surtout été développée pour l'extraction de certaines molécules ayant un intérêt thérapeutique.

Les ondes sonores utilisées ont une fréquence de 20kHz à 1MH induisant des vibrations mécaniques dans le solide, le liquide ou le gaz, à travers une succession de phases d'expansion et de compression, comme au cours d'un phénomène de cavitation. Les bulles, formées par l'expansion, vont se développer puis dégonfler. Si ces bulles se situent près d'une surface solide, alors le dégonflement sera asymétrique, ce qui produira des jets de liquide ultra-rapides. D'après Vinatoru [66], les mécanismes d'extraction impliquent deux phénomènes physiques : les molécules peuvent parfois traverser la paroi cellulaire par simple diffusion ; après destruction des parois cellulaires, le contenu de ces cellules peut être « lessivé » afin de récupérer l'ensemble des molécules emprisonnées jusqu'alors. Les ultra-sons permettent d'améliorer ces deux phénomènes. Ils pourraient augmenter le rendement, diminuer la quantité de solvant nécessaire et/ou le temps de traitement. [66-73]

Conclusion

Nous avons tenté au cours de ce chapitre de mettre en évidence les points forts et points faibles des méthodes traditionnelles et des procédés plus récents d'obtention des huiles essentielles.. Malgré leurs avancées notoires, les méthodes récentes n'ont que des applications industrielles limitées.

Chapitre V

*Les travaux antérieurs relatifs à l'huile
essentielle de l'inula viscosa (L.).*

Introduction

L'inule visqueuse a fait l'objet de plusieurs projets de recherche à travers le monde, maintenant cette plante est connue pour son pouvoir antifongique, antiseptique, antibactérien et ses propriétés anti-inflammatoires et antioxydant,... Elle attire l'attention de plusieurs chercheurs, médecins, et botanistes.

C'est pour cette raison qu'ont été publiés plusieurs travaux axés sur l'évaluation des différents pouvoirs qu'elles peuvent contenir ainsi que la détermination du mode d'extraction et de la composition chimique des huiles essentielles d'*Inula viscosa*.

Nous allons donc citer quelques travaux sur la valorisation de l'inule visqueuse :

En **2000**, **Maoz et Neeman [74]** ont travaillé sur l'extraction à l'eau des poudres maintenant le pH à 9,0 (acide borique de 0,1 M avec l'addition de NaOH dans un autoclave à 121°C pendant 15 mn.

Après refroidissement, la phase aqueuse a été extraite au moyen de l'éther de pétrole 40-60°C trois fois. L'extrait récupéré après avoir évaporé d'abord sous vide et puis avec le gaz d'azote l'éther de pétrole a un rendement de 0,485% de la poudre sèche. L'effet antifongique a été mis en évidence sur *Candida albicans*.

En **2001** une étude publiée par **V. Hernandez et al. [75]** a montré que l'inuviscolide, l'un des sesquiterpène lactones dans *Inula viscosa* agit en tant que composé principal de l'action anti-inflammatoire.

Les travaux **d'Abu Zarga et al. [76]** ont décrit la présence en plus de 14 composés identifiés dans l'huile essentielle d'*Inula viscosa* de la région jordanienne 6 nouveaux sesquiterpéniques de type eudesmane, ces composés sont l'acide 3 β -hydroxyilicique, hydroxyilicique, l'acide 3 α -hydroxy-epiilicique, l'acide 2 α -hydroxyilicique, l'acide 9 β -hydroxy-2-oxoisocostique, l'acide 1 β -hydroxyilicique et l'acide 2 β -hydroxyilicique.

En **2003**, des chercheurs israéliens [77] ont mis en évidence les pouvoirs antifongique, antibiotique, antibactérien, Chaque récolte a subi une extraction par solvant pendant une durée de 3 h avec un mélange d'acétone et de n-Hexane.

En **2004** l'étude menée par **Nikola Kaki et Christodoulaskis [78]** a concerné la structure des feuilles et recherche cytochimique des tissus sécréteurs dans l'inule visqueuse, ils ont étudié la composition et l'activité biologique d'HE qui se trouve à différents endroits dans la plante

En **2006 Tédjini [79]** a fait l'étude de l'extraction des HE de l'inule visqueuse provenant de la région montagneuse de Beni Chograne (860 m d'altitude) située à l'est de Mascara (380 km à

l'ouest d'Alger). La plante a été cueillie à la fin du mois de mars. A cet effet trois procédés ont été utilisés :

Une extraction à l'hexane par deux méthodes différentes, a savoir :

1. Une extraction dans un soxhlet.
2. Une extraction en continu
3. une extraction par entraînement à la vapeur d'eau. (avec et sans cohobation).
4. Une hydro distillation.

En 2006, Benhamou, Bekkara [80], ont étudié le pouvoir antifongique de l'huile essentielle de l'inule visqueuse provenant de la région de Tlemcen.

Les moisissures retenues pour cette étude sont : *Aspergillus flavus* de référence (**AFR**) : 994294 ; *Aspergillus flavus* (**AF**) ; *Rhizopus stolonifer* (O1) ; *Trichoderma* sp (R3) ; *Fusarium* sp (**Fus**). Pour déterminer le pouvoir antifongique, on utilise des quantités des huiles essentielles (100 et 200ml) additionnées à 20ml de PDA Stérile. Les résultats obtenus montrent que l'activité inhibitrice de l'huile essentielle d'*Inula viscosa* est puissante, les pourcentages d'inhibition dépassent **50%** dans toutes les souches, il varie entre **56, 75%** dans le cas d'*aspergillus flavus* de référence (AFR) et **84,11%** dans le cas de *Rhizopus stolonifer* à 200ml.

En 2006, Zeggwagh et al. [81] ont examiné l'activité hypoglycémique et hypolipidémique de l'extrait aqueux sur les rats normaux et diabétiques.

En 2007, une étude publiée par **Goetz [82]** sur la phytothérapie du diabète a montré que l'inule visqueuse possède un effet hypoglycémiant chez le rat diabétique. L'effet serait indépendant de la sécrétion d'insuline. Un effet antihyperglycémique a aussi été montré pour *inula japonica*.

En 2007 HERNANDEZ et al [83] ont évalué l'activité anti- inflammatoire de trois composés flavonoïdes isolés de l'inule visqueuse : sakuranetin, 7-O-methylaromadendrin, et 3-acetyl-7-Omethylaromadendrin.

Le test a été fait sur des enzymes qui sont responsables à la réponse inflammatoire. Les résultats montrent que le flavonoïde le plus actif est le 7-O-methylaromadendrin (8 mg/kg) suivi par sa-Kuantien (18 mg/kg).

En 2008 ; une étude menée par des chercheurs [84] sur les propriétés pharmacologiques de l'inule visqueuse a montré que ces extraits possèdent plusieurs activités tels que : l'activité antifongique, antibactérien, antioxydant et anti-inflammatoire.

Les résultats d'analyse chromatographique a permis d'identifier la composition chimique des HE d'inula viscosa, les principaux composants obtenus sont les suivants : **35%** tomentosin et sesquiterpène, lactones, **13 .5 %** bioflavonoids, **0.5%** caroténoïdes, des stérols, des stérols, des saponines et des acides gras.

En 2008, Faleiro et al [85] ont étudié l'huile essentielle de l'inule visqueuse du Portugal, ils ont utilisé l'hydro distillation comme procédé d'extraction, l'huile a été analysé par CG/MS et RMN. L'évaluation de l'activité antibactérienne de l'huile contre six *Helicobacter pylori* a révélé que l'huile essentielle du Portugal possède un pouvoir antibactérien.

Les composés majoritaires trouvé par FALEIRO et al est (1,8-Cineole : 0,5%), (trans-Caryophyllene :1,0%), (Bornyl acétate : 0,5%), (α -Copaene : 0,7%),(α -Amorphene : 0,8%),(3-Methoxy cuminyl isobutyrate : 12,0%),(α -Cadinol : 6,3),(Eudesm-6-en-4 α -ol : 4,8%)...etc.

En 2009 une étude menée par les chercheurs marocains **Kattouf et al [86]** sur l'effet antihypertenseur de l'extrait aqueux (EA) des feuilles d'*Inula viscosa*.

En 2009 une étude a été faite par Danino et al. [87], ils ont examiné l'activité antioxydante des extraits de l'inule visqueuse. Ils ont isolé et identifié par RMN un nouvel acide poly phénolique qui est : Acide 1,3-dicaffeoylquinique. Par différentes méthodes, ils ont montré que ce composé possède une activité antioxydante.

En 2010 Askin çelik et al [88] ont évalué la cytotoxicité et génotoxicité de l'extrait de feuille de l'inule visqueuse.

En 2011 Haoui et al [89] ont étudié la composition chimique d'huile essentielle de viscosa d'*Inula* (L.), obtenues par hydro distillation et entrainement à la vapeur d'eau.

Les composants principaux obtenue par hydro distillation étaient : diène de 12-carboxyeudesma-3,11

(13) (28.88%) ; acide linoléinique (7.80%) ; acide palmitique (5.38%) ; toluène hydroxy butylique (4.11%) et fokienol (3.37%), tandis que pour l'entrainement à la vapeur d'eau étaient : diène de 12-carboxyeudesma-3,11 (13) (56.81%) ; acide 2,3-didehydrocostic (3.25%) ; butylique toluène hydroxy (2.63%) et pentacosane (2.31%).

En 2012 Mamoci et al [90] : ont examiné l'activité défensive de l'inule visqueuse contre les insectes dans plusieurs arbres.

En 2013 Najefi et al [91] ont évalué l'activité antimicrobienne des parties aériennes de viscosa *Inula* des feuilles de l'inule visqueuse. Les résultats ont prouvé que l'extrait de viscosa inula était efficace contre *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *entritidis de salmonelles*.

Partie expérimentale

Chapitre VI : Matériels & méthodes.

Chapitre VII : extraction par entrainement à la vapeur d'eau à deux échelles.

Chapitre VIII : modélisation du transfert de matière.

Chapitre VI

Matériels & méthodes.

La recherche dans le domaine de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, s'est orientée vers la maîtrise et l'optimisation des paramètres opératoires liés aussi bien aux particularités de la matière végétale à traiter, qu'au procédé d'extraction. C'est dans cette optique que nous avons abordé l'extraction des huiles essentielles de l'inule visqueuse à l'échelle laboratoire et à l'échelle semi pilote par entraînement à la vapeur d'eau.

VI.1. La matière végétale

La plante utilisée provient de la région d'el Harrach située à l'est d'Alger. L'inule visqueuse a été récoltée durant deux périodes de l'année.

Les parties de la plante utilisées sont les feuilles.

Tableau VI.1 : Description des deux lots de la matière végétale

N° de lot	Date de récolte	Quantité moyenne (g)
1	01/03/2014	2000
2	03/04/2014	2000

VI.2. Séchage de la matière végétale

Cette méthode consiste à étaler le lot de la plante à l'air libre en répartissant d'une façon homogène pour que la plante soit sèche et prête être utilisée dans les essais.

VI.3. Mesure du taux d'humidité

Le taux d'humidité de la matière végétale a été déterminé dans l'appareil de Dean Stark par une distillation azéotrope au xylène, présenté à la figure VI.1.

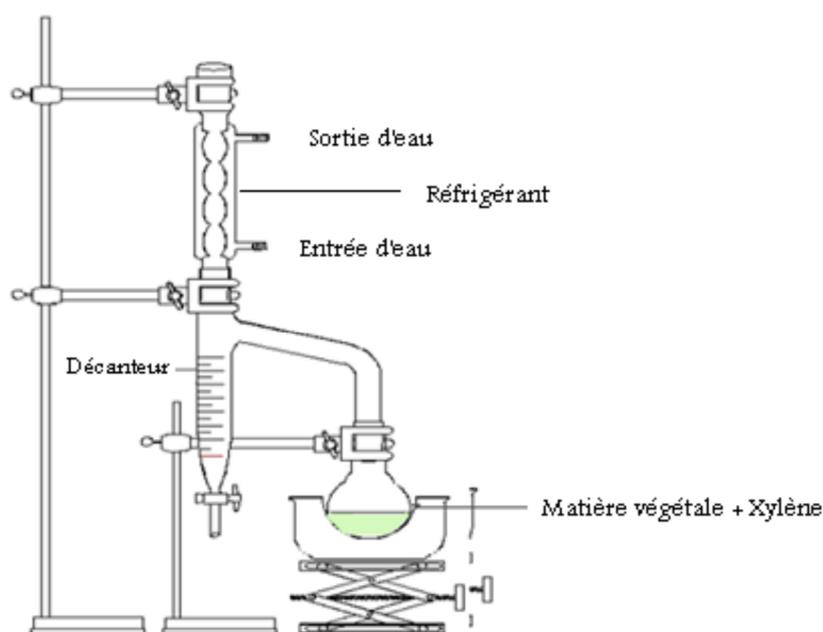


Figure VI.1 : Montage de Dean Stark

Introduire une masse de 10 g de l'inule visqueuse dans le ballon de 500 ml. Ajouter le xylène jusqu'à immersion totale de la matière végétale et surmonter le ballon de tube gradué et du réfrigérant. Chauffer le contenu du ballon, jusqu'à l'ébullition. Les vapeurs d'eau et de xylène condensées dans le réfrigérant sont recueillies dans le tube gradué de réception. Après décantation, la phase légère, le xylène retourne par le trop-plein dans le ballon, alors que la phase lourde, l'eau, est recueillie au fond du tube gradué. Son volume est mesuré à la température ambiante. La teneur en eau de la matière végétale, exprimée en % de masse de la matière végétale, est calculée par la formule suivante :

$$H = \frac{V_{eau} \cdot \rho_{eau}}{m} * 100 \quad (\text{VI.1})$$

H : Taux d'humidité (%).

Veau : Le volume d'eau recueilli dans le tube récepteur (ml).

ρ_{eau} : La masse volumique de l'eau à la température T° (g/ml).

m : masse de la matière végétale (g).

VI.4. Caractérisation de la matière végétale

VI.4.1. Détermination de la masse volumique du solide humide et sèche

La masse volumique du solide est définie comme étant le rapport de la masse du solide sur son volume : elle a été déterminée par pycnométrie. La méthode consiste à introduire une masse du solide humide ou sèche (feuille de l'inule visqueuse) « ms » dans une éprouvette graduée de 10ml occupant un volume « Vs », qu'on remplit par la suite avec du solvant jusqu'à un certain volume.

La masse totale pesée est la somme de la masse de l'éprouvette vide et la masse de la matière végétale « ms », on détermine la masse du solvant qui occupe les pores.

$$\rho_s = \frac{m_s}{V_s} \quad (\text{VI.2})$$

Tableau VI.2 : la masse volumique de la plante « humide et sèche » ρ_s (g/cm³)

Caractéristique de la plante :	Plante fraîche (humide)	Plante sèche
Le taux d'humidité (%)	20	7
La masse volumique (g/cm ³)	1.81 ± 0.02	0.94 ± 0.02

La détermination de la masse volumique du solide c'est une moyenne a été réalisée selon plusieurs essais effectués sur la plante fraîche (humide), et sèche.

Le protocole des essais sur les feuilles de la plante humide et sèche :

D'abord on doit mesurer la masse de l'éprouvette vide, l'échantillon représentatif de la plante, préalablement introduit dans une éprouvette de 10 ml, est pesé le tout pour pouvoir déterminer la masse du solide utilisée.

- On ajoute un certain volume du solvant organique n-heptane de masse volumique 0.68g/cm^3 , jusqu'à l'immersion total de la matière végétale et occupant un volume connu.
- Par simple calcul on détermine la masse du solvant ajouté et même le volume qu'il occupe dans les pores. ensuite par différence on détermine le volume du solide.
- On détermine la masse volumique du solide par la relation VI.2.

Tableau VI.3 : la masse volumique de la plante « humide » ρ_s (g/cm^3)

	Essai 1	Essai 2	Essai 3
m_{ep} (g)	31.69	31.69	31.69
m_{ep+m_s} (g)	32.18	32.15	32.06
m_s (g)	0.49	0.46	0.37
$m_{ep+m_s+m_{slv}}$ (g)	38.80	38.78	38.72
m_{slv} (g)	6.61	6.62	6.66
$V_T=V_s+V_{occupé}$ (ml)	10	10	10
$V_{occupé}$ (ml)	9.72	9.74	9.79
V_s (ml)	0.28	0.25	0.20
ρ_s (g/cm^3)	1.75	1.82	1.85
ρ_s moyenne (g/cm^3)	1.81		

Tableau VI.4 : la masse volumique de la plante « sèche » ρ_s (g/cm^3)

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5
m_{ep} (g)	31.69	31.69	31.69	31.69	31.69
m_{ep+m_s} (g)	34.98	34.73	34.37	33.97	34
m_s (g)	3.29	3.04	2.68	2.28	2.31
$m_{ep+m_s+m_{slv}}$ (g)	39.45	39.46	37.75	39.09	39.07
m_{slv} (g)	4.47	4.72	4.97	5.12	5.07
$V_T=V_s+V_{occupé}$ (ml)	10	10	10	10	10
$V_{occupé}$ (ml)	6.57	6.95	7.31	7.53	7.47
V_s (ml)	3.42	3.09	2.86	2.47	2.53
ρ_s (g/cm^3)	0.96	0.98	0.94	0.92	0.91
ρ_s moyenne (g/cm^3)	0.94				

VI.5. Procèdes d'extraction

VI.5.1. Extraction par EVE à l'échelle laboratoire

VI.5.1.1. Dispositif expérimental échelle laboratoire

Le dispositif expérimental que nous avons monté au laboratoire, est présenté sur la figure VI.2 comprend un ballon de capacité de 6000 ml, servant à produire de la vapeur d'eau, ce ballon repose sur un chauffe ballon, surmonté d'une colonne en verre contenant la matière végétale « l'inule visqueuse » reliée à un réfrigérant servant à condenser la vapeur contenant l'huile essentielle.

Des erlenmeyer sont utilisés pour récupérer le distillat.

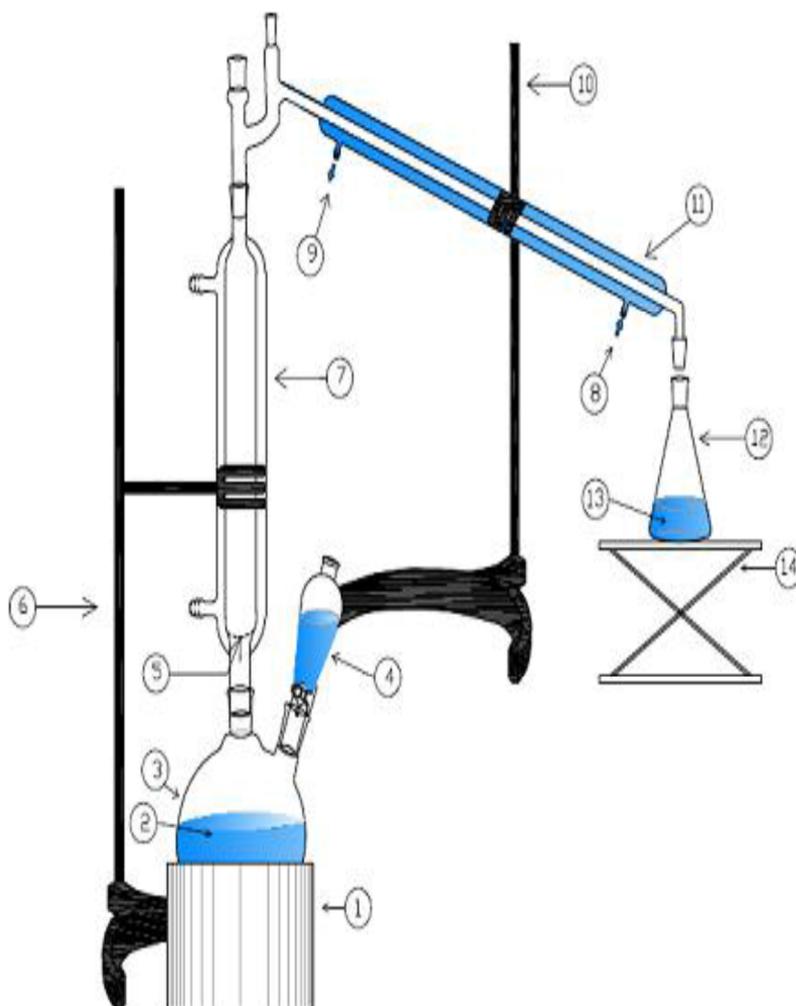


Figure VI.2 : Appareillage de l'entraînement à la vapeur d'eau échelle laboratoire.

- | | |
|----------------------------|--|
| 1) Chauffe ballon. | 8) Entrée de l'eau de refroidissement. |
| 2) Eau. | 9) Sortie de l'eau de refroidissement. |
| 3) Ballon. | 10) Support du réfrigérant. |
| 4) Ampoule à couler. | 11) Réfrigérant. |
| 5) Distributeur de vapeur. | 12) Récipient de recette |

- | | |
|--|------------------------|
| 6) Support de l'extracteur. | 13) Distillat. |
| 7) Extracteur contenant la matière végétale. | 14) Support élévateur. |

VI.5.2. Extraction par EVE à l'échelle semi pilote

VI.5.2.1. Dispositif expérimental échelle semi pilote

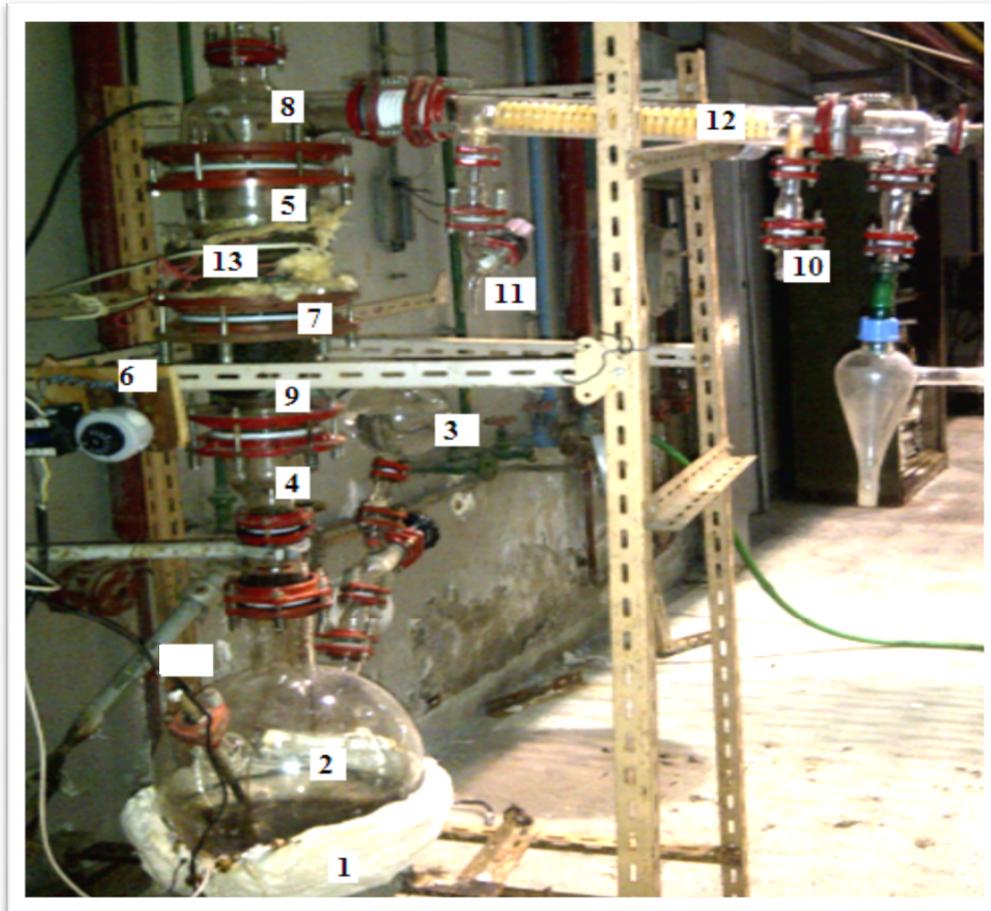


Figure VI.3 : Appareillage de l'entraînement à la vapeur d'eau échelle semi pilote.

- | | |
|---|---|
| 1) calottes du chauffe ballon avec deux résistances. | 7) joints en téflon |
| 2) Ballon. | 8) Cloche supérieure de l'extracteur |
| 3) Ampoule à couler. | 9) Cloche inférieure de l'extracteur |
| 4) Distributeur de vapeur. | 10) Entrée de l'eau de refroidissement. |
| 5) Extracteur contenant la matière végétale. | 11) Sortie de l'eau de refroidissement. |
| 6) disjoncteur automatique pour varier la puissance de chauffe de la première résistance reliée par un thermocouple plongé dans le ballon | 12) Réfrigérant. |
| | 13) calorifugeage par la laine de verre |

I.6. Mesure de débit de vapeur d'eau

Différents débits de vapeur d'eau Q ont été déterminés sur les deux échelles.

Pour ce faire, nous avons rempli le ballon avec de l'eau, tout en réglant la chauffe du ballon à une position de chauffe fixe, après un instant t , les vapeurs d'eau condensées de volume V sont récupérées dans une éprouvette. Nous avons refait l'essai plusieurs fois et calculé le débit moyen correspondant à cette position de chauffe.

En utilisant la notion de la conservation de la matière, le débit de vapeur d'eau traversant la plante est égal au débit massique du distillat recueilli après condensation de ces vapeurs.

VI.7. Calcul du rendement en huile essentielle

Le rendement est le rapport entre la masse de l'huile essentielle obtenue et la masse de la matière séchée.

$$R \% = \frac{m_{HE}}{m_{mS}} * 100 \quad (\text{VI.3})$$

$$m_{mS} = m * (1-H) \quad (\text{VI.4})$$

Tel que : m : la matière végétale utilisée ;

H : taux d'humidité.

VI.8. Récupération de l'huile essentielle

Le distillat récupéré comporte deux phases, une phase aqueuse majoritaire qui contient des constituants hydrosolubles, sur laquelle surnagent quelques gouttes d'HE représentant la deuxième phase.

Si nous récupérons les gouttelettes surnageant par simple décantation, nous obtenons une huile dite primaire. La récupération d'HE ou des constituants hydrosolubles existant dans la phase aqueuse, nécessite une extraction liquide-liquide moyen de l'éther diéthylique, nous obtenons une HE dite secondaire.

Il arrive souvent que la récupération d'HE primaire s'avère très difficile, Vu sa présence en faible quantité ; pour cela nous rajoutons un peu d'éther diéthylique comme solvant avant d'effectuer la décantation.

L'opération de décantation, représentée par la figure a été effectuée à l'échelle laboratoire à l'aide d'une ampoule à décanter, dans laquelle nous versons de l'éther diéthylique sur le mélange des deux phases. Nous laissons par la suite le mélange hétérogène décanter jusqu'à l'obtention de deux phases distinctes : la phase supérieure dite organique comporte le solvant ainsi que l'HE et la phase inférieure dite la phase aqueuse.

La phase organique est récupérée dans un tube, une fois que l'eau est rejetée, nous laissons à l'air libre ouverte 24h pour l'évaporation du solvant.

VI.9. Détermination la porosité du lit

La porosité (ε) du lit est définie comme étant le rapport entre le volume du vide (V_e) et le volume du lit (V_{lit}), exprimés dans la même unité de volume. $V_e = V_{lit} - V_{matiere\ végétal}$ (I. 5)

$$\varepsilon = \frac{V_e}{V_{lit}} \quad (\text{I. 6})$$

La porosité du lit a été calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$\varepsilon = 1 - \frac{4 m_s}{\rho_s \pi d^2 h_{lit}} \quad (\text{I. 7})$$

d: diamètre intérieur de l'extracteur

h_{lit} : hauteur du lit.

Chapitre VII

*Extraction par entraînement à la vapeur
d'eau à deux échelles.*

Introduction

L'étude expérimentale portera sur l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau sur deux échelles différentes : échelle laboratoire et l'échelle semi pilote.

Dans cette partie de l'étude, nous suivrons la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de l'inule visqueuse. Par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote et laboratoire, en étudiant l'influence de certains paramètres opératoires (masse de matière végétale et débit de vapeur d'eau). Sur le rendement et sur la vitesse.

Une étude du transfert de matière sera également entreprise et l'influence des différents paramètres opératoires évalués.

Dans le cadre de cette étude, les paramètres opératoires choisis sont ceux qui nous étaient facilement accessibles, en l'occurrence : la masse de l'inule à traiter, le débit de vapeur d'eau. Le domaine de variation de chaque paramètre est limité par l'installation d'extraction.

Par ailleurs, les paramètres opératoires sont supposés indépendants c'est à dire que leurs interactions n'influent pas sur l'évolution du système étudié, ce qui n'est pas le cas. D'autre part, afin d'éliminer l'influence sur le rendement d'huile essentielle de l'inule autre que le paramètre étudié, nous avons utilisé pour chaque série d'essais un lot de plante d'origine, de période de végétation et de taux d'humidité moyennement identique, conservé dans les mêmes conditions.

VII.1. Extraction par entraînement à la vapeur à l'échelle laboratoire

VII.1.1. Protocole expérimentale

- ✚ Introduire dans la colonne d'extraction la masse végétale pesée préalablement.
- ✚ Porter à ébullition l'eau contenue dans le ballon de 6 litres.
- ✚ Numéroté et peser les tubes à essais vides.
- ✚ Prélever pour des intervalles de temps bien défini dans un erlen de quantités de vapeur condensée chargée d'extrait.
- ✚ Ajouter une quantité d'éther di éthylique et laisser décanter dans une ampoule à décanter.
- ✚ Séparer les deux phases obtenues.
- ✚ Mettre les phases organiques (éther di éthylique + huile essentielle) dans les tubes à essais et laisser l'éther se volatiliser.
- ✚ Peser à nouveau les tubes à essais, la différence représente la masse de l'huile essentielle récupérée durant l'intervalle de temps considéré.

L'étude a été initiée par la caractérisation des conditions opératoires de la plante par la détermination de son taux d'humidité. Ceci permettra donc de comparer les résultats.

VII.1.2. Essais et les conditions opératoires

Les résultats quantitatifs obtenus lors de l'extraction des HE de l'inule visqueuse à pression atmosphérique obtenue par EVE à partir des feuilles récoltés à deux différentes périodes (mars et avril) pour des débits de la vapeur et de masse de matière végétale sont donnés dans le tableau VII.1.

Tableau VII.1 : rendement en HE obtenue par EVE à l'échelle laboratoire.

Lot	N° d'essai	Date d'essai	Taux d'humidité (H%)	Masse matière végétale (g)	Débit volumique moyen (ml/min)	Rendement (%)	Durée d'extraction (h)
mars	1	5/03/14	70	70.16	12.31	0.55	5h 45min
	2	13/03/14	60.30	80	13.88	0.24	2h 40min
	3	16/03/14	25.24	102	13.80	0.43	4h
	4	18/03/14	19.56	131	6.51	0.39	5h
avril	5	06/04/14	15.26	144	6.60	0.35	3h 45 min
	6	09/04/14	13	150	6.03	0.49	5h
	7	27/04/14	8.3	153	6	0.43	4h

VII.1.3 L'étude cinétique d'extraction à l'échelle laboratoire

Nous avons suivi l'évolution de la masse d'huile essentielle récupérée et le rendement au cours du temps, les résultats obtenus pour les quatre essais sont regroupés dans le tableau VII.2.

VII.1.3.1. L'Etude de l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction du temps (lot mars)

Tableau VII.2 : Résultats de la cinétique d'extraction d'HE de tous les essais l'entraînement à La vapeur d'eau à l'échelle laboratoire.

Lot de mars								
Essai 1			Essai 2			Essai 3		
t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)	t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)	t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)
0	0	0	0	0	0	0	0	0
20	0	0	36	0.04	0.15	30	0.04	0.05
57	0.05	0.27	60	0.05	0.17	57	0.07	0.10
92	0.07	0.36	90	0.07	0.22	95	0.14	0.18
120	0.10	0.49	140	0.07	0.24	129	0.21	0.28
170	0.11	0.55	160	0.07	0.24	150	0.25	0.33
277	0.11	0.55				180	0.32	0.42
327	0.11	0.55				240	0.32	0.43

Essai 4		
t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)
0	0	0
30	0.07	0.07
75	0.17	0.16
120	0.27	0.25
195	0.36	0.34
240	0.41	0.39
300	0.41	0.39

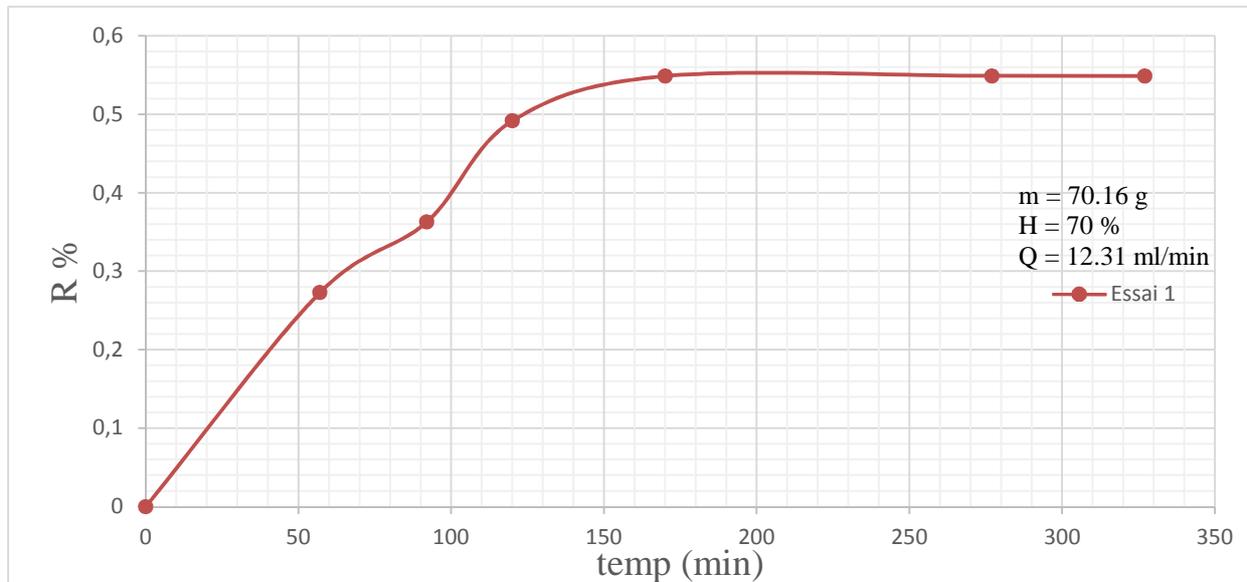


Figure VII.1 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N°1, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).

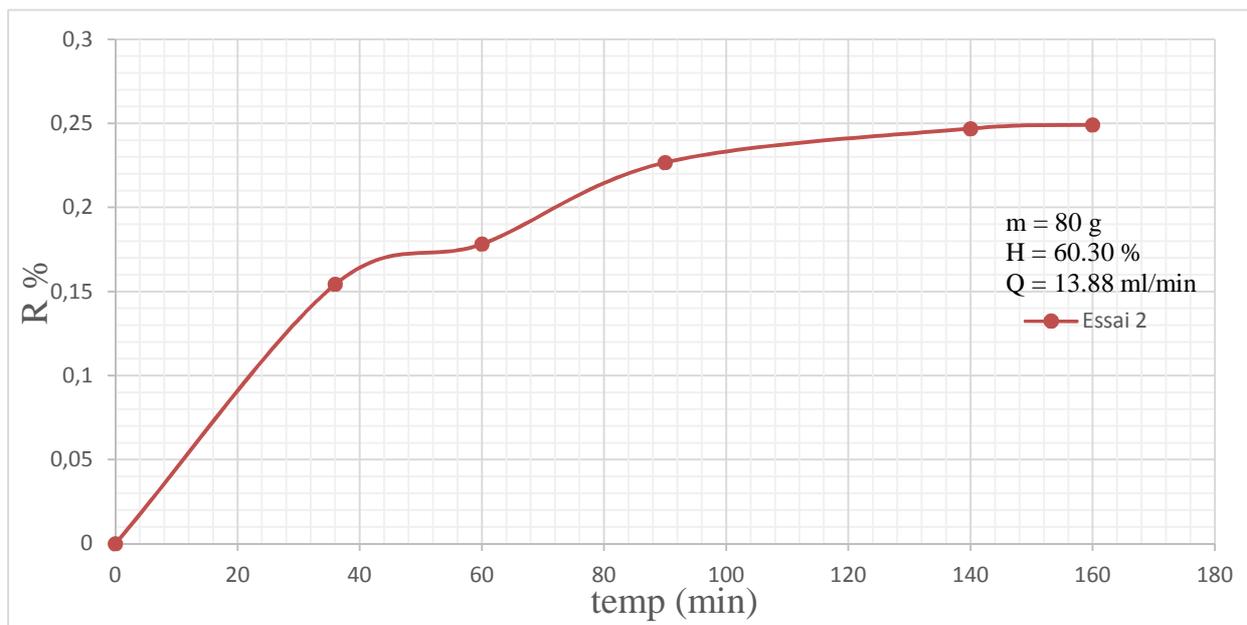


Figure VII.2 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N°2, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).

Discussions

En effet, on constate, pour l'essai N°1 l'essai N°2, que la plus grande vitesse d'extraction entre 0 et 50 min et entre (0-36min) respectivement, par référence à l'extraction de l'huile essentielle de la plante, les cuticules des trichomes sécréteurs se déshydratent, deviennent plus fragiles et plus perméables. L'huile essentielle atteint plus rapidement la surface et est entraînée par la vapeur au terme de 80 minutes et 57 minutes respectivement du début du processus. Au-delà 100 min et 80

pour les deux essais (N°1 et N°2) d'extraction, on remarque, une évolution ascendante du rendement en huile, se terminant par un palier. Cette allure particulière pourrait être due, à l'entraînement de l'huile diffusant lentement des poches endogènes vers la surface du végétal. Pour les mêmes raisons, mais aussi, probablement à cause du plus grand débit, utilisé lors de l'extraction.

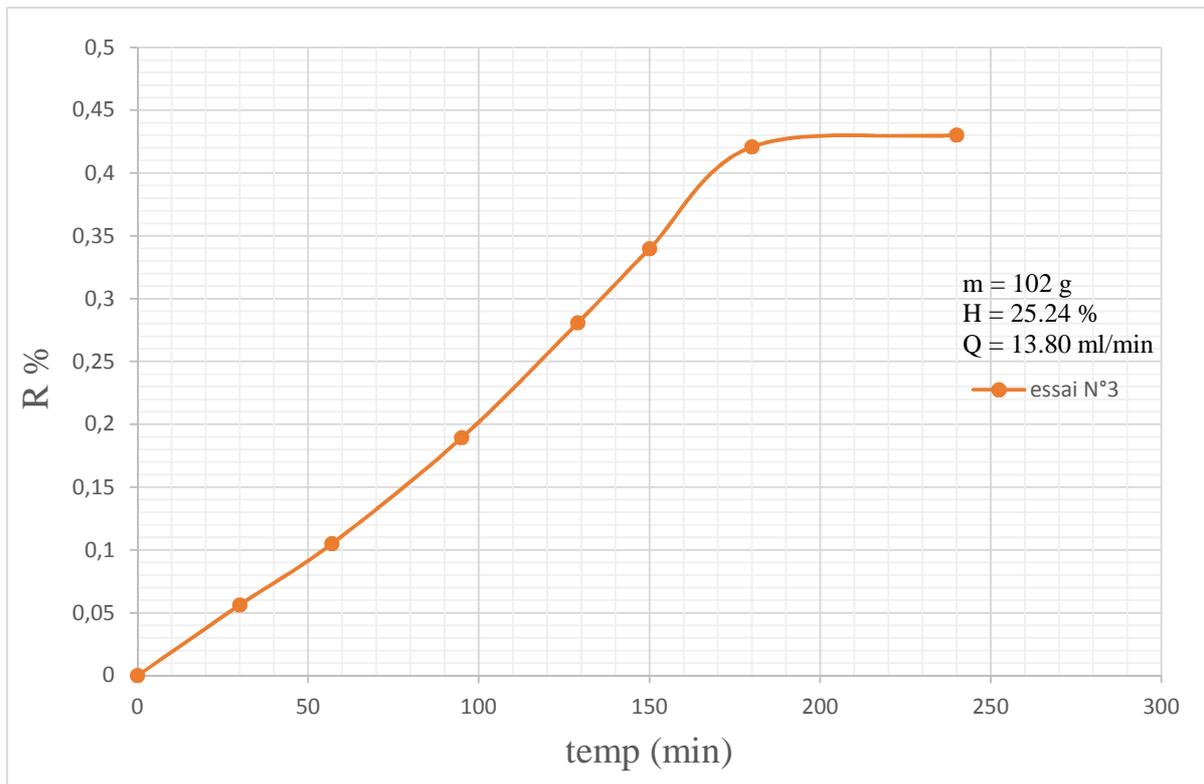


Figure VII.3 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N° 3, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).

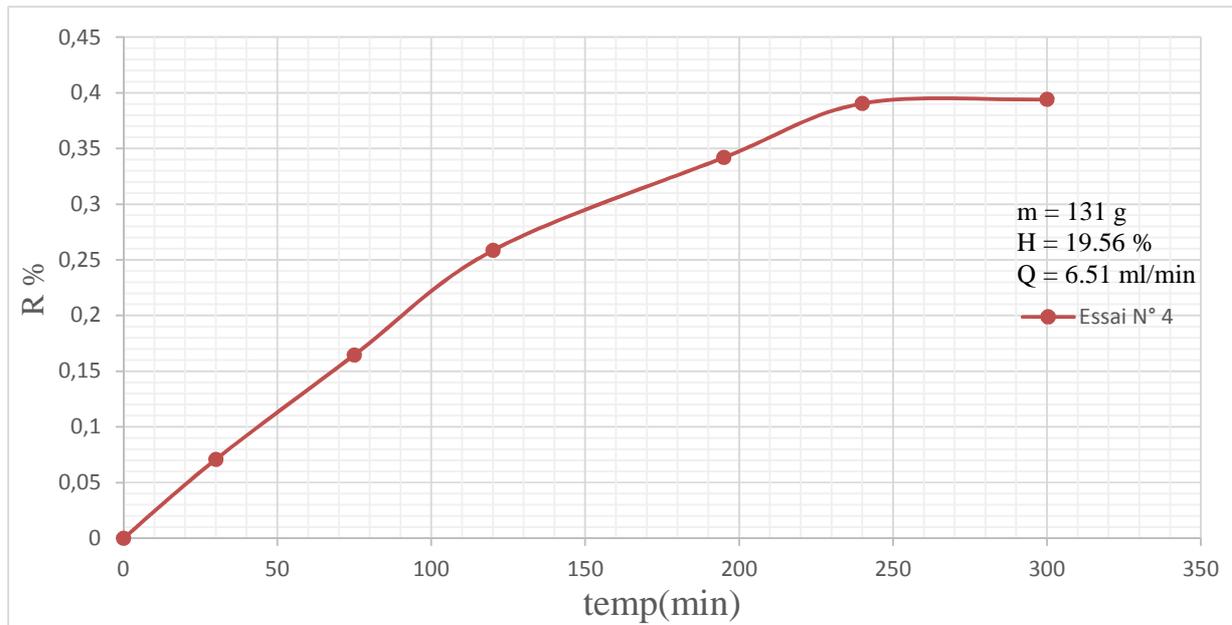


Figure VII.4 : Evolution du rendement en huiles essentielle de l'essai N° 4, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).

- **Essai 3**

L'allure de la courbe reflète deux étapes : la première la vitesse d'extraction moyennement rapide, ayant lieu durant les 180 minutes, suivie d'une étape lente, à partir de 190 min, tendant vers un palier. Après 4 heure d'extraction, une faible augmentation du rendement, qui se poursuivra jusqu'à la 200^{ième} minute, est observée. Au-delà de 4 heures d'extraction, nous constatons l'apparition d'un palier. Ceci laisse penser que la totalité de l'huile essentielle est récupéré au terme de 200 min.

- **Essai 4**

Nous avons procédé à une autre extraction représentative du lot de mars pendant 5 h Nous remarquons que le rendement en huile récupérée lors de l'extraction des feuilles de l'inule visqueuse avec un taux d'humidité faible par rapport aux essais précédents et un débit faible, presque le même rendement (une faible diminution du rendement) que celui obtenu au terme de 4 heures,

L'utilisation d'une grande masse conduit à une grande variation de débit de vapeur, et une faible variation sur le rendement. Qui se traduisent par l'uniformité de l'allure de la courbe.

VII.1.3.2. L'Etude de l'évolution du rendement en huile essentielles en fonction du temps (lot d'avril)

Nous avons suivi l'évolution de la masse d'huile essentielle récupérée et le rendement au cours du temps, les résultats obtenus pour les trois essais sont regroupés dans le tableau VII.3.

Tableau VII.3 : Résultats de la cinétique d'extraction d'HE de tous les essais d'entraînement à La vapeur d'eau à l'échelle laboratoire

Lot d'avril								
Essai 5			Essai 6			Essai 7		
t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)	t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)	t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)
0	0	0	0	0	0	0	0	0
15	0	0	15	0.04	0.03	15	0.17	0.13
37	0.05	0.04	30	0.05	0.04	33	0.23	0.17
60	0.08	0.06	45	0.06	0.04	60	0.34	0.25
90	0.15	0.12	59	0.08	0.06	95	0.43	0.31
120	0.24	0.20	95	0.17	0.13	140	0.51	0.37
191	0.35	0.28	129	0.29	0.22	160	0.55	0.40
225	0.43	0.35	150	0.36	0.27	190	0.58	0.42
			180	0.45	0.34	210	0.59	0.42
			240	0.55	0.42	240	0.59	0.43
			270	0.62	0.47			
			300	0.64	0.49			

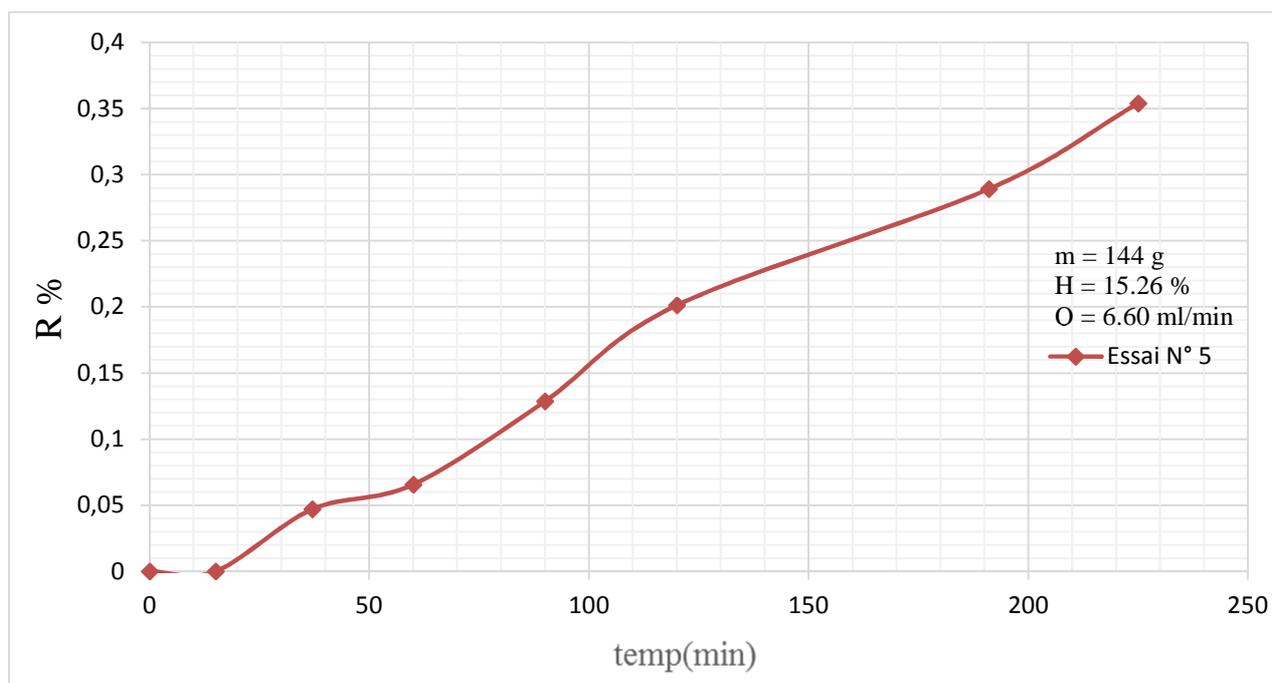


Figure VII.5 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N° 5, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril).

Pendant les 20 premières min pas de récupération d'huile qui se trouve à la surface de la feuille, à cause de son évaporation rapide sous l'effet du séchage.

L'huile essentielle atteint plus rapidement la surface et est entraînée par la vapeur au terme de 120 minutes du début du processus. Au-delà de 120 min on remarque qu'il y a une évolution ascendante du rendement en huile, ne se terminera pas par un palier.

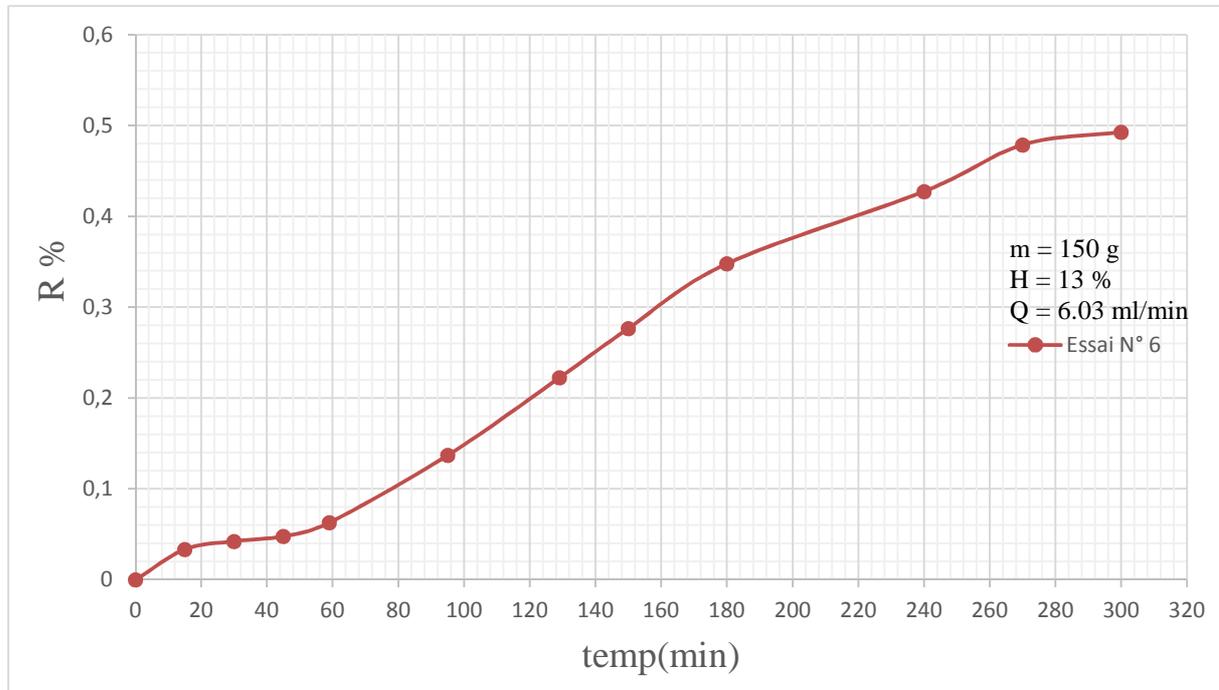


Figure VII.6 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N° 6, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril)

D'après l'allure de la courbe, on remarque la présence de trois étapes distinctes,

- la quantité d'huile, récupérée au cours de la première étape, ayant lieu durant les 50 premières minutes, est très faible et ça peut s'expliquer par la localisation d'huile à l'intérieure de milieu solide ce qui permettra la diffusion dans le solide qui est une étape lente. Ou bien le débit de vapeur n'était pas suffisant pour faire volatiliser les composés existants au niveau de la feuille.
- La deuxième étape comprise entre 50 et 240 mn, est rapide, cette rapidité est probablement due à l'augmentation de débit de vapeur d'eau.
- La troisième étape, au-delà de 240 mn, elle pourrait s'expliquer par le lancement d'extraction des composés aromatiques légers situés au niveau de l'interface solide-vapeur par un de débit d vapeur pratiquement constant.
- Si ces trois étapes, se traduisant par l'apparition du palier, d'où on peut conclure que la matière végétale est totalement épuisée.

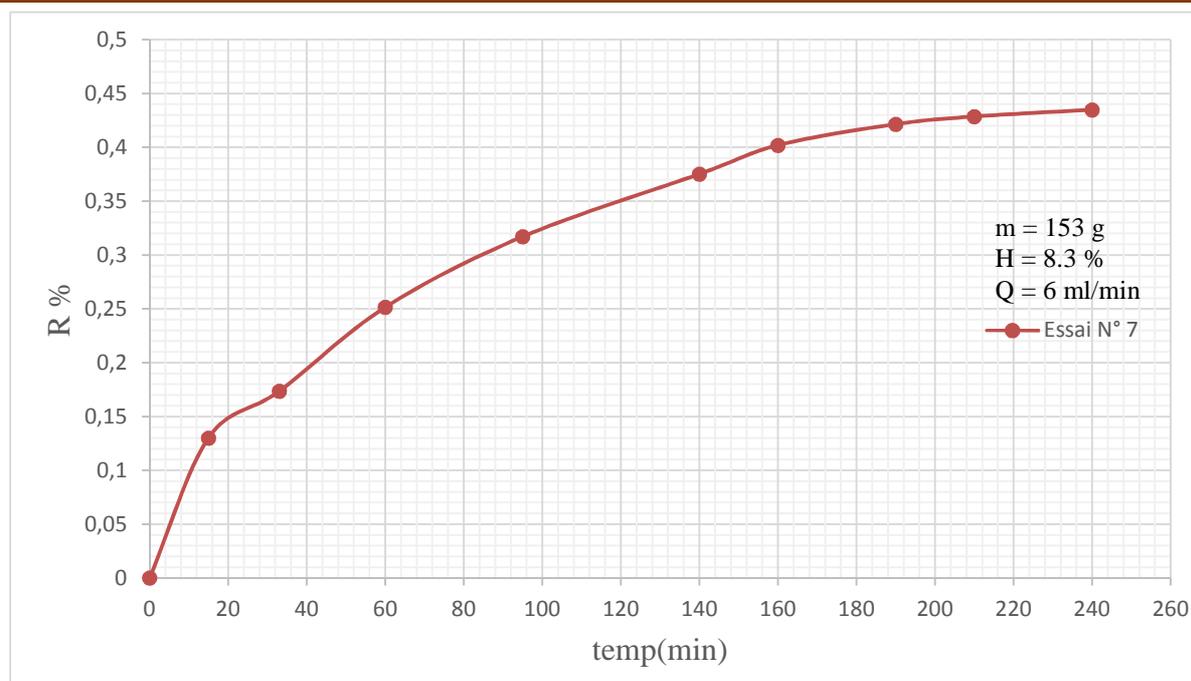


Figure VII.7 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N° 7, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril).

L'allure de la courbe montre qu'il existe 2 étapes concomitantes, l'une prédomine au début de l'opération et c'est l'évaporation et entraînement de HE de surface l'autre beaucoup plus lente est l'étape de hydrodiffusion dans le solide celle-ci prédomine le reste du temps.

La première rapide et ayant lieu durant les trente premières minutes, et que la vitesse de la première étape augmente avec le débit de vapeur mais ceci est probablement dû au fait qu'un grand débit favorise l'entraînement. Elle doit correspondre à l'extraction des composés légers situés au niveau de l'interface solide-vapeur, suivie d'une deuxième évolution moins rapide que la précédente et ça peut s'expliquer par le tassement de la matière végétale qui gêne l'opération de l'entraînement. Ou bien à cause de la diffusion qui n'est pas normale à l'intérieur de la feuille elle diminue parce que la circulation de la vapeur au sein de la feuille se fait aux premiers temps dans les macrospores en suite par les mésopores et finalement elle arrive aux micropores.

Aussi nous constatons que lors de la deuxième étape la masse végétale influe, qui provient du passage non uniforme de la vapeur du au tassement de la masse végétale.

L'examen des courbes obtenues révèle l'existence d'un pseudo-palier dans le cas d'utilisation d'un faible débit de vapeur d'eau avec des masses de matière végétale relativement élevées. Ce comportement pourrait s'expliquer par le fait que le processus d'entraînement est régi par deux lois physiques distinctes, ou alors les constituants de l'huile essentielle sont localisés dans des sites différemment accessibles par la vapeur d'eau.

La différence des rendements peut être attribuée aux facteurs technologiques (dimensionnement de l'extracteur, débit) et aux facteurs liés à la plante (humidité, maturité de plante).

Différents travaux ont déjà mis en évidence que l'augmentation du débit et la diminution du taux d'humidité donne un meilleur rendement.

Et on remarque que la masse initiale de la matière végétale utilisée influe sur le rendement des HE.

On remarque des valeurs moyennes différentes, ceci est dû essentiellement à la variation de l'intensité, de courant et du débit d'eau à l'entrée du réfrigérant de condensation lors de l'extraction.

Les forts débits peuvent créer des chemins préférentiels qui peuvent court-circuiter une partie du végétal et donc une extraction en huile essentielle plus réduite.

VII.1.4. la variation de l'humidité

L'allure du courbe rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'entraînement à la vapeur d'eau pour l'essai N°4 est différente des autres. Ceci pourrait être dû au fait que la teneur en humidité est plus faible. Pour les autres essais, l'humidité représente un frein supplémentaire lors de l'extraction.

VII.1.5. la porosité du lit

L'étude a été réalisée sur l'essai N°4. Nous représentons sur la figure l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction du temps pour une porosité de $\xi=0.8726$.

D'après ce résultat, nous constatons que l'augmentation de la porosité affecte positivement le rendement en huile essentielle.

Cela pourrait s'expliquer par le fait que pour une faible porosité, donc un lit tassé, le passage de la vapeur d'eau entre le végétal formant le lit est difficile ; le contact intime solide-vapeur d'eau est réduit d'où une extraction d'huile plus faible. Pour une porosité plus élevée, le lit est aéré, la circulation de la vapeur d'eau entre le végétal contenant l'HE est améliorée et facilitée. Cela permet d'atteindre tous les sites contenant l'huile essentielle et d'obtenir les meilleurs rendements.

Conclusion

D'après les graphes qui donne l'évolution du rendement en fonction du temps On voit bien sur tous les essais qui ont fait que la matière végétale pourrait agir sur la masse d'huile essentielle récupérés ce qui signifie un rendement plus élevé et une quantité d'HE récupérée assez importante.

VII.2. Extraction par entraînement à la vapeur à semi pilote

VII.2.1. Description de l'appareillage utilisée

L'appareillage utilisée a été réalisé au sein de notre département génie chimique sous la direction M^{me} DERRICHE professeur à l'ENP, ont pris part à la conception et la réalisation monsieur Haoui... et moi-même.

Cet appareil a dans un premier temps servi à l'étude de l'EVE de l'HE de l'inule visqueuse, La description détaillé de l'appareillage sont donnée ci-dessous :

VII.2.2. La réalisation de l'installation semi pilote

Nous avons réalisé une installation d'extraction des HE par EVE à l'échelle semi pilote, des éléments de récupération en verre spéciale EIVS, disponibles dans le hall du département de Génie chimique ont été utilisée :

Elle est constituée d'une chaudière génératrice de vapeur, d'un extracteur, d'un condenseur. Le distillat a été récupéré dans des ampoules à décanter.

VII.2.2.1. Chaudière

C'est un ballon de capacité de 20L, il est surmonté, à sa partie centrale supérieure, d'une sortie de vapeur cylindrique, la partie inférieure du ballon se termine par une conduite de forme cylindrique sur la quelle est placé un robinet servant à l'alimentation en eau et à la vidange de la chaudière

Le chauffage est assuré par deux résistances, de 1000 W chacune, se trouve à la partie inférieure du ballon. L'hémisphère supérieur du ballon chaudière est recouvert d'une calotte sphérique chauffante, dans le but de diminuer les pertes thermiques. Ces résistances sont commandées par des disjoncteurs automatiques reliés avec un thermocouple.

Le ballon est muni, sur sa partie supérieure latérale, d'une conduite, afin d'assurer le cohobage.

VII.2.2.2. Extracteur

L'extracteur a été réalisé en assemblant trois éléments : un cylindre constitue le corps principal et deux cloches l'une reliée à la partie inférieure et l'autre à la partie supérieure de l'extracteur :

- 1) un cylindre constitue le corps principal :

Hauteur $H=25$ cm

Diamètre intérieur $d_{\text{inter}}=15$ cm

- 2) La sortie de la Cloche supérieure :

$D_{\text{inter}}=7.6$ cm

La hauteur de la cloche $H=13.7$ cm

- 3) La sortie de la cloche inférieure $d_{\text{inter}}=7.6$ cm

La hauteur de la cloche $H=20$ cm

Donc la hauteur générale de l'extracteur est de 58.7 cm.

L'assemblage des différentes parties de l'extracteur est assuré par des joints en téflon.

La vapeur générée passe dans l'extracteur à travers un distributeur en caoutchouc et qui joue aussi le rôle de support de la matière végétale.

Le calorifugeage de l'extracteur est assuré par une couche de laine de verre pour isoler l'extracteur et minimiser la convection vers le milieu ambiant.

Un disjoncteur automatique relié à un thermocouple est plongé directement dans le ballon pour que l'on puisse commander la deuxième résistance pour varier le débit de vapeur.

Le distributeur de vapeur est inséré au fond de l'extracteur, de sorte que l'eau bouillante et la matière végétale, ne soient pas en contact direct, Afin d'assurer un bon contact entre la vapeur d'eau et la charge végétale, la vapeur devra être distribuée de façon convenable dans l'extracteur. Tout en évitant le tassement de la matière végétale avant utilisation.

VII.2.2.3. Condenseur

Le condenseur est tubulaire à serpentin, enveloppée par un autre tube, les vapeurs sont envoyées directement dans le tube, alors que l'eau circule en contre-courant dans le serpentin.

VII.2.2.4. Disjoncteur automatique

Par ailleurs, l'utilisation du disjoncteur automatique a permis de commander sur le fonctionnement d'une seule résistance qui est reliée directement par un thermocouple, Pour faire varier le débit de vapeur.

VII.2.3. Mesure des débits de vapeur d'eau sans matière végétale (extracteur vide)

La première étape après la réalisation de l'installation, nous avons étudié l'influence de deux résistances sur l'évolution de débit de vapeur générée. On mesure des débits de vapeur sans matière végétale.

On doit mesurer des débits de vapeur sans matière végétale, en utilisant deux résistances la première fonctionnant sans arrêt et l'autre peut être réglée durant le fonctionnement par une commande qui relie directement avec un thermocouple plongé dans le ballon.

Tableaux VII.4 : les différents débits de vapeur mesurés sans matière végétale.

Débit max avec deux résistances fonctionne sans arrêt puissance générale de 2000W			Débit moyenne des deux résistances l'un fonctionne sans arrêt et l'autre par alternance.		
t(min)	V(ml)	Q(ml/min)	t(min)	V(ml)	Q(ml/min)
2,22	70	31,53	1,24	30	24,19
3,27	90	27,52	2,74	60	21,89
4,22	100	23,69	4,57	90	19,69
5,54	130	23,46	5,43	100	18,41
6,48	150	23,14	6,19	110	17,77
7,32	170	23,22			
Q moyenne= 25,43 ml/min			Q moyenne=20,39 ml/min		

Nous constatons, que le débit de vapeur augmente lorsque les deux résistances travaillent en même temps d'une façon continue, on trouve un débit moyenne de la vapeur générée de 25.43 ml/min. si on agit sur la deuxième résistance de tel sorte qu'il a une alternance sur le fonctionnement, dépend du choix du mode de fonctionnement choisie sur le disjoncteur automatiques, nous aboutissons à un débit faible de 20.39 ml/min.

Le régime permanent débit de vapeur générée par installation est atteint au bout d'environ 4 à 5 min.

VII.2.4. Protocole expérimental

Nous avons procédé à l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle contenue dans les feuilles de l'inule visqueuse.

La matière végétale, constituée de feuilles de l'inule visqueuse doit être pesée avant l'essai, On introduit la masse dans l'extracteur tout en évitant leur tassement.

On travaille avec un débit de vapeur maximal maintenu constant pendant toute la durée d'extraction et correspond à la puissance maximale de chauffe. Les vapeurs sont condensées dans le réfrigérant et le distillat est récupéré dans un erlenmeyer.

Pour séparer le mélange de l'huile et les eaux de distillation on le met dans une ampoule à décanter en ajoutant le solvant « éther diéthylique » pour une meilleur décantation des deux phases.

La masse d'huile récupérée est déterminée par pesée, après l'évaporation du solvant. Le rendement en huile est exprimé par rapport à la masse de matière sèche. A cet effet, le taux d'humidité de la matière végétale est déterminé avant chaque essai d'extraction.

VII.2.5. Les essais

Avant de commencer les expériences, et d'après les essais effectués à l'échelle laboratoire, on essaye de se placer dans les mêmes conditions les plus favorables à l'entraînement de l'huile essentielle.

VII.2.5.1. Essais et Conditions opératoires

Afin de déterminer les conditions opératoires permettant d'atteindre le meilleur rendement en huile essentielle extraite par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote, trois essais sont menés et en vue de connaître l'influence du débit de vapeur, de la masse de la matière végétale, le taux d'humidité, tel que la matière végétale provient de différent lot (mars et avril) déjà utilisé dans les essais précédents sur l'échelle laboratoire.

De même, un débit élevé peut créer des chemins préférentiels, ou provoque une mauvaise extraction, qui se traduit par une accumulation du liquide dans l'extracteur.

Tableau VII.5 : rendement en HE obtenue par EVE pour les deux lots à l'échelle semi pilote

Lot	N° d'essai	Date d'essai	Taux d'humidité H(%)	Masse matière végétale (g)	Débit volumique moyenne (ml/min)	Rendement (%)	Durée d'extraction (h)	Pression
mars	1	6/03/14	70	500	11.06	1.53	1 h 43	atm
	2	9/03/14	70	600	0.85	0.02	3 h 25	atm
avril	3	29/04/14	7	800	18.43	0.90	4 h	atm

L'examen de ces résultats obtenus montre bien une amélioration du R% en HE lorsque le débit et la masse augmente et l'humidité diminue.

Lorsque le débit de vapeur utilisé est faible et que la durée d'extraction est longue jusqu'à 4h, la matière végétale se mouille et se tasse bien dans l'extracteur, ce qui lui donne une résistance contre le passage de la vapeur pour entraîner les gouttelettes d'huiles, et par conséquent le contact intime entre la vapeur et la masse de la matière végétale n'est pas assuré, ce qui provoque une diminution de rendement en l'huiles.

VII.2.6. L'étude cinétique d'extraction à l'échelle semi pilote

Dans ce contexte, nous suivrons la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de l'inula viscosa (L). Par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote, en étudiant l'influence sur le rendement et sur la vitesse d'extraction les deux paramètres opératoires traités à l'échelle du laboratoire.

VII.2.6.1 L'Etude de l'évolution du rendement en huile essentielles en fonction du temps (lots mars) :

Les résultats obtenus pour les deux essais de lots de mars sont regroupés dans les tableaux VII.6 et VII.7 :

Tableau VII.6 : rendement en HE obtenue par EVE pour Essai N °2 lots de mars à l'échelle semi pilote.

Essai 2		
t(min)	m HE cumulée (g)	R (%)
0	0	0
20	0.018	0.01
45	0.036	0.02
60	0.039	0.021
95	0.042	0.023
130	0.042	0.023
180	0.042	0.023
195	0.042	0.023

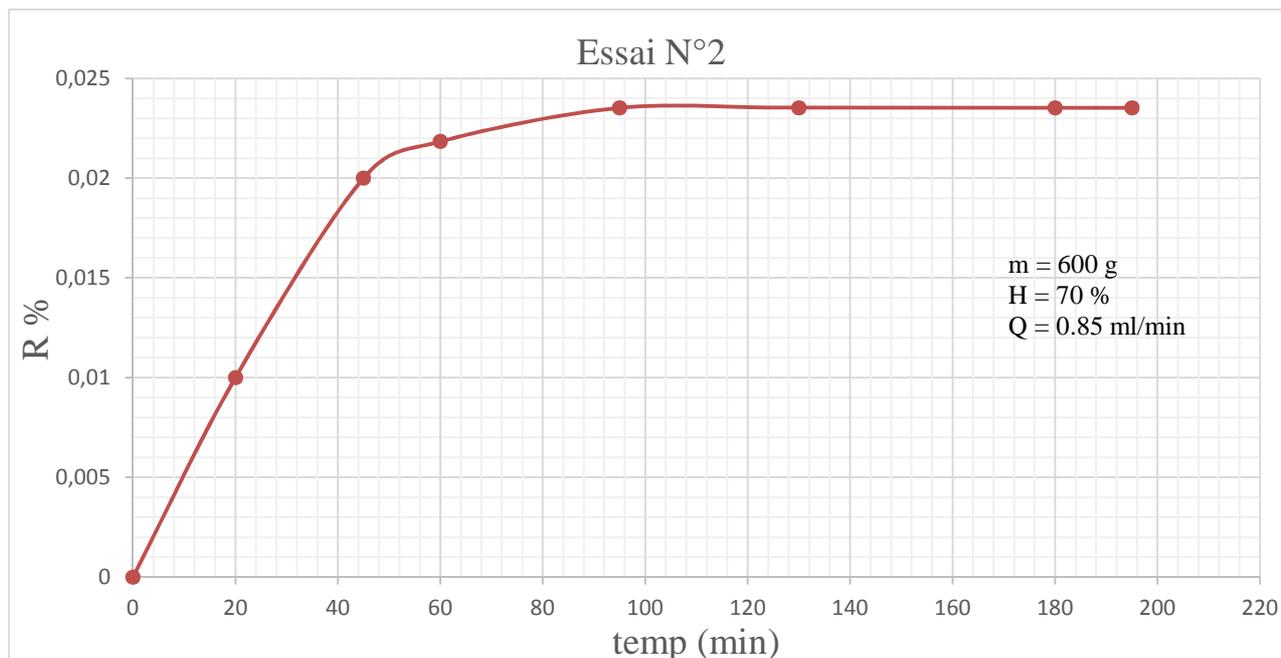


Figure VII.8 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N° 2, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (mars).

L'allure de la courbe cinétique montre plusieurs étapes : la première rapide, ayant lieu durant les 45 premières minutes, suivie d'une étape lente, entre 45 et 95mn, tendant vers un palier. Après 95 mn d'extraction, une faible augmentation du rendement, qui se poursuivra jusqu'à la 195 minute. Au-delà nous constatons l'apparition d'un palier. Ceci signifie que la totalité de l'huile essentielle est récupérée.

Tableau VII.7 : rendement en HE obtenue par EVE pour Essai N °1 lots de mars à l'échelle semi pilote.

Essai 1		
t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)
30	2.245	1.497
103	2.304	1.536

D'après les résultats obtenus, on remarque que le rendement en huile essentielle du deuxième essai est un peu élevé à celui de premier essai. Cette différence est due au fait que les durées d'extraction différentes d'une heure environ, la variation du débit de vapeur moyenne est élevé dans le deuxième essai, son influence serait important sur la quantité d'huile essentielle récupérée.

Dans cette expérience nous avons arrêté l'opération d'extraction environ 2 h pour éviter la destruction du ballon, parce que le ballon ne supporte pas la grande capacité de chauffe fournie par les deux résistances en continue.

Essai N°3 : Extraction de la plante totalement séchée avec un débit de vapeur moyen de 18,43 ml/mn.et un taux d'humidité très faible.

Les rendements obtenus, sont présentés dans le tableau VII.8 :

Tableau VII.8 : rendement en HE obtenue par EVE pour Essai N °3 lots de mars à l'échelle semi pilote.

Essai 3		
t(min)	mHE cumulée (g)	R (%)
0	0	0
30	4.61	0.619
59	5.53	0.743
90	5.88	0.790
120	6.12	0.822
150	6.42	0.862
180	6.73	0.904
210	6.73	0.904
240	6.73	0.904

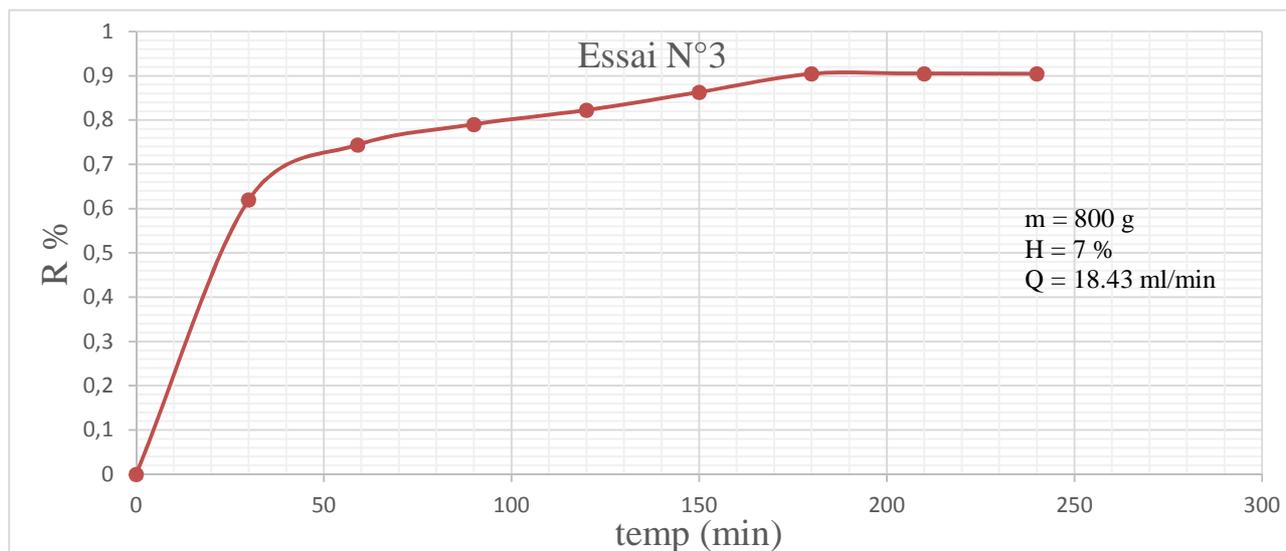


Figure VII.9 : Evolution du rendement en huile essentielle de l'essai N° 3, en fonction du temps lors de l'extraction par EVE (avril).

Nous constatons que, le séchage joue un rôle très important sur l'augmentation du rendement en huile essentielle. Ce fait a été observé pour les deux essais.

Ces résultats ne permettent pas une comparaison rigoureuse des rendements des trois essais. En effet, l'évolution des rendements en huiles essentielles en fonction du temps, lors de l'entraînement à la vapeur d'eau, peut être également influencée par la variation du débit, la masse de la matière végétale, l'humidité...etc.

VII.3. Comparaison entre l'échelle laboratoire et l'échelle semi pilote

Il ressort de cette étude à l'échelle semi-pilote que les résultats issus de nos expériences montrent que les meilleurs rendements sont obtenus si on utilise la plante sèche lors de l'extraction.

Parce que nous avons confirmé ces résultats à l'échelle laboratoire. Nous remarquons, lors de tout les essais, que les paramètres opératoire sont reliés entre eux d'une façon on ne peut pas séparer les uns des autres, il faut passer à la planification factorielle des expériences pour mieux comprendre les phénomènes qui réagissent lors de l'extraction même on peut déterminer l'influence des différents paramètres qui influent sur le rendement en HE.

Chapitre VIII

Modélisation du transfert de matière.

Dans le cadre d'une meilleure compréhension des phénomènes mis en jeux lors de l'extraction de l'huile essentielle de l'inule visqueuse par EVE à l'échelle laboratoire et semi pilote, nous proposons d'étudier la modélisation des mécanismes de transfert de matière de la phase solide vers la phase liquide.

Cette étape de modélisation mathématique peut fournir des éléments d'explication des phénomènes physiques qui interviennent dans le processus d'extraction lors du passage de l'échelle laboratoire à l'échelle semi pilote.

VIII.1. Modélisation des procédés d'extraction

La mise en modèle des processus ou modélisation est une opération fondamentale aussi bien en génie des procédés qu'en d'autres filières. Elle répond à plusieurs objectifs dont l'importance relative dépend du phénomène étudié.

Un modèle est la représentation plus ou moins approchée d'un processus. Il est dit mathématique, lorsque le processus est soumis à l'ensemble d'équations mathématiques. Une fois établi, le modèle peut rendre compte du comportement du système. Il permet de faire des prévisions, de formuler des recommandations et il ouvre donc la voie aux problèmes de l'optimisation [92] la modélisation présente partout, là où il y a nécessité de rationaliser la conception d'un système ou le déroulement d'un processus qu'il soit industriel ou autre. Elle peut être sommairement définie comme étant une opération permettant de trouver le meilleur rendement.

Un système chimique ou physique peut être considéré comme étant une relation entre des variables d'entrée et des variables de sortie. Etudier un tel système consiste à estimer l'état ou l'évolution des grandeurs de sortie en réponse à une valeur ou une variation des grandeurs d'entrée. [92]

Les variables d'entrée sont de deux types :

Les paramètres opératoires : ils sont liés au procédé d'extraction. Parmi ces paramètres nous pouvons citer : le temps d'extraction, la température, le débit de vapeur, la masse de la matière végétale à traiter, la hauteur et la porosité du lit...Etc.

Les paramètres intrinsèques : ils sont liés à la matière végétale. A titre d'exemple nous pouvons citer : la nature du végétale (racine, tige, feuille, fleur, fruit...etc.). L'âge de la plante, la période de cueillette, le lieu de végétation, le stockage du végétale, la granulométrie et le taux d'humidité.

Quant aux variables de sortie, elles sont de deux natures :

Les paramètres quantitatifs : représentés par le rendement en huile essentielle.

Les paramètres qualitatifs : représentés par les propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle (densité, l'indice de réfraction ...etc) et composition chimique

VIII.2. Mécanismes de transfert des huiles essentielles

Certaines opérations, telles que l'extraction solide-fluide (le fluide pouvant être un liquide ou un gaz) ; le séchage et l'adsorption, impliquent un contact avec la matrice solide poreuse.

L'extraction solide-fluide (EVE) est par définition, le transfert d'un ou plusieurs solutés d'un solide (végétal) vers un fluide adjacent (la vapeur d'eau ou l'eau). Dans le cas des végétaux, la vitesse d'extraction est contrôlée par la diffusion moléculaire dans le solide, elle est proportionnelle au gradient de concentration. La diffusion moléculaire est donc un mécanisme important dans l'extraction des huiles végétales ; l'élimination de l'huile de surface par simple lavage au moyen du fluide, suivie de la diffusion de l'huile à travers des canaux vers la phase fluide [93].

Le procédé d'extraction par EVE est une opération unitaire faisant intervenir des processus complexe de transfert de la matière et de la chaleur

Ce dernier peut être assimilé à une extraction solide-fluide dont le transfert de matière se fait en deux étapes : de l'intérieur du solide vers l'interface, puis de l'interface vers le milieu extérieur dans le film entourant la particule solide selon [63]. La courbe d'extraction des végétaux est caractérisée généralement par trois périodes successives :

- La première période correspond à la mise en température du produit traité.
- Au cours de la seconde période. L'huile se trouvant à la surface du solide passe de la couche superficielle à la phase gazeuse par évaporation indépendamment du mécanisme par lequel elle atteint cette surface. C'est une phase à vitesse constante caractérisée par une diminution linéaire de la teneur en huile dans le solide.
- Durant la troisième période, la vitesse d'extraction dépend de la teneur en huiles du produit, elle diminue en fonction du temps ; c'est la phase à vitesse décroissante

L'extraction dépend de la diffusion de l'huile dans le solide pour atteindre la surface et être vaporisée. La vitesse d'extraction de l'huile essentielle dans le solide est plus faible que la vitesse de vaporisation de l'huile essentielle en surface. Par conséquent, il y a une diminution graduelle de la vitesse d'extraction en même temps que le plan d'extraction s'éloigne de la surface extérieure.

Le mouvement de l'huile dans le solide peut être :

- Un mouvement de liquide dû à des forces capillaires ou des forces superficielles.
- Un mouvement de la vapeur, dans les pores remplie de gaz, causé par des différences de tension partielles des vapeurs

- Une diffusion du liquide due à une différence de concentration, dans ce cas, le mouvement de l'huile dans le solide peut être décrit par la loi de la diffusion de Fick.

Toute quantité de matière est caractérisée par sa masse ou par le nombre de moles qui la constituent. Lorsqu'une espèce moléculaire est mélangée à d'autres, sa concentration peut être définie soit :

- Par sa concentration volumique qui est sa quantité rapportée au volume total du mélange dans lequel elle entre en composition (kg/m^3 ou nombre de moles/ m^3) ;
- Par sa concentration massique définie comme étant sa quantité rapportée à la masse totale du mélange dans lequel elle entre en composition ; c'est un rapport sans dimension qui correspond à la fraction molaire dans le cas où la quantité de matière est exprimée en nombre de moles. [94].

VIII.3. Modèle mathématique

Il dépend de la technique de mesure disponible, les expériences de diffusion sont effectuées avec différentes options. Pour obtenir le coefficient de diffusion, il est nécessaire de mesurer une courbe ou un profil de diffusion, en fonction du temps de diffusion ou en fonction du chemin de diffusion.

VIII.3.1. Les hypothèses

Les hypothèses que nous posons pour aboutir à la solution analytique sont :

- les dimensions du solide sont uniformes,
- le coefficient de diffusion est constant,
- la température est constante,
- le terme de transport est négligeable,
- le solide est poreux et de structure uniforme,
- la masse volumique du solide reste constante durant toute l'opération d'extraction.

VIII.4. Modélisation à l'échelle laboratoire

VIII.4.1. Premier modèle (solutions données par crank)

Concentration initiale uniforme et concentration surfacique constante [95]

Nous avons choisis les résultats des trois essais qui sont effectués à l'échelle laboratoire (essai N°2) et (essai N°4) et (essai N°7) avec un taux d'humidité 60.30% et 19.56 et 8.3% respectivement.

On prend comme **m infini** (la quantité du soluté extraite après un temps infini, notée dans les chapitres précédents) la valeur 0.0791g et 0.4152 et 0.6 g respectivement.

On simule le premier modèle représenté par l'équation V.8 qui se trouve dans la bibliographie [95] en deux façons :

- 1) Equation du modèle V.8 à un seul terme.
- 2) Equation du modèle V.8 à plusieurs termes.

Lors de l'application de logiciel MATLAB, la valeur l appliquée est l'épaisseur de la feuille. La grandeur mesurée, utilisant le pied à coulisse, est de l'ordre de 0,04 mm.

Détermination du coefficient de diffusion d'huile essentielle.

Choisissons l'essai N° 2 pour faire l'étude du transfert de matière. A l'aide de MATLAB, nous portons le rapport de la masse d'huile récupéré à instant (t) sur la masse totale d'huile à temps infini en fonction du temps sur la figure VIII.1.

Équation du modèle à un seul terme

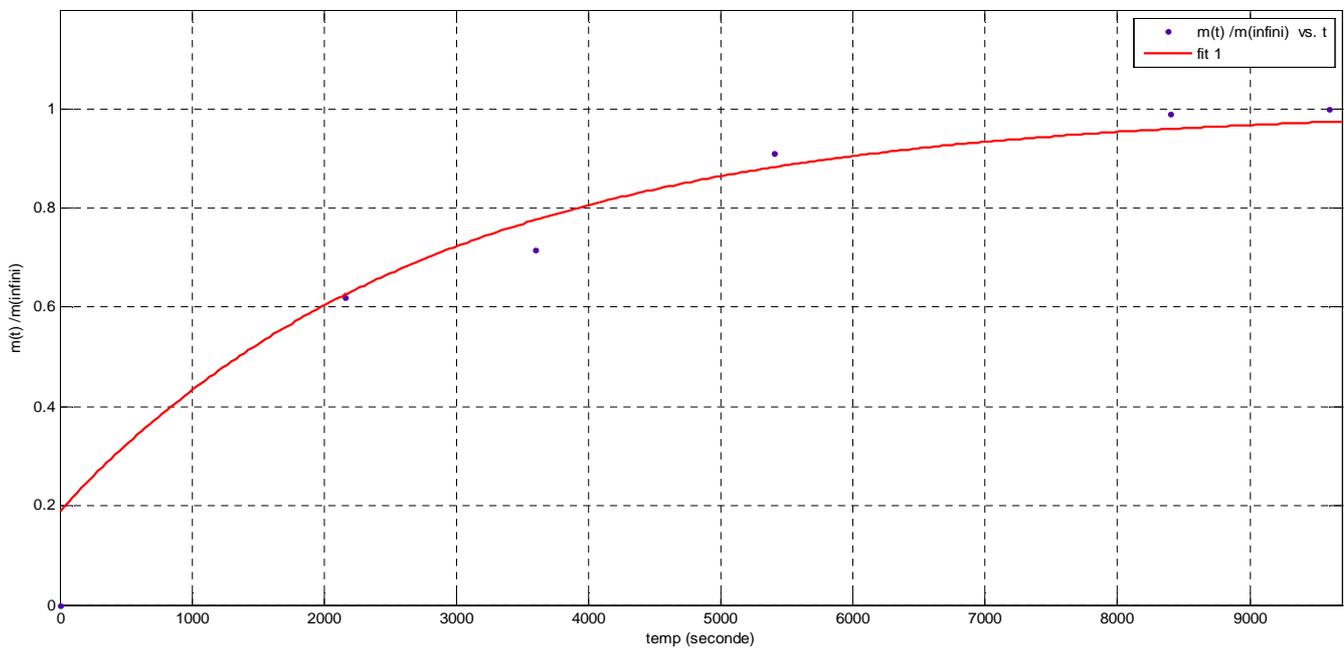


Figure VIII.1 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un seul terme ($R^2=0.94$) de l'essai N°2.

Tableau VIII.1. les données statistique pour l'équation du modèle I a un seul terme de l'essai N°2.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)			
2,32. 10⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.04206	0.9412	0.951	0.08373

Équation du modèle à plusieurs termes

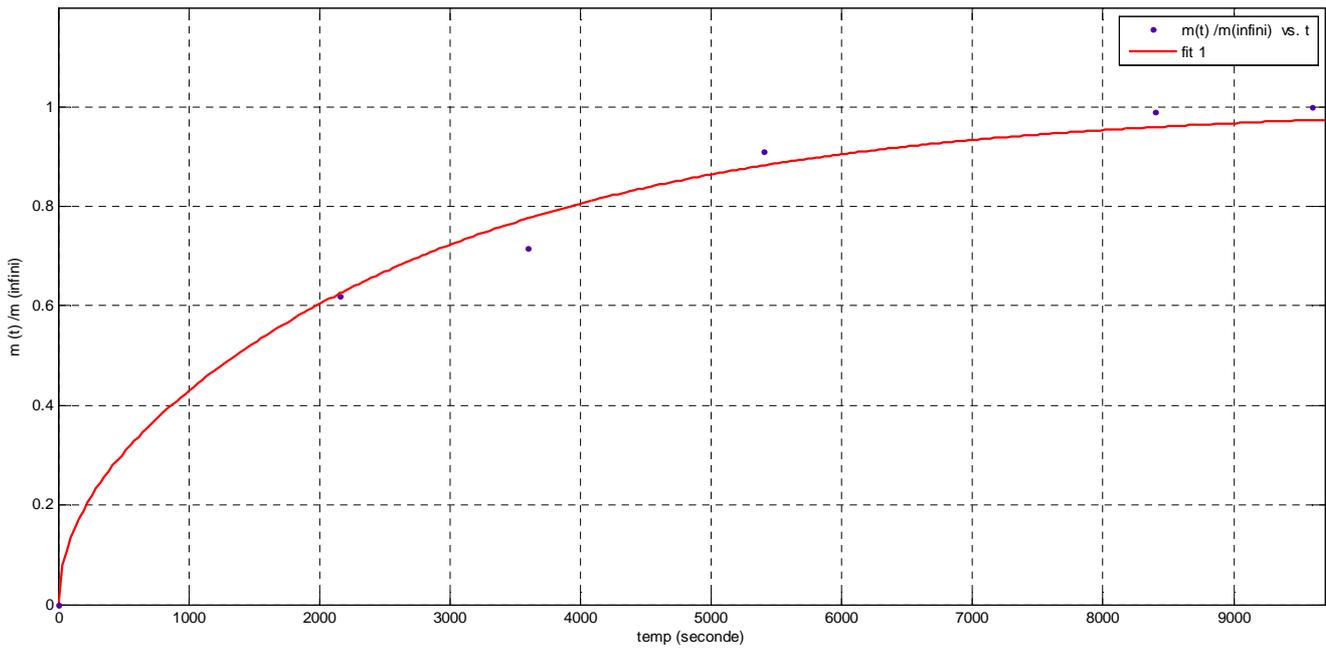


Figure VIII.2 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes ($R^2=0.99$) de l'essai N°2.

Tableau VIII.2 les données statistique pour l'équation du modèle I a plusieurs termes de l'essai N°2.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)			
2,32. 10⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.006184	0.9914	0.9928	0.0321

Choisissons l'essai N°4 pour faire l'étude du transfert de matière.

Équation du modèle à un seul terme

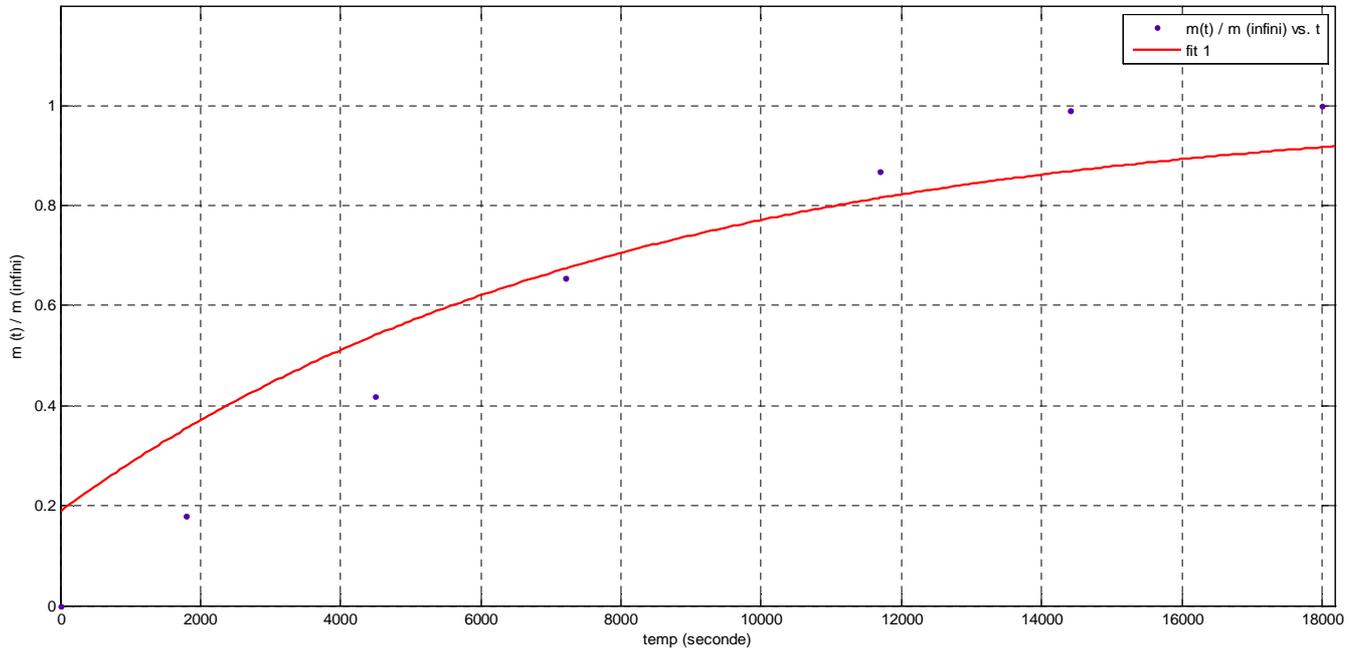


Figure VIII.3 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I à un seul terme ($R^2=0.88$) de l'essai N°4.

Tableau VIII.3. les données statistiques pour l'équation du modèle I à un seul terme de l'essai N°4.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)			
8,21. 10⁻¹⁴			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.1064	0.8887	0.9046	0.1233

On voit que $D=8,211.10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$

Équation du modèle à plusieurs termes

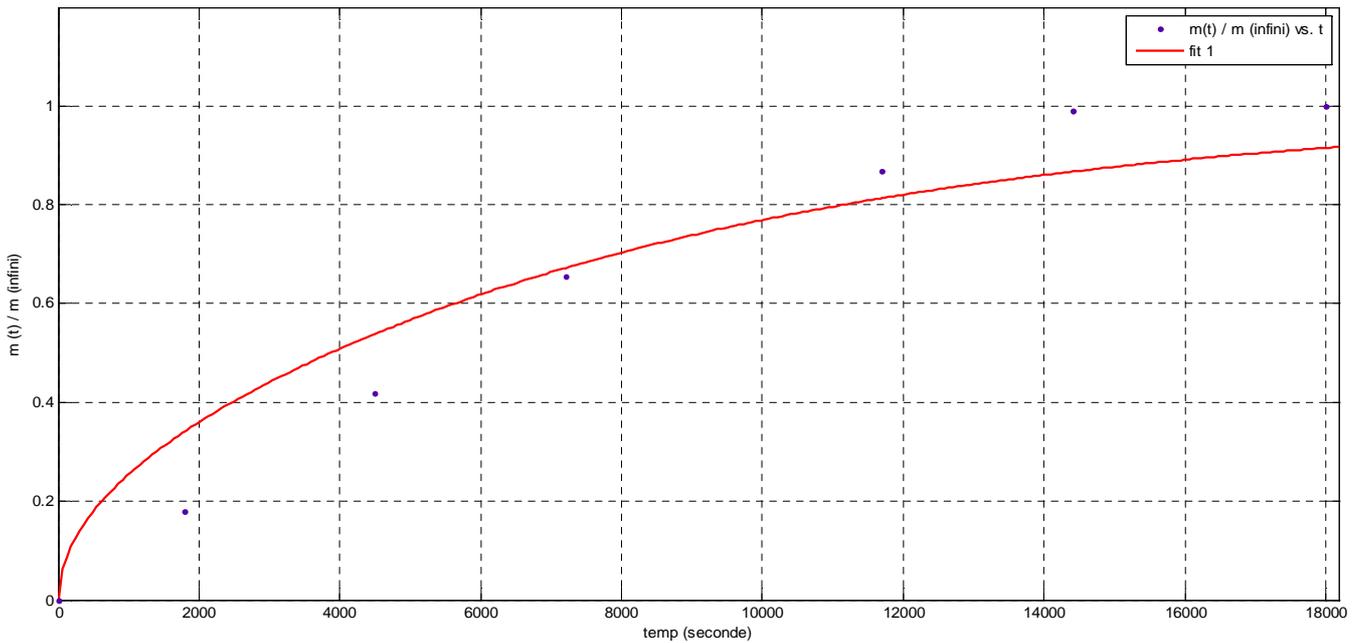


Figure VIII.4 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes ($R^2=0.93$) de l'essai N°4

On voit que : $D=8,211.10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$.

Les données statistiques de la simulation :

Tableau VIII.4 les données statistiques pour l'équation du modèle I à plusieurs termes de l'essai N°4

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)			
8,15. 10⁻¹⁴			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.06634	0.9306	0.9405	0.09735

Choisissons l'essai N°7 pour faire l'étude du transfert de matière.

✚ Équation du modèle à un seul terme

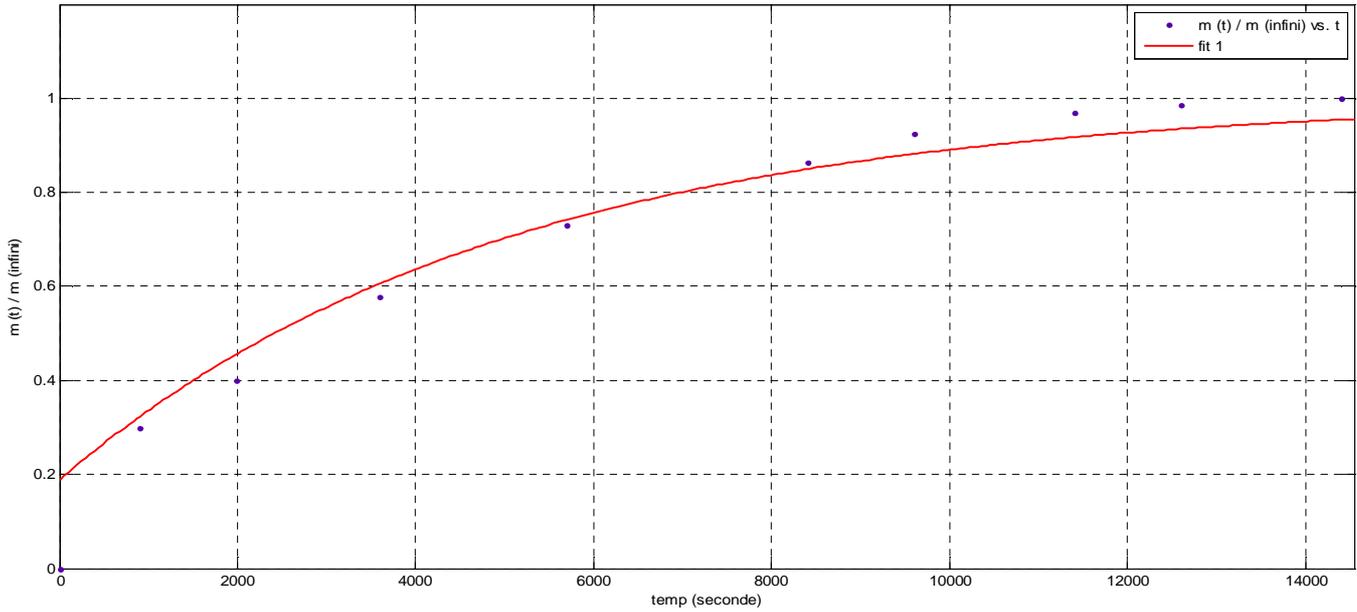


Figure VIII.5 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un seul terme ($R^2=0.95$) de l'essai N°7.

Tableau VIII.5 les données statistique pour l'équation du modèle I a un seul terme de l'essai N°7.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)			
1,30. 10⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.04975	0.9536	0.9582	0.07054

Équation du modèle à plusieurs termes

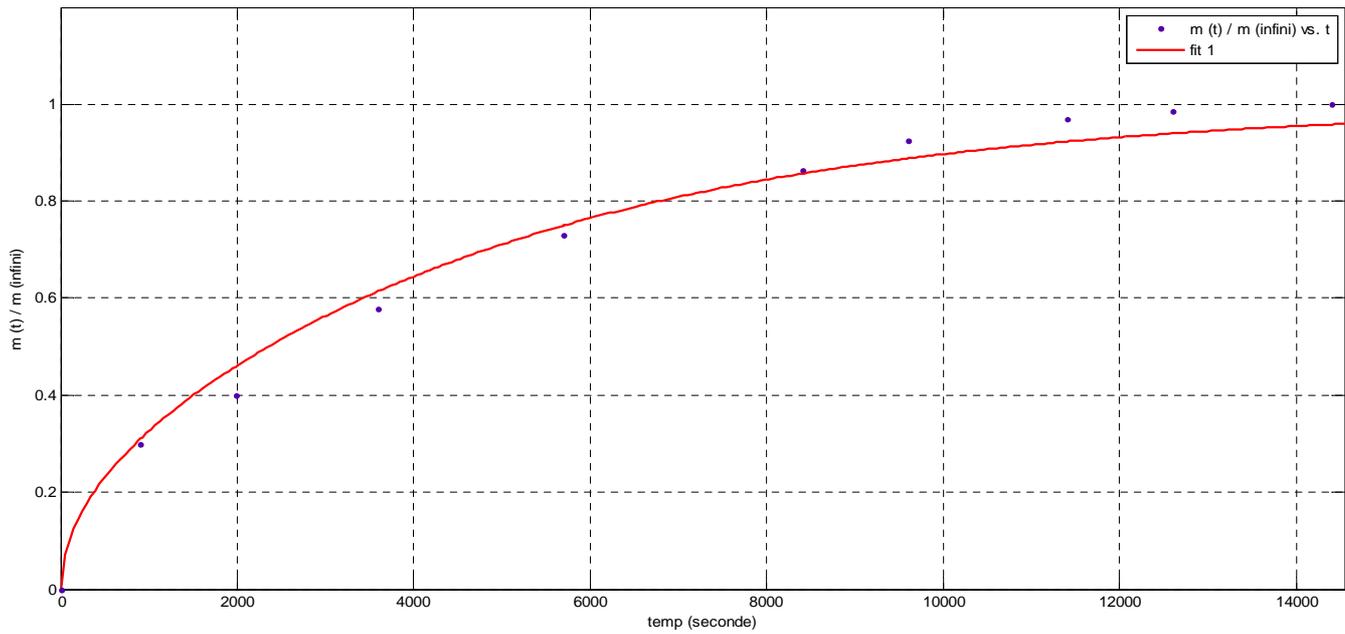


Figure VIII.6 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes ($R^2=0.98$) de l'essai N°7.

Tableau VIII.6. Les données statistiques pour l'équation du modèle I a plusieurs termes de l'essai N°7.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)			
1,33. 10⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.01277	0.9881	0.9893	0.03573

VIII.4.2. Deuxième modèle (solutions données par Crank)

Diffusion dans une plaque avec transfert de matière par convection à la surface [105]

Détermination du coefficient de transfert de matière et le coefficient de diffusion

A partir du Modèle décrit par l'équation V.13 dans [95] qui nécessite la détermination des trois paramètres D , β et K . la simulation par MATLAB, nous obtenons les valeurs reportées dans le tableau VIII-8 (avec un intervalle de confiance de 95%).

Essai N°2

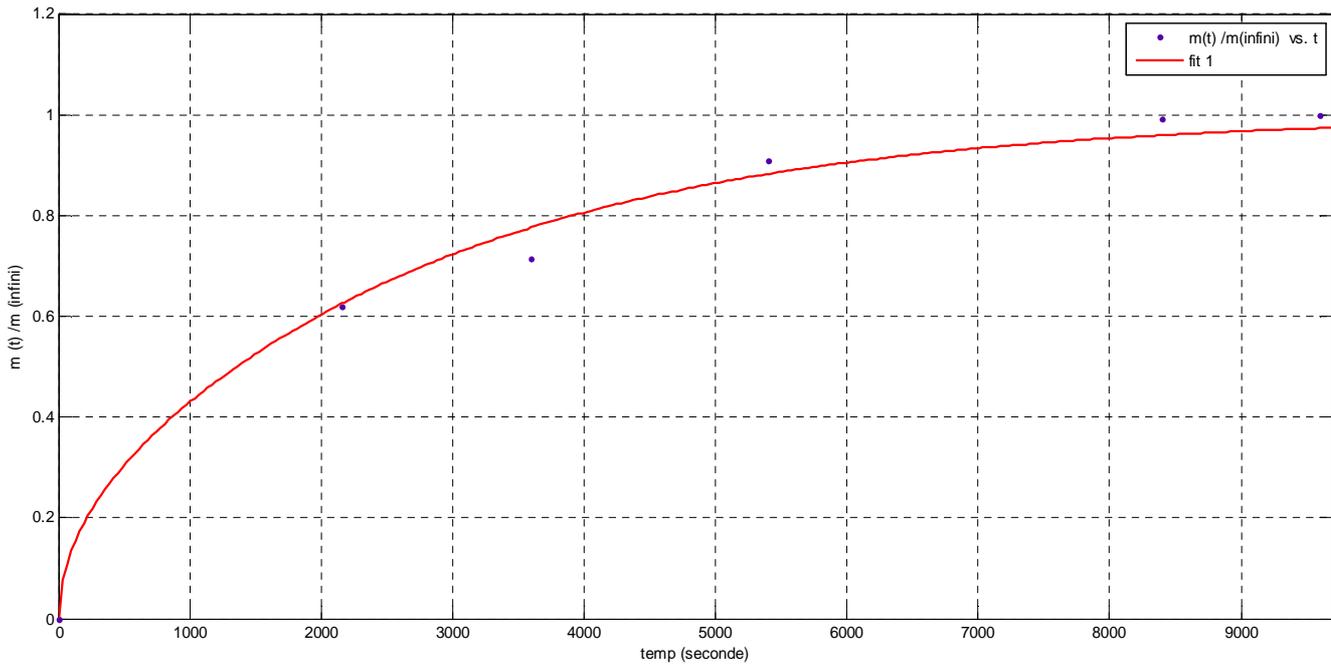


Figure VIII.7 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.99$) de l'essai N°2.

Tableau VIII.7 : les données statistique pour l'équation du modèle II de l'essai N°2.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m ² /s)	L	β	K (m/s)
9,99. 10 ⁻¹¹	116.4	2028	2,90. 10 ⁻⁴
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.005426	0.9924	0.9905	0.03683

Essai N°4

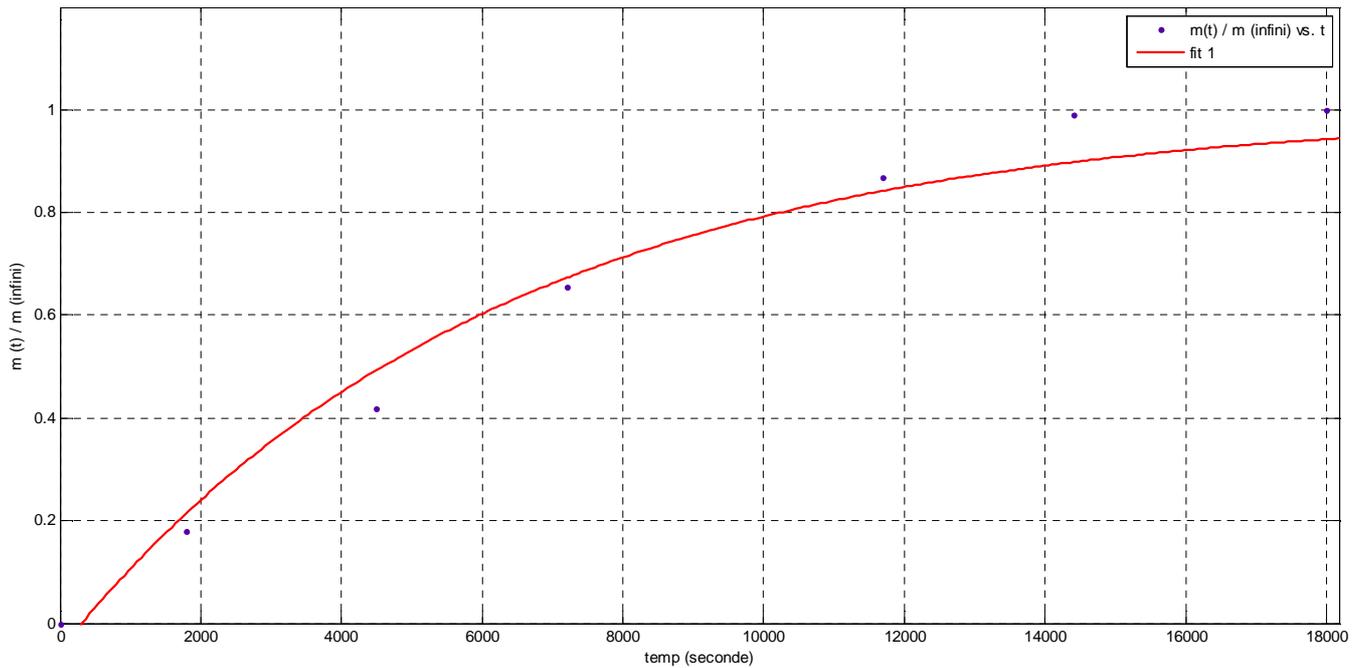


Figure VIII.8 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.98$) de l'essai N°4.

Nous obtenons les valeurs statistiques reportées dans le tableau VIII-9(avec un intervalle de confiance de 95%).

Tableau VIII.8 les données statistiques pour l'équation du modèle II de l'essai N°4.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)	L	β	K (m/s)
9,979. 10⁻¹¹	46.89	1271	1,16. 10 ⁻⁴
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.02218	0.9768	0.9721	0.0661

Essai N°7

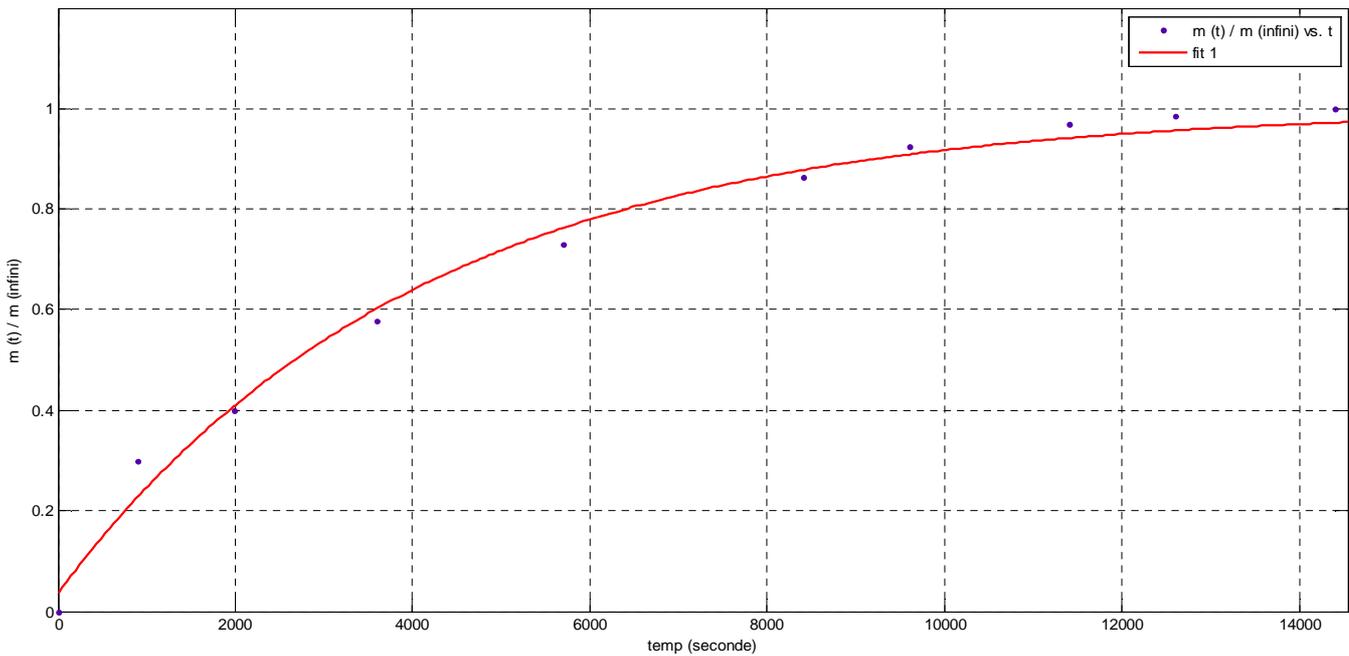


Figure VIII.9 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II ($R^2=0.98$) de l'essai N°7.

Tableau VIII.9. les données statistique pour l'équation du modèle II de l'essai N°7.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m ² /s)	L	β	K (m/s)
4,96. 10 ⁻¹⁰	14.27	713	1,77. 10 ⁻⁴
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.01174	0.989	0.9877	0.03831

Nous constatons dans tous les cas que le deuxième modèle représente mieux les points expérimentaux.

VIII.5. Modélisation à l'échelle semi pilote

VIII.5.1. Premier modèle (solutions données par Crank)

Concentration initiale uniforme et concentration surfacique constante

Nous avons choisis les résultats des deux essais l'essai N°2 et l'essai N°3 qui sont effectués à l'échelle semi pilote avec un taux d'humidité 70 % et 7% respectivement.

On prend comme **m infini** (la quantité du soluté extraite après un temps infini, notée dans les chapitres précédents) la valeur 0.0423g et 6.73 g.

A) Détermination du coefficient de diffusion d'huile essentielle.

Choisissons l'essai N°2 pour faire l'étude du transfert de matière. A l'aide de MATLAB, nous portons le rapport de la masse d'huile récupérée à l'instant (t) sur la masse totale d'huile à temps infini en fonction du temps sur la figure VIII.10.

Équation du modèle à un seul terme

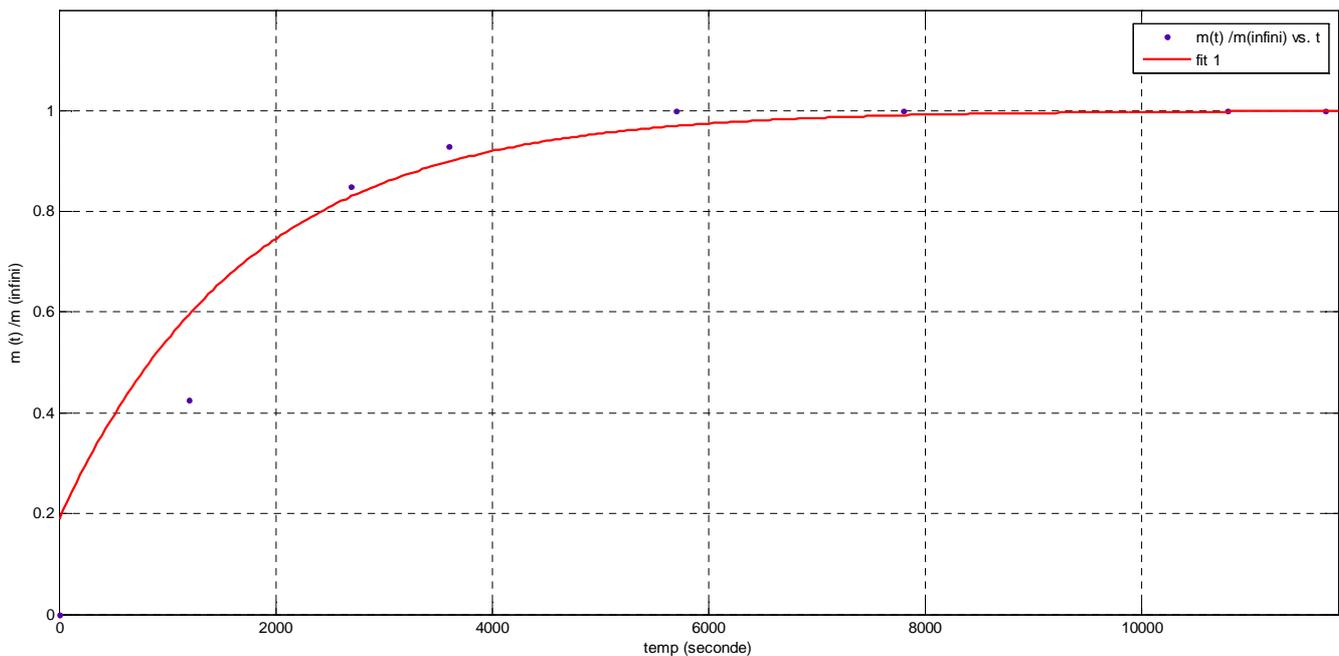


Figure VIII.10 : Courbe simulée avec MATLAB pour l'équation du modèle I à un seul terme ($R^2=0.92$) de l'essai N°2.

Tableau VIII.10. Les données statistiques pour l'équation du modèle I à un seul terme de l'essai N°2.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m ² /s)			
3,75. 10⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.067	0.9298	0.9386	0.09151

📊 Équation du modèle à plusieurs termes

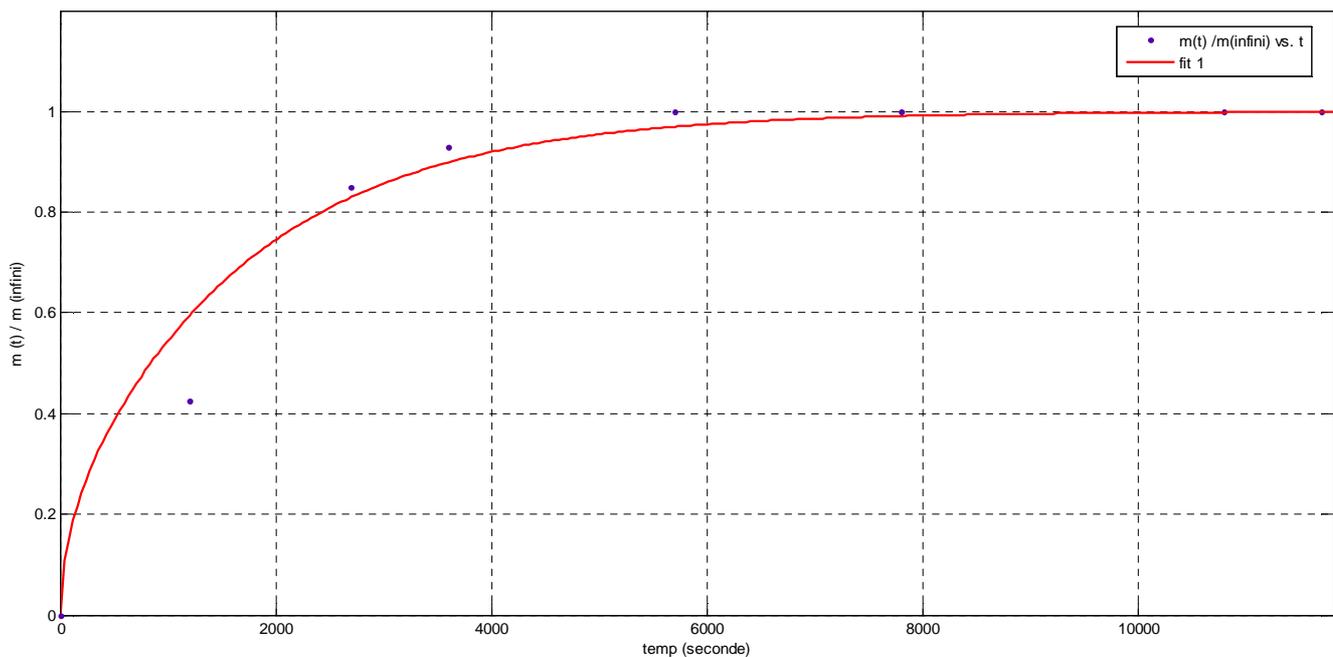


Figure VIII.11 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a plusieurs termes ($R^2=0.96$) de l'essai N°2.

Tableau VIII.11 : les données statistiques pour l'équation du modèle I a plusieurs termes de l'essai N°2.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)			
3,75. 10⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.03106	0.9675	0.9715	0.06231

Choisissons l'essai N°3 pour faire l'étude du transfert de matière. A l'aide de MATLAB, nous portons le rapport de la masse d'huile récupéré à instant (t) sur la masse totale d'huile a temps infini en fonction du temps sur le **graphe VIII.12**.

Équation du modèle à un seul terme

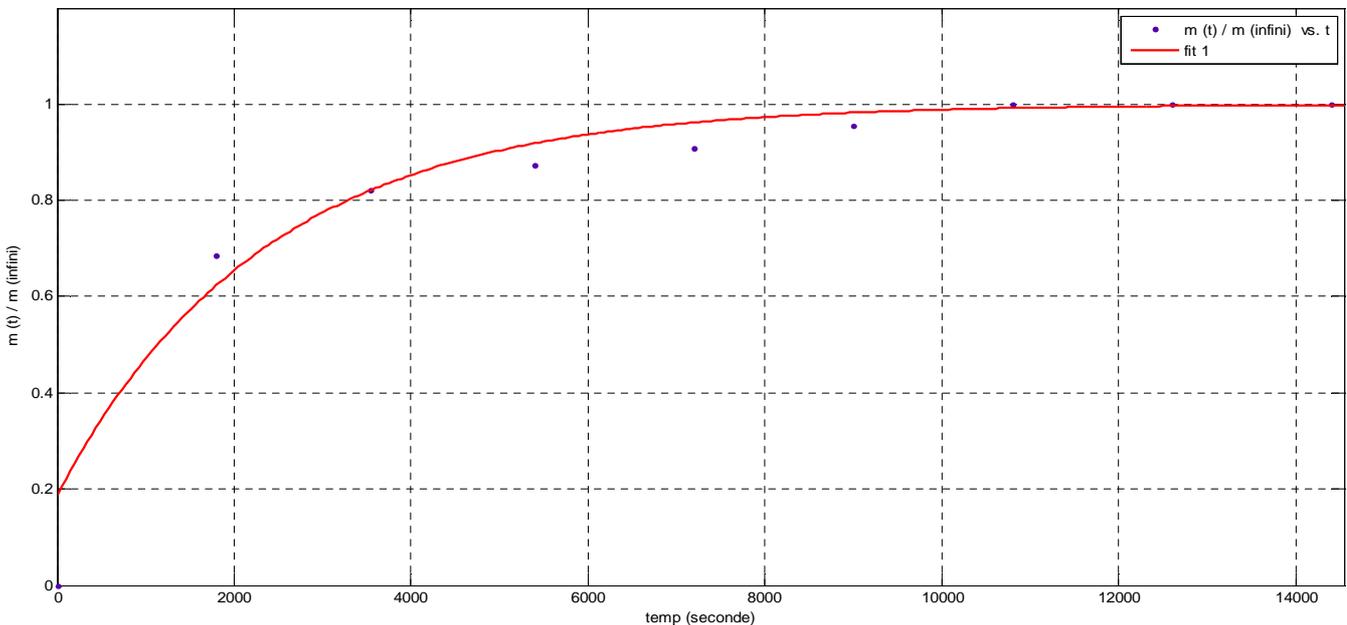


Figure VIII.12 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un seul terme (R²=0.94) de l'essai N°3.

Tableau VIII.12 : les données statistiques pour l'équation du modèle I a un seul terme de l'essai N°3.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m ² /s)			
2,76. 10 ⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.0453	0.9443	0.9505	0.07102

Équation du modèle à plusieurs termes

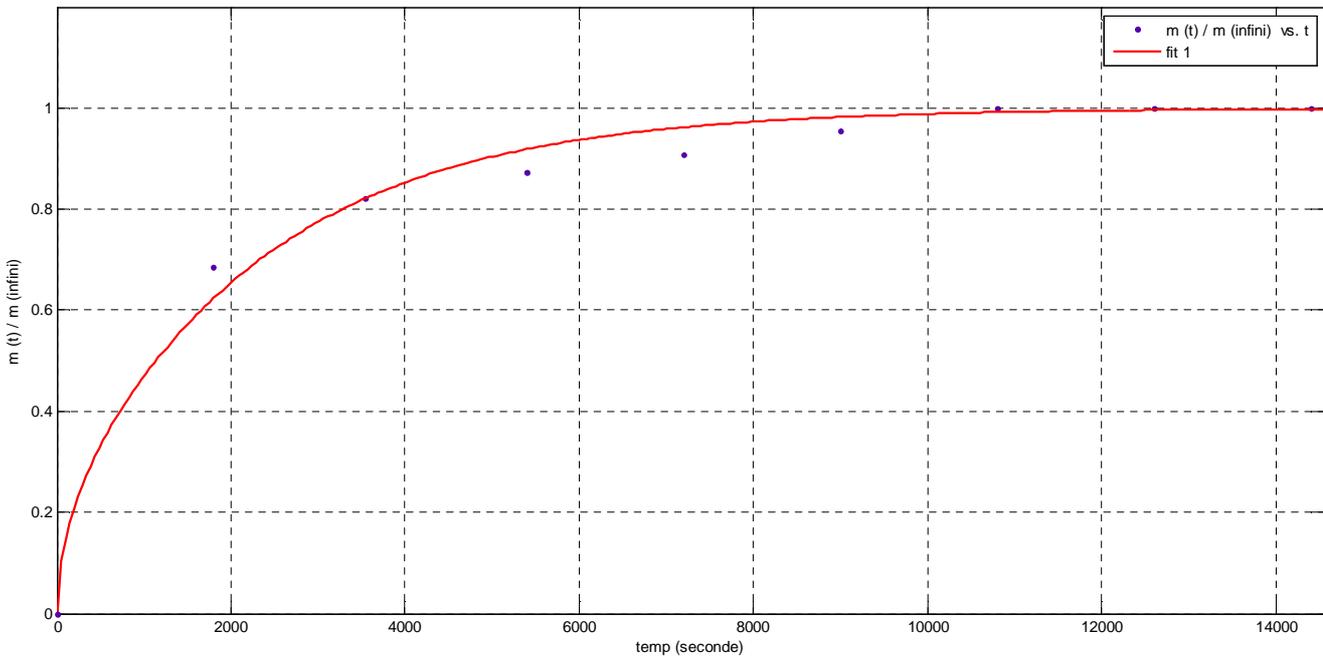


Figure VIII.13 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle I a un plusieurs termes (R²=0.98) de l'essai N°3.

Tableau VIII.13 les données statistique pour l'équation du modèle I a plusieurs termes de l'essai N°3.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m ² /s)			
2,76. 10 ⁻¹³			
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.009522	0.9883	0.9896	0.03253

VIII.5.2. Deuxième modèle (solutions données par Crank)

Détermination du coefficient de transfert de matière et le coefficient de diffusion

Essai N°2

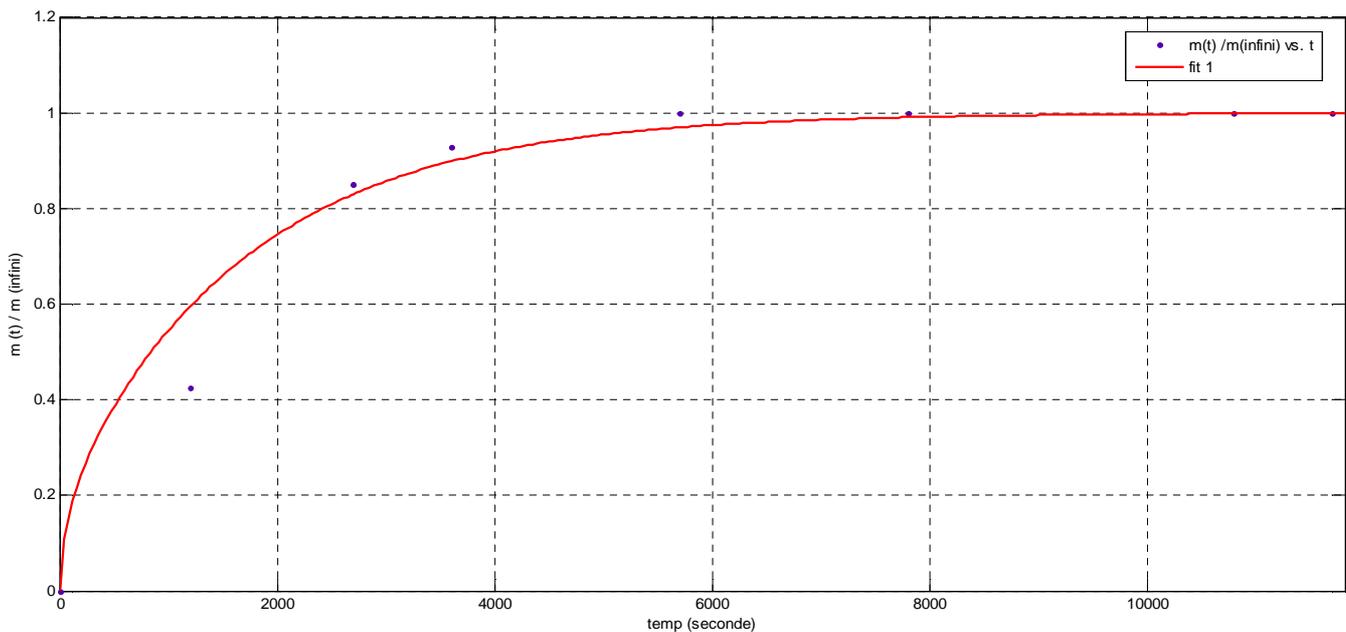


Figure VIII.14 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II (R²=0.98) de l'essai N°2.

Tableau VIII.14 : les données statistiques pour l'équation du modèle II de l'essai N°2.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m ² /s)	L	β	K (m/s)
2,58. 10 ⁻¹⁰	68.51	1548	4,43. 10 ⁻⁴
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.01262	0.9868	0.9846	0.04587

Essai N°3

A partir du modèle décrit par l'équation V.13 dans [95] qui nécessite la détermination des trois paramètres D, β et K. la simulation par MATLAB, nous obtenons les valeurs reportées dans le tableau VIII-16(avec un intervalle de confiance de 95%).

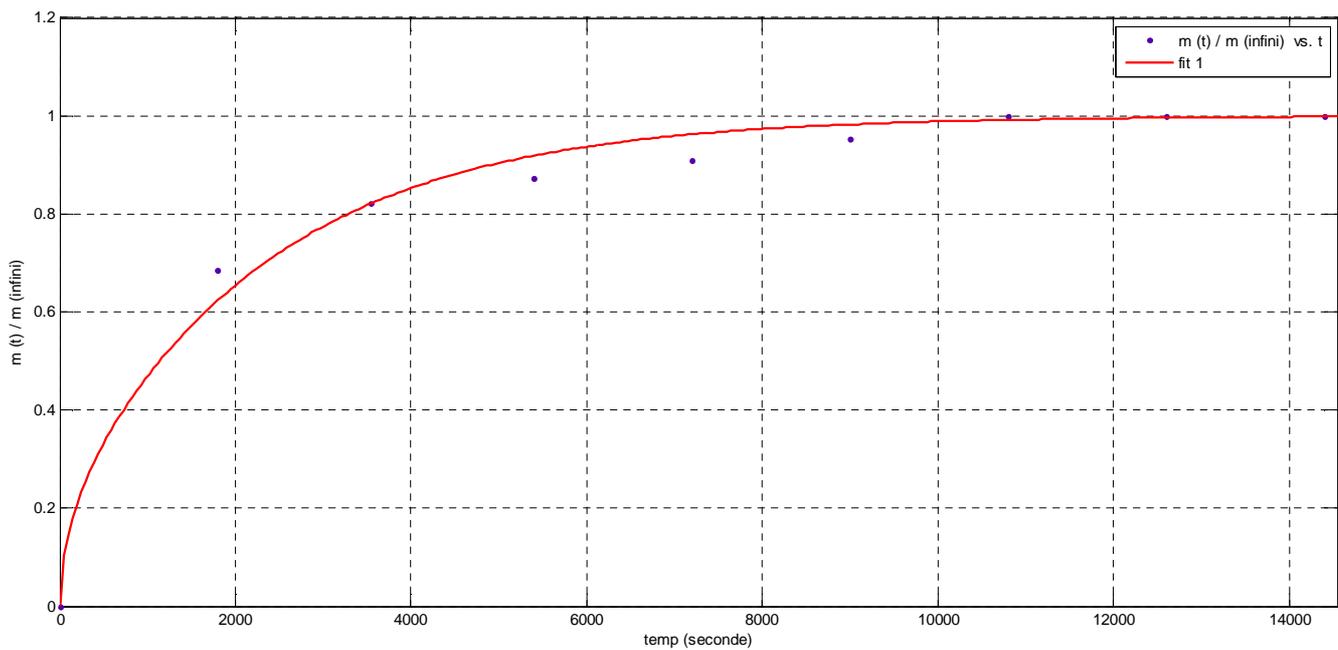


Figure VIII.15 : Courbe simulé avec MATLAB pour l'équation du modèle II (R²=0.98) de l'essai N°3.

Tableau VIII.15 les données statistique pour l'équation du modèle II de l'essai N°3.

Coefficients (avec un intervalle de confiance=95%)			
D (m²/s)	L	β	K (m/s)
9,88. 10⁻¹⁰	14.9	729.4	3,68. 10 ⁻⁴
La validité de la simulation			
SSE	R-square	R-square ajusté	RMSE
0.01616	0.9802	0.9773	0.04805

Tableau VIII.16 : les résultats de simulation du modèle I à différente échelles.

Modèle proposée par Crank					
	échelle	N° Essai	Equation à	D (m²/s)	R²
Modèle I	laboratoire	2	un seul terme	2,32.10 ⁻¹³	0.94
			plusieurs termes	2,32.10 ⁻¹³	0.99
	laboratoire	4	un seul terme	8,21. 10 ⁻¹⁴	0.88
			plusieurs termes	8,15. 10 ⁻¹⁴	0.93
	laboratoire	7	un seul terme	1,30.10 ⁻¹³	0.95
			plusieurs termes	1,33.10 ⁻¹³	0.98
	Semi pilote	2	un seul terme	3,75. 10 ⁻¹³	0.92
			plusieurs termes	3,75. 10 ⁻¹³	0.96
Semi pilote	3	un seul terme	2,76.10 ⁻¹³	0.94	
		plusieurs termes	2,76.10 ⁻¹³	0.98	

Ces résultats montrent que, le coefficient de diffusion déterminé avec un ou plusieurs termes est le même on améliore seulement la précision. Ce résultat vient conforter l'hypothèse que nos essais ont été réalisés à des temps longs.

Aussi nous avons remarqué l'existence d'un palier intermédiaire se situant autour de 30 à 50mn traduisant une cinétique s'effectuant en deux étapes mais le nombre de prise d'échantillon étant faible nous ne pouvons qu'émettre des hypothèses.

Tableau VIII.17 : les résultats de simulation du modèle II à différentes échelles.

	échelle	N° Essai	D (m ² /s)	L	K (m/s)	R ²
Modèle II	Laboratoire	2	9,99. 10 ⁻¹¹	116.4	2,90. 10 ⁻⁴	0.99
		4	9,98. 10 ⁻¹¹	46.86	1,17. 10 ⁻⁴	0.97
		7	4,96. 10 ⁻¹⁰	14.27	1,77. 10 ⁻⁴	0.98
	Semi pilote	2	2,58. 10 ⁻¹⁰	68.51	4,30. 10 ⁻⁴	0.98
	Semi pilote	3	9,88. 10 ⁻¹⁰	14.9	3,68. 10 ⁻⁴	0.98

Le deuxième modèle permet d'ajuster les paramètres avec un écart beaucoup plus faible toutefois nous pouvons dire que l'étape de diffusion dans le solide est l'étape prépondérante.

Ce tableau fait ressortir que les valeurs du coefficient de diffusions obtenues par le modèles II sont presque du même ordre de grandeurs avec une bonne simulation des points expérimentaux apporté par le modèle II.

VIII.7. Discussion générale

L'examen de toutes les allures de courbes nous permet de constater que le modèle II donne une meilleure description du comportement du processus du transfert de matière dans les feuilles de l'inule visqueuse, tant à l'échelle semi-pilote qu'à l'échelle laboratoire. Par contre, le modèle I relatif au modèle diffusionnel, qui ne tient pas compte de la phase fluide, prend un grand écart par rapport aux points expérimentaux pour le début d'extraction. Cet écart tend à s'atténuer à fur et à mesure si on prend en considération plusieurs termes du modèle pour atteindre la meilleure simulation.

D'après les résultats trouvés : on remarque que le coefficient de diffusion obtenu dans l'extraction à l'échelle semi pilote, est toujours grand par rapport à celui que l'on a obtenu à l'échelle laboratoire,

Pour le modèle I le coefficient de diffusion est presque du même ordre de grandeurs d'ordre 10⁻¹³ m²/s, et pour le modèle II est aussi du même ordre de grandeur autour de 10⁻¹⁰ m²/s, ceci peut être expliqué par : la diffusion d'huile dans le solide sera mieux dans l'échelle semi pilote à celle du laboratoire. Ceci nous laisse penser que cette rapidité est due à l'augmentation du débit de vapeur.

La première période de l'extraction concerne la récupération des HE qui se trouve dans les différents sites proche de la surface de la feuille facilement accessibles, cela signifie que la diffusion de ces huiles se fait avec une vitesse rapide et sera réagie par un simple phénomène de diffusion.

La seconde période est contrôlée par la diffusion interne des sites endogènes qui se traduit par une faible vitesse d'extraction et l'apparition d'un palier.

Alors la question qui se pose (**est ce que le fait qu'un modèle simule bien les points expérimentaux permet de conclure sur la valeur des grandeurs diffusionnel et d'équilibre**).

Et de conclure que le modèle I proposé par Crank suffit pour décrire le comportement de transfert de matière et de la diffusion lors de l'opération d'extraction par entrainement à la vapeur d'eau. Si on prend en considération plusieurs termes, par ce que nous aboutissons à des valeurs de coefficient de diffusion qui sont proches. Ceci nous laisse penser que la diffusion dans la phase vapeur est négligeable, seulement elle se fait dans la phase solide, donc le deuxième modèle peut être réduit au modèle I. parce que :

Avec $L = l K/D$, paramètre sans dimension faisant intervenir les deux constantes D et K ainsi que l'épaisseur de la plaque l , et β_n désigne les racines de $\beta \tan \beta = L$.

Pour L tendant vers l'infini on retrouve (IV.4) puisque $\beta_n \rightarrow (2n+1) \pi/2$, ce qui peut se produire si $K \rightarrow \infty$ (ou si l'épaisseur de la plaque augmente beaucoup).

Conclusion générale.

Ce travail a porté sur l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle d'*inula viscosa* (L.) et les cinétiques d'extraction des parties aériennes de la plante, récoltées au mois de mars et avril.

Des essais à l'échelle laboratoire (80 à 150 g de matière végétale) et à l'échelle semi pilote (500 à 600 g) ont été réalisés.

Dans ce cadre, nous avons réalisé une installation d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi pilote. Nous avons réussi à faire une régulation de la puissance de chauffe de la résistance pour obtenir différents débits de vapeur.

Plusieurs conditions opératoires d'extraction dans les deux échelles, tels que le débit de vapeur, la masse de matière végétale à traiter et l'humidité ont été utilisés.

L'influence sur les rendements et la cinétique a été relevée.

L'influence de ces paramètres est en accord avec ce qui a été mentionné dans la bibliographie à savoir que lorsque l'humidité est faible le rendement est amélioré, un bon débit améliore les rendements toutefois il est difficile de maintenir ce dernier constant durant la manipulation.

Les résultats obtenus ont été représentés par un modèle de transfert de matière solide fluide ; dans un premier temps en supposant la concentration surfacique constante et dans un deuxième temps en supposant qu'il y a résistance en phase fluide. Cette modélisation présente une solution analytique présentée par Crank. Son application et l'utilisation de logiciel de réajustement pour atteindre les paramètres du modèle a donné dans le premier modèle un coefficient de diffusion de l'ordre de $10^{-13} \text{m}^2/\text{s}$ et dans le deuxième modèle un coefficient de diffusion de l'ordre de $10^{-11} \text{m}^2/\text{s}$ et un coefficient de transfert en phase fluide de l'ordre de $10^{-4} \text{m}/\text{s}$. ce qui pour les feuilles utilisées ayant une épaisseur de l'ordre de 10^{-4}m donne une prédominance de la résistance au transfert en phase solide.

Nous pouvons donc conclure que le changement d'échelle n'affecte pas grandement les paramètres de transfert mais les rendements sont toutefois affectés en fonction des paramètres opératoires.

Cette étude mérite d'être approfondie et orientée, notamment vers la détermination de la composition chimique de l'HE et amélioration sur la modélisation du transfert de matière essentiellement.

Bibliographie.

[1] **Site web:** <http://www.couplan.com>.

[2] **Site web :** [www. Plantes sauvages de Malte - Index famille de plantes.com](http://www.Plantes_sauvages_de_Malte_Index_famille_de_plantes.com).

[3] **P. Quezel, S. Santa**

« Nouvelle flore de L'Algérie et des régions désertiques méridionales ». Editions du Centre National de la recherche scientifique. Tome II, 1963.

[4] **L.R. Hernandez Ochoa**

« Substitution de solvants et matières actives de synthèse par un combine « solvant/actif » d'origine végétale ». Thèse d'état Institut National Polytechnique de Toulouse. 2005.

[5] **P. Barbetti, I. Chiappini, G. Fardella, A. Menghini**

« A new eudesmane acid from *Dittrichia (Inula) viscosa* ». *Planta Medica* 51, 471, 1985.

[6] **Z. Yaniv, A. Dafni, J. Friedman, D. Palevitch**

« Plants used for treatment of diabetes in Israel ». *Journal of Ethnopharmacology* 19, 145-151.1987.

[7] **L. Lauro, C. Rolih**

« Observation an research on an extract of *Inula viscosa*. *Bollettino Societa Italiana Biological Sperimentable* 66, 829-834. 1990.

[8] **C. Lastra, A. Lopez, V. Motiva**

« Gastroprotection and prostaglandin E2 generation in rats by flavenoids of *Dittrichie viscosa* ». *Planta Medica* 59, 497-501.1993.

[9] **C. Cafarchia, N.D. Laurentis, M.A. Milillo, V. Losacco, V. Puccini**

« Antifungal activity of essential oils from leaves and flowers of *Inula viscosa* (Asteraceae) by Apulian region ». *Parassitologia*.44: 153-156, 2002.

[10] **site web :** <http://www.aromimport.com//proprietes.htm>

[12] **J.Baptiste, A. Pyramus**

« Flore française » . Lausanne, 4, 147-156, 2008.

[13] **Site web:** www.chipchaseplants.co.uk/.../I.html.

[14] **F.G. Levrault**

« Dictionnaire des sciences naturelles », Copie de l'exemplaire l'Université du Michigan Numérisé 23, 550 -559,2007.

[15] http://crdp2.acbesancon.fr/flore/flore/Asteraceae/especes/dittrichia_graveolens.htm

[16] **J.L. Abrassat**

« Mille et une vertus des huiles essentielles ». Edt.Guy Trédaniel. 1988.

[17] **Y.R. Naves**

« Qu'est-ce une huile essentielle ? » industrie chimique belge,200,9-10, 1966.

[18] **J. Bruneton**

« Pharmacognosie. phytochimie. Plantes médicinales ». 2eme Edt. Tech & Doc, Lavoisier, paris.1993.

[19] **C.A. Wurtz**

« Dictionnaire de chimie pure et appliquée » Tome I, Paris, 1874, 1269-1270.

[20] **C. Brun**

« Douze plantes et leurs huiles essentielles », Jouvence , 2003.

[21] **J. Pellecier, M. Jacob, B. de Simeon, G. Dusart, M. Attisso, M. Barthez, L. Gourgas, B.Pascal, B.Tomei**, Plant. Méd. Phytothérapie. 83,14, 1980.

[22] **C. Viollon, J.P. Chaumont, D. Leger**, Plant Méd Phytothérapie 17, 26,1993.

[23] **J.P. Chaumont, D. Leger**, Plant Med. Phytothérapie, 124,23,1989.

[24] **A. Sivropoulou, E. Papanikolaou, C. Nikolaou, S. Kokkini, T. Lanaras, M. Arsenakis**.
Agric.Food Chem.,1202, 44, 1996.

[25] **A. Zambonelli, A.Z. D. Aurelio, A. Severi, E. Benvenuti, L. Maggi, A. Bianchi**,
*Essent. Oil Res.*16, 69, 2004.

[26] **T. Mangena, N.Y.O. Muyima**, Lett. Appl. Microbiol. 291, 28, 1999.

[27] **H. Robert, K.M. Waterman, G.Peter**, Longman Scientific and Technical, 1993, U.K.

[28] **B.G. Kurt Torrsell**

« Natural Products Chemistry ». John Willy & Sons Limited. p401, 1983.

[29] **R. Croteau**. Chem. Re., 929,87, 1987.

[30] **F. Bakkali**

« Biological effects of essential oils »— A review, Food. Chem., Toxicol, 2007.

[31] C.Besombes

« Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermo-mécanique d'herbes aromatiques ». Applications généralisées. Thèse d'état, Univ La Rochelle, 2008.

[32] P.Crète « Précis de botanique ». Tome bI, 1962.

[33] M.Spiro. « Kinetics of solvent extraction of essential oil from rosemary leaves ». Flavor and fragrance journal.9, 187-200. 1994.

[34] B. Appezzato-da-Gloriaa, F.B. Da Costa, V.C. da Silva , L. Gobbo-Neto, V.L.G. Rehder, A.H. Hayashi.

« Glandular trichomes on aerial and underground organs in *Chrysolaena* species (Vernonieae – Asteraceae): Structure, ultrastructure and chemical composition, 207, 878– 887, 2012.

[35] J.Brunetton

« Elément de phytochimie et pharmacognosie, Paris : Lavoisier - Tech. & doc, 1987.

[36] V. A. Kurkin, Chem. Nat. Compd, 39,123, 2003.

[37] L.S. Padua, N. Bunyapraphatsara, R.H.M.J. Lemmens

« Plant Resources of South-East Asia, 12, 1999.

[38] Marianne piochon « mémoire présenté a l'Université de Québec « étude des HE d'espèces végétales de la flore laurentienne » 28, 2008.

[39] C. Benini

« Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Mémoire de fin d'études. Univ GEMBLoux. 2007.

[40] J.L. Rosua , A. Garciaa-Granados. Plant.Médecin.Phytother, 1987.

[41] I. Eustache

« Bien vivre les huiles essentielles », éditions, Saep ,2008.

[42] E. Boucchi

« Hydrodistillation des huiles essentielles ». Parfums, cosmétiques, arômes, 1985.

[43] P. Carre

« Précis de technologie et de chimie industrielle », tome III. Ed J.B.Baillièrre et fils, Paris, 1953.

[44] M. Warnod

« Natural essential oils: extraction processes and applications to some major oils. Perfumer et Flavorist », 9, 93, 1984.

[45] E. Guenther

« The essential oils, Vol. I, History-origin in plants production analysis », Ed E.krieger, Florida, 87-201, 1972.

[46] J. Vidal

« Thermodynamique méthodes appliquées au raffinage et au génie chimique », Société des éditions Technip & IFP, Paris, 386, 228, 1973.

[47] D. L. Pavida, G.M. Lampman, G. S. Kriz

« Introduction to organic laboratory techniques », Ed. W.B. Saunders Co. Philadelphia, USA, 567-573, 1976.

[48] S. Martinez, A. Marco

« Application de la coalescence sur lit fibreux à la séparation des huiles essentielles en parfumerie », Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France, 1981.

[49] C. V. Rechenberg.

« Theorie der gewinnug und trennung der Atherischen öle durch distillation ». 261-317, 1910.

[50] M. P. Otto

« L'industrie des parfumes ». Ed DUNOD, 1961.

[51] E. Gueorguiev, N. Guenov, R. D. Lasarova, et G. P. Guantchev

« Rivista Italiane. E. P. P. O, Maggio, 1978.

[52] E. Gueorguiev

« Technologie de la production des huiles essentielles ». Ed de l'institut supérieur de technologie des industries alimentaires, Plovdiv, 1988.

[53] H. Tatu

« L'industrie moderne des parfums ». Ed. J.B BAILLIERE. & fils, 1932.

[54] A. Haib

Valorisation de terpènes naturels issus de plantes marocaines par transformations catalytiques

Doctorat de l'université de toulouse dpt chimie organique et catalyse. P11-18, 2011.

[55] M. C. Martini, M. Seiller

« Introduction à la dermopharmacie et à la cosmétologie », Editions Tec & Doc, Editions médicales internationales Paris. Lavoisier, 563, 1999.

[56] Z.Wang, L. L. T. Ding, X. Zhou, L. Wang, H. Zhang, L. Liu, Y. Li, Z. Liu, H. Wang, H. Zeng, H. He J. Chrom. A, 1102, 2006.

[57] J.S.T. Chou

« Analytical results on the volatile components of cardamom oil, caraway oil and coriander oil by gas chromatography, IR spectroscopy ». Koryo. 106, 55-60, 1974.

[58] M. Colic

« Molecular Mechanisms of Magnetic Water Treatment, In 3rd symposium on Antiscale Magnetic Treatment and Physical Conditions, Stafford Cripps, Cranfield University, 1-12, 1999.

[59] M. Colic, D.W. Fuerstenau

« The influence of Surfactants Impurities on Colloids Stability and Dispersions of powders in Aqueous Suspensions, Powder Technol. 97,129-138, 1998.

[60] M. Colic, D. Morse

« Effects of Amplitude of the Radiofrequency electromagnetic Radiation on Aqueous Suspensions and Solutions ». 200, 265-272, 1998.

[61] N.S. Kim, D.S. Lee. J. Chrom. A, 982, 31. 2002.

[62] R. Hubert, *Epices et aromates*, Tec et Doc – Lavoisier, APRIA., Paris, 1992.

[63] P. Mafarat et E. Béliard

Génie Industriel Alimentaire Tome I, Ed Tech et doc ; Lavoisier, Paris 1992.

[64] F. Amokrane

« Modélisation du transfert de matière lors de l'extraction de l'essence des graines de coriandre par le méthanol. Mémoire de Magistère, Département de génie chimique Ecole Nationale Polytechnique, Alger 2002.

[65] P. Baud

« Traité de chimie industrielle, Tome III : Industries organiques », Ed. MASSON & CIE, Paris, 704-713, 1951.

[66] M. Vinatoru

An overview of ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs ». *Ultrasonics Sonochemistry*, 8, 303-313, 2001.

[67] S. Chemat, A. Lagha, H. A. Amar, F. Chemat

« Ultrasound assisted microwave digestion. *Ultrasonics Sonochemistry*, 11, 5-8, 2003.

[68] M.D. Luque de Castro, F. Friego-Capote

« Ultrasound assistance to liquid-liquid extraction: A debatable analytical tool. *Analytica Chimica Acta*, 583, 2-9, 2007.

[69] S. Chemat, A. Lagha, H. A. Amar, P.V. Bartels, F. Chemat

« Comparison of conventional and ultrasound-assisted extraction of carvone and limonene from caraway seeds ». *Flavour and fragrance Journal*, 19, 188-195, 2004.

[70] M. Vinatoru, M. Toma, T.J. Mason

« Ultrasound-assisted extraction of bioactive principles from plants and their constituents ». *Adv. Sonochem.*, 5, 209-247, 1999.

[71] M. Salisova, S. Toma, T.J. Mason

« Comparison of conventional and ultrasonically assisted extractions of pharmaceutically active compounds from *Salvia officinalis* ». *Ultrasonics Sonochemistry*, 4, 131-134, 1997.

[72] M. Vinatoru, M. Toma, O. Radu, P.I. Filip, D. Lazurca, T.J. Mason

« The use of ultrasound for the extraction of bioactive principles from plant materials ». *Ultrasonics Sonochemistry*, 4, 135-139, 1997.

[73] Z. Hromadkova, A. Ebringerova, P. Valachovic.

« Comparison of classical and ultrasound-assisted extractions of from *Salvia officinalis* L ». *Ultrasonics Sonochemistry*, 5, 163-168, 1999.

[74] M. Maoz, I. Neeman.

« Effect of *Inula viscosa* extract on chitin synthesis in dermatophytes and *Candida* ». *Albicans Journal of Ethnopharmacology*, 71(3), 479-482, 2000.

[75] V. Hernandez, M.C. Recio, S. Manez, J. M. Prieto, R. M. Giner, J. L. Rios;

« A mechanistic approach to the in vivo anti-inflammatory activity of sesquiterpenoid compounds isolated from *Inula viscosa* », *Planta Medicinally*, 67(8), 726-731,2001.

[76] M.H. Abu Zarga, S.S. Sabri, E.M. Hamed, M.A. Khanfar, K.P. Zeller.

« Atta-Ur-Rahman. A new eudesmane type sesquiterpene from *Inula viscosa* ». *Natural Product Research*,2, 99-102, 2002.

[77] B .Wenqiao Wang, H. Bendaniel, Y. Cohen.

« Control of Plant Diseases by Extracts of *Inula viscosa*, Faculty of Life Sciences of Bar-Ilan University, 10,1042-1047,2004.

[78] A. Nikolakaki , N. S. Christodoulakis.

« Leaf structure and cytochemical investigation of secretory tissues in *Inula viscosa* »

The Linnean Society of London, *Botanical Journal of the Linnean Society*, 2004,**144**, 437–448

[79] B.Tedjini

« Extraction des huiles essentielles et des concrète de l'inule visqueuse », mémoire de fin d'étude, ENP, Alger, Algérie, 2006.

[80] N. Benhammou,F.A. Bekkara .

« Contribution à l'étude du pouvoir antifongique de l'huile essentielle d'*Inula viscosa* »,2007.

[81] N.-A. Zeggwagh, M.-L. Ouahidi, A. Lemhadri et M. Eddouks.

« Study of hypoglycaemic and hypolipidemic effects of *Inula viscosa* L. Aqueous extract in normal and diabetic rats », *Journal of Ethnopharmacology*, Issue 2, 24, 223-227. 2006.

[82] P. Goetz

« Phytothérapie du diabète ». *Phytothérapie* ,5: 212–217,2007.

[83] V. Hernández, M.C. Recio, S. Mañez, R.M. Giner, J.L. Rios.

« Effects of naturally occurring dihydroflavonols from *Inula viscosa* on inflammation and enzymes involved in the arachidonic acid metabolism ». *Life sciences journal*, 2007.

[84] site web: <http://www.inulave.com>.

[85] G. Miguel, L. Faleiro, C. Cavaleiro, L. Salgueiro, J. Casanova.

« Susceptibility of *Helicobacter pylori* to Essential Oil of *Dittrichia viscosa* subsp ». *Revolute. Phototherapy research*, 22, 259–263, 2008.

[86] **J. Kattouf, M. Belmokhtar, H. Harnafi, H. Mekhfi, A. Ziyat, M. Azizz, M. bnouham, A. Legssyer.**

« Effet antihypertenseur des feuilles d’*Inula viscosa* », *Phytothérapie* 7: 309–312, 2009.

[87] **O.Danino, H.E.Gottlie, S.Grossman, M.Bergman.**

« Antioxidant activity of 1, 3-dicaffeoylquinic acid isolated from *Inula viscosa* ». *Food Research International* 42. 1273–1280. 2009.

[88] **Tulay As,kin C, elik and Ozlem Sultan Aslanturk.**

« Evaluation of Cytotoxicity and Genotoxicity of *Inula viscosa* Leaf Extracts with *Allium Test* », *Hindawi Publishing Corporation Journal of Biomedicine and Biotechnology*, 189252, 8, 2010.

[89] **I. E. Haoui , R. Derriche, L. Madani , Z. Oukali .**

« Analysis of the chemical composition of essential oil from Algerian *Inula viscosa* (L.) ». *Aiton Arabian Journal of Chemistry*, 2011.

[90] **E. Mamoci, I. Cavoski , M. F. Andres, C. E. Díaz , A. G.Coloma.**

« Chemical characterization of the aphid antifeedant extracts from *Dittrichia viscosa* and *Ferula communis* », *Biochemical Systematics and Ecology* 43, 101–107, 2012.

[91] **R. B. Najefi , G. Asghari & A. Abbas.**

« Antimicrobial Activities of Phenolic and Non-phenolic Fractions of *Inula viscosa* (L) Extract », *Journal of Biologically Active Products from Nature*, 1 :5-6, 325-331, 2013.

[92] **P. Trambouze, J.P. Wauquier**

« Le développement des procédés de raffinage et pétrochimie », *Edt.bordas,paris*. 1988.

[93] **D.A. Sasmaz.**

« Evaluation of the diffusion coefficient of rapeseed oil during solvent extraction with hexane », *Vol.73.1996*.

[94] **R. Bugarel, M. Hemati.**

« Notes de cours de transfert de matière », *ENSIGC. Toulouse* ,1988.

[95] **M.F. Hedrache.**

« Modélisation du transfert de matière par entraînement à la vapeur d’eau des huiles essentielles », *mémoire de master, département génie chimique, de l’école nationale polytechnique d’Alger*, 2014.