



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de

La Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Génie Chimique



*Extraction et analyse de l'huile essentielle
de Salvia officinalis L.*

Proposé et dirigé par :

M^{me} S. CHARHARI

M^r E. H. BENYOUSSEF

Étudié par :

M^{elle} N. LAZLI

M^rO. BENSELMA

PROMOTION JUIN 2007

Dédicaces

À mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance. J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance et tout mon amour.

À mon frère et mes sœurs : Khaled, Nouzha et Salima

À mes beaux frères.

À ma meilleure amie : Amina.

À tous mes amis.

Je dédie ce mémoire

Nassiba LAZLI

Dédicaces

À mes très chers parents pour leur amour et sacrifices

À mes frères et sœurs

À mes oncles et tantes

À mes cousins

À tous mes amis

REMERCIEMENTS

Cette étude a été réalisée au laboratoire de valorisation des énergies fossiles, dans le cadre des travaux de recherche de l'équipe de valorisation des espèces végétales, sous la direction de Pr. E-H. BENYOUSSEF et Pr. S. CHARCHARI.

Nous tenons à témoigner notre profonde reconnaissance à Monsieur E.H BENYOUSSEF, Professeur à l'ENP et M^{me} S. CHARCHARI, Professeur à l'ENP, pour nous avoir confiés ce sujet ; mais aussi pour les encouragements, conseils précieux, et les orientations qu'ils nous ont prodigués sans lesquels ce travail n'aurait pas pu aboutir.

Qu'ils trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Madame F. SOUABI Maître de Conférences, de nous avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury.

Ainsi Que Madame C. BOUTEKEJIRET Professeur à ENP,

Monsieur T. AHMED- ZAID Maître de Conférences à ENP,

Trouvez l'expression de nos vifs remerciements pour avoir accepté d'être membre de notre jury.

Extraction et analyse de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

Résumé : Ce travail porte sur l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. L'influence de la période de végétation et de l'organe de la plante traité sur l'évolution du rendement en huile, en fonction du temps, a été étudiée. Les essais d'extraction de l'huile, effectués à l'échelle semi-pilote ont permis, d'une part de conforter les résultats de l'étude cinétique obtenus à l'échelle laboratoire et, d'autre part de récupérer les huiles primaire et secondaire. L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des huiles extraites de deux lots de plante, a permis d'identifier leurs principaux constituants et de mettre en évidence deux chémotypes de *Salvia officinalis* L., dont l'un est inédit.

Mots clés: Huile essentielle, *Salvia officinalis* L., entraînement à la vapeur d'eau, cinétique, chémotypes.

Extraction and analysis of the essential oil of *Salvia officinalis* L.

Summary:

This work concerns the extraction by training in the steam of the essential oil of *Salvia officinalis* L. The influence of the period of vegetation and the organ of the plant treated (handled) on the evolution of oil yield, according to time, was studied. The tries of extraction of the oil, made in the semi-experimental scale allowed, on one hand to consolidate the results of the kinetic study obtained in the laboratory scale, on the other hand to get back primary and secondary oil. The analysis by chromatography in gaseous phase of oil extracted from two prizes (lots) of plant, allowed to identify their main constituents and to bring to light two chemotypes of *Salvia officinalis* L., among one which is unpublished.

Keywords: essential Oil, *Salvia officinalis* L., training in the steam, kinetic, chemotypes.

استخلاص و تحليل الزيوت الأساسية لنبات المريمية ملخص:

يتطرق هذا العمل إلى دراسة استخلاص الزيوت الأساسية بواسطة بخار الماء لنبات المريمية، وتأثير مختلف مراحل تطور النبات و أجزاءه " الأوراق، الساق،...." على مردود عملية الاستخلاص. تجارب استخلاص الزيوت التي أجريت على المستوى الصناعي أكدت لنا نتائج الدراسة الحركية المحصلة عليها في المختبر من جهة و مكننا من الحصول على الزيوت الأساسية الأولية و الثانوية من جهة أخرى.

تحليل الزيت المستخلص من هذا النبات و الذي جلب من حوضين مختلفين سمح لنا الأساسية و مكننا من معرفة أن المكونات تختلف من حوض إلى آخر بتحديد مكوناته مما يعني أنه لدينا صنفين كيميائيين مختلفين لنبات المريمية.

الكلمات المفتاحية: الزيوت الأساسية، نبات المريمية، إنجذاب بواسطة بخار الماء، حركية، صنف كيميائي.

Glossaire

Abaxial : face opposée à l'axe ; dans une feuille c'est sa face inférieure.

Adaxial : face qui regarde l'axe ; dans une feuille c'est la face supérieure.

Absinthe : L'absinthe (*Artemisia absinthium* L.) est une plante de la famille des Astéracées, et aussi une liqueur à base de cette plante.

Acetylcholine : neurotransmetteur présent à la fois dans le système nerveux central et dans les jonctions entre nerfs moteurs et muscles.

Antispasmodique : Substance qui combat les contractions musculaires en provoquant le relâchement des fibres musculaires.

Antisudoral: substance, traitement qui agit contre la transpiration.

Antiphlogistique : Qui calme les inflammations (anti-inflammatoire).

Antiseptique : un antiseptique est une substance qui tue ou prévient la croissance de bactéries sur les surfaces externes du corps. Ils sont à distinguer des antibiotiques qui agissent de même à l'intérieur du corps, et des désinfectants qui opèrent sur des objets inanimés tels des instruments médicaux.

Antifongique: un antifongique est un médicament qui tue les champignons.

Emménagogue : qui provoque ou régularise le flux menstruel.

Flavonoïdes : composés phénoliques présents dans de nombreuses plantes (graines, peau des fruits, fleurs,...). Ils possèdent des actions antibactériennes, anti inflammatoires, antiallergiques, antivirales,... Les différentes classes (flavones, flavanols, anthocyanes, isoflavone,...) sont obtenues par les ajouts de groupement hydroxyde, méthyls, des sucres ou des oxygènes.

Rancissement : des matières grasses est une oxydation des acides gras en acide butyrique et radicaux libres peroxydes. Les radicaux libres sont très actifs chimiquement et produisent un effet boule de neige en s'attaquant à leur tour aux acides gras, le rancissement modifie la qualité organoleptique des aliments.

Trichome : Poils situés à la surface des organes aériens de la plante et dont les cellules sécrètent notamment des huiles essentielles, des résines ou des gommés.

Liste des abréviations

t : Temps d'extraction.

D : Débit de vapeur d'eau.

V : Volume.

Rs : Rendement par rapport à la matière végétale sèche.

M_h : Masse de la matière végétale humide.

HE : Huile essentielle.

H : Taux d'humidité.

AFNOR : Association Française de Normalisation.

m_{HE} : Masse de l'huile essentielle.

M_s : Masse de la matière végétale sèche.

R_h : Rendement par rapport à la matière végétale humide.

t_R : Temps de rétention.

Sommaire

Introduction	1
---------------------------	---

PARTIE I

Chapitre I.1 : La matière végétale

I.1.1. Description	...2
I.1.2. Historique4
I.1.3. Culture et récolte	..4
I.1.4. Principaux constituants4
I.1.5. Usages et effets biologiques de la sauge	..5
I.1.5.1. Usages dans le domaine pharmaceutique, culinaire, et cosmétologique	...7
I.1.5.2. Effets biologiques	..7
. . . structure sécrétrice d'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L8

Chapitre I.2 : Travaux antérieurs relatifs à huile essentielle de la sauge

I.2.1. Chémotypes de <i>Salvia officinalis</i> L	10
I.2.2. Propriétés physico-chimiques d'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L	12
. . . Propriétés biologiques de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L	..13

Chapitre I.3 : Extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau

. . . le procédé d'entra nement à la vapeur d'eau	..15
I.3.1.1. Principe15
I.3.1.2. Mécanisme	...15
I.3.2. Paramètres du procédé de l'entra nement à la vapeur d'eau	...17
I.3.2.1. Débit de vapeur	17
. . . . a durée d'extraction	..17
I.3.2.3. La température du distillat	..17
I.3.2.4 Rendement en huile essentielle17
I.3.2.5. Courbes de distillation	
I.3.2.5.1. Courbes de distillation totale	..18
I.3.2.5.2. Histogrammes	..18

I.3.3. Avantages et inconvénients du procédé	...18
--	-------

PARTIE II

Chapitre II.1 : Extraction de l'huile essentielle à l'échelle laboratoire

II.1.1 Appareillage	..20
II.1.2. Protocole expérimental	21
. Détermination des conditions opératoires d'extraction	. 21
II.1.3.1. Détermination du débit de vapeur	.21
II.1.3.2. Détermination de la masse de matière végétale à traiter	..22
. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L	22
II.1.4.1. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle des échantillons de plante correspondant aux différentes périodes du cycle végétatif	.23
. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de <i>Salvia officinalis</i> L	..23
. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des boutons floraux	.26
II.1.4.1.3. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de tiges, de feuilles et des fleurs de <i>Salvia officinalis</i>	27
II.1.4.2. Influence de la période de végétation sur le rendement et la cinétique d'extraction de l'huile essentielle29
. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle des différentes organes constituant les parties aériennes de <i>Salvia officinalis</i> L	30
. Contribution des différents organes à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de <i>Salvia officinalis</i> L	.32
. Contribution des fleurs à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des fleurs de la <i>Salvia officinalis</i> L	..33

Chapitre II.2 : Extraction de l'huile essentielle à l'échelle semi pilote

. . . nstallation d'extraction solide fluide34
II.2.2. Protocole expérimental	. 35
. . . inétique d'extraction à l'échelle semi pilote	..36
. . . écupération des huiles primaire et secondaire à l'échelle semi pilote	38
Chapitre II.3 : Analyse de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L.	
II.3.1. La chromatographie en phase gazeuse	...40
II.3.2. Conditions opératoires	41
II.3.3. Identification des constituants des huiles essentielles de <i>Salvia officinalis</i> L	41
Conclusion	.49

Liste des figures

Figure 1 : Vue d'ensemble de <i>Salvia officinalis</i> L	.2
Figure 2 : Feuilles de <i>Salvia officinalis</i> L	.3
Figure 3 : Fleurs de <i>Salvia officinalis</i> L	.3
Figure 4 : Structure sécrétrice de <i>Salvia officinalis</i> L	...9
Figure 5 : Dispositif expérimental utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L par entraînement à la vapeur d'eau	. .20
Figure 6 : Evolution du rendement en huile, en fonction du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, de l'huile essentielle à partir d'un échantillon de feuilles et de tiges de <i>Salvia officinalis</i> L.	.24
Figure 7 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, en fonction du temps	.25
Figure 8 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des boutons floraux	27
Figure 9 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. fleurie	...28
Figure 10 : Courbes cinétiques relatives à l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle des échantillons de <i>Salvia officinalis</i> L. correspondant aux différents stades végétatifs	.29
Figure 11 : Evolution du rendement au cours du temps lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, de l'huile essentielle à partir d'échantillons des feuilles des tiges, et des fleurs, de <i>Salvia officinalis</i> L traités séparément	30
Figure 12 : Contribution des différents organes à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de <i>Salvia officinalis</i> L	32
Figure 13 : Contribution des fleurs à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des fleurs de la <i>Salvia officinalis</i> L	.33
Figure 14 : Schéma de l'installation d'extraction solide - liquide	..34

Figure 15 : Evolution du rendement en huile essentielle, en fonction du temps lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de <i>Salvia officinalis</i> L. à l'échelle semi pilote	36
Figure 16 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle à l'échelle semi pilote, en fonction du temps	37
Figure 17 : Evolution du rendement d'extraction aux échelles semi pilote et laboratoire au cours du temps	38
Figure 18 : Profil chromatographique de l'huile primaire de <i>Salvia officinalis</i> L	42
Figure 19 : Profil chromatographique de l'huile secondaire de <i>Salvia officinalis</i> L	43
Figure 20 : Profil chromatographique de l'huile essentielle extraite à partir des feuilles de <i>Salvia officinalis</i> L	45
Figure 21 : Profil chromatographique de l'huile essentielle extraite à partir des fleurs de <i>Salvia officinalis</i> L	46

Liste des tableaux

Tableau 1: Eléments nutritifs de la sauge5
Tableau 2 : Composition chimique de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. provenant d'Algérie, d'Ibanie, de l'Almatie et d'Espagne	.11
Tableau 3 : Composition chimique de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. provenant d'Algérie	..12
Tableau 4 : Caractéristiques physiques des huiles essentielles de <i>Salvia officinalis</i> L	..13
Tableau 5 : Caractéristiques physico - chimiques des huiles essentielles de <i>Salvia officinalis</i> L	... 13
Tableau 6 : Débit de vapeur traversant le dispositif expérimental d'entraînement à la vapeur d'eau à échelle laboratoire21
Tableau 7 : Influence de la masse de matière végétale à traiter sur le rendement en huile essentielle	. .22
Tableau 8 : Evolution du rendement au cours du temps lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de <i>Salvia officinalis</i> L	.. 23
Tableau 9 : Variations du débit de la vapeur d'eau, en fonction du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle des feuilles et des tiges	... 25
Tableau 10 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des boutons floraux26
Tableau 11: Variations du débit de la vapeur d'eau, en fonction du temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle à l'échelle semi pilote37
Tableau 12: Rendements en huiles primaire et secondaire	...39
Tableau 13: Constituants identifiés dans les huiles primaire et secondaire de <i>Salvia officinalis</i> L	.44
Tableau 14 : Constituants identifiés dans les huiles essentielles extraites des feuilles et des fleurs de <i>Salvia officinalis</i> L	...47

INTRODUCTION

La mise en œuvre de l'extraction des huiles essentielles est confrontée, entre autres, au problème de leur faible teneur dans la matière végétale. Par conséquent, des solutions technologiques, permettant la récupération aussi complète que possible d'une huile de bonne qualité, sont à rechercher même lorsqu'il s'agit du plus ancien des procédés d'extraction des huiles essentielles à partir des végétaux à savoir, l'entraînement à la vapeur d'eau. Si cette technique extractive a gardé, au cours des siècles, son principe de base, la recherche dans ce domaine s'est orientée vers la maîtrise des paramètres liés aussi bien aux particularités de la matière végétale à traiter, qu'au procédé lui-même.

Dans ce contexte, nous avons entrepris l'étude de la cinétique d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

La première partie de ce travail consiste en une étude bibliographique, relative à la description de la matière végétale, aux travaux antérieurs concernant son huile essentielle et aux procédés d'extraction des huiles essentielles.

La seconde partie, traite de la cinétique d'extraction, à l'échelle du laboratoire, des parties aériennes de la plante, récoltées à différentes périodes du cycle végétatif, d'une part, et des différents organes du végétal, d'autre part.

Par ailleurs, les résultats des essais d'extraction à l'échelle semi pilote relatifs à l'étude cinétique et à la récupération des huiles primaire et secondaire, y sont présentés.

Enfin, la dernière partie de cette étude est consacrée à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse, des échantillons d'huile essentielle extraite, à l'échelle du laboratoire, des différents organes de la plante et des huiles essentielles primaire et secondaire extraites à l'échelle semi - pilote.

PARTIE I

Etude bibliographique

- **Chapitre I.1** : La matière végétale.
- **Chapitre I.2** : Travaux antérieurs relatifs à huile essentielle de la sauge.
- **Chapitre I.3** : Extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau.

CHAPITRE II

La matière végétale

I.1.1. Description

La sauge, est une plante aromatique de la famille Lamiaceae, qui comprend plus de 700 espèces, réparties dans le bassin méditerranéen, le sud de l'Europe, l'Asie Mineure, l'Amérique centrale et du Sud [1]. Parmi les différentes espèces de sauge on peut citer: *Salvia aegyptiaca* L., *Salvia aethiopsis* L., la sauge d'Éthiopie, *Salvia Africana* L., *Salvia albocaerulea* Linden, *Salvia algeriensis* Desf., *Salvia amarissima* Ortega, *Salvia amplexicaulis* Lam., *Salvia apiana* Jeps., *Salvia argentea* L., *Salvia aurea* L., *Salvia austriaca* Jacq., *Salvia axillaris* Moc. & Sessé ex Benth., *Salvia azurea* Lam., *Salvia bertolonii* Vis., *Salvia biflora* Ruiz & Pav., *Salvia bowleyana* Dunn., *Salvia broussonetii* Benth., *Salvia buchananii* Hedge, *Salvia bulleyana* Diels, *Salvia campanulata* Wall. ex Benth., *Salvia canariensis* L. *Salvia officinalis* L [2].

La figure 1 présente une vue d'ensemble de *Salvia officinalis* L., objet de cette étude.



Figure 1: Vue d'ensemble de *Salvia officinalis* L [2]

Salvia officinalis L., est un sous-arbrisseau atteignant 70 cm de hauteur, vivace, très ramifié, devenant ligneux à sa partie basale, dont les tiges forment des rameaux quadrangulaires dressés et velus [3].

Les feuilles, épaisses, oblongues, de couleur gris-vert, en raison d'une pubescence cotonneuse sur la face inférieure, ont une odeur caractéristique. Chaque année, les rameaux se dessèchent, laissant les inférieurs persistants. Le limbe est souvent auriculé à la base [3].



Figure 2 : Feuilles de *Salvia officinalis* L. [2]

Les fleurs d'environ 2 cm de long, de couleur bleu rose lilas, visibles de mai à août, sont grandes, groupées à la base des feuilles supérieures et l'ensemble forme de grands épis. La corolle est tubuleuse, garnie à la base d'un anneau de poils, et la lèvre supérieure est presque droite [3].



Figure 3 : Fleurs de *Salvia officinalis* L [2]

La racine de la sauge est brunâtre et fibreuse. Son odeur est fortement balsamique, de saveur aromatique chaude, amère et astringente [3].

I.1.2. Historique

Le terme « sauge », qui est apparu au XIII^e siècle, vient du latin *Salvia*, dérive du verbe *salvere*, signifiant guérir, par allusion aux propriétés médicinales alléguées à la plante [1]. La sauge était une des plantes salvatrices du Moyen Âge. Reconnue par les Chinois, ces derniers n'hésitaient pas à échanger leurs feuilles de thé les plus précieuses contre des feuilles de sauge. Louis XIV en avait même fait sa tisane d'élection et s'en servait à tout propos. Les Grecs, les Romains et les Arabes l'employaient communément comme tonique et en compresse contre les morsures de serpent. Au XVI^e siècle, le botaniste Jacob Tabernaë-Montanus raconte que les femmes égyptiennes avaient l'habitude de boire du jus de sauge pour accroître leur fertilité [4].

Au XVIII^e siècle, on roule les feuilles de sauge comme des cigarettes. Tous les asthmatiques se mettaient à fumer de la sauge dès l'apparition du premier pollen printanier. La plante était associée avec l'immortalité et la longévité. Certains groupes d'Amérindiens mélangeaient la sauge avec de la graisse d'ours pour guérir les problèmes de peau. On a aussi utilisé la plante pour traiter les verrues [4].

I.1.3. Culture et récolte

La sauge demande un sol sablonneux ou graveleux, qui s'égoutte bien, neutre ou légèrement alcalin et une exposition ensoleillée ou semi ombragée. La première année, on pince les pointes à quelques reprises, afin de favoriser la croissance de rameaux secondaires. Les années subséquentes, il faut les rabattre de moitié, tard au printemps ou au début de l'été. La récolte des feuilles se fait du printemps à l'automne, aussi fréquemment qu'on le désire, toujours par temps sec pour effectuer un séchage à l'ombre rapide. Dans les régions très froides, les plantes doivent être protégées à l'aide d'un paillis. La plante fleurira à compter de la seconde année. Il faut renouveler la plantation tous les quatre ou cinq ans [1].

I.1.4. Principaux constituants

La cellule végétale est le siège de la biosynthèse des composés fondamentaux de la matière vivante que sont les protéines, les lipides, les sucres... Elle est capable de coordonner les multiples réactions enzymatiques conduisant à la production d'huiles essentielles. Certaines cellules prennent en charge ces biosynthèses et également le stockage des métabolites formés. Il s'agit là de tout un ensemble de réactions biochimiques participant à la vie des plantes : respiration, photosynthèse, etc... [5].

La composition d'une « portion » de sauge, correspondant à 2g de sauge moulue dans 15 ml d'eau, publiée dans le fichier canadien sur les éléments nutritifs [1], est donnée dans le Tableau 1 suivant.

Tableau 1: Eléments nutritifs de la sauge

Protéines	0,2 g
Glucides	1,2 g
Lipides	0,3 g
Fibres alimentaires	0,8 g

Par ailleurs, la sauge contient aussi :

- 1 à 2,5% d'huile essentielle, généralement située dans les feuilles de la sauge. Sa composition varie en fonction de lieux et la période de végétation et est à l'origine de la définition de différents chemotypes, selon la teneur des constituants majoritaires ;

- 2 à 6% de tanins, avec comme constituant majeur l'acide rosmarinique ;

- Des diterpènes, tels le carnosol, ou picrosalvine, formé à partir de l'acide carnosolique lors du séchage et du stockage, le rosmanol, l'isorosmanol, le saffcinolide etc...

- 1 à 3% de flavonoïdes, ce sont des dérivés de la lutéoline et de l'apigénine, ainsi que des glycosylflavones comme le caféyl-fructosylglucoside, le caféyl-apiosylglucoside etc... Ils sont considérés comme responsables des propriétés antioxydantes des feuilles de sauge [3].

I.1.5. Usages et effets biologiques de la sauge

I.1.5.1. Usages dans le domaine pharmaceutique, culinaire, et cosmétologique

Connue depuis l'Antiquité égyptienne, la sauge est restée célèbre à travers les siècles : c'est l'*Herba sacra* des latins. Elle fut appréciée par Dioscoride, puis par Galien, pour ses vertus emménagogues et toniques. Véritable panacée au Moyen Age, la sauge fut protégée par les Capitulaires de Charlemagne et jouissait de ses multiples propriétés: stimulante, digestive, antispasmodique, tonique, emménagogue, antihémorragique, antidiarrhéique, antisudorale... La drogue est employée de nos jours comme antiphlogistique, dans les inflammations buccales et pharyngées, dans les gingivites, les stomatites, sous forme

de gargarisme, mais aussi comme tisane dans les troubles digestifs, les ballonnements, les colites, et les diarrhées [3].

En médecine traditionnelle, la sauge, grâce à ses propriétés oestrogéniques et en raison de ses propriétés antigalactogènes, est utilisée pour arrêter la lactation. Une activité hypoglycémiante est décrite, ainsi que des propriétés emménagogues, probablement en liaison avec la présence dans l'huile essentielle de la thuyone, une cétone monoterpénique que l'on rencontre aussi chez le thuya, l'absinthe et la tanaïsie, plantes qui ont une réputation analogue et dont les huiles essentielles sont même abortives et considérées comme toxiques [3].

La tisane de sauge est efficace pour faciliter la digestion, relever les forces de l'estomac et de l'intestin, calmer les vomissements spasmodiques, activer les fonctions circulatoires et cutanées. On l'emploie aussi contre la diarrhée, les ballonnements et la transpiration nocturne [6].

La sauge se montre également fortifiante, réparatrice des troubles circulatoires. Son essence, riche en thuyone, est toxique et convulsivante. L'eau saturée d'huile essentielle de sauge se montre un spasmolytique neurotrope, inhibant le spasme acétylcholinique du duodénum de rat. A cette action, la sauge ajouterait des vertus oestrogènes et une activité antigonadotrophique. Elle a aussi des vertus bactéricides liées à la présence d'un acide diterpénique, la salvine et de son ester monométhyle [7].

Aux USA elle est toujours utilisée pour ses vertus médicinales, notamment en infusion comme bain de bouche et en gargarisme contre l'inflammation douloureuse de la gorge. Le gargarisme est utilisé aussi contre le saignement des gencives et pour prévenir la salivation excessive. L'infusion est une excellente lotion pour les ulcères et pour noircir les cheveux [8].

Les feuilles servent en cuisine à parfumer les viandes surtout le gibier, quelques feuilles glissées dans les aliments gras tels que les farces et les ragoûts leur donnent une saveur piquante, très appréciée, on en rajoute aussi dans les bouillons et dans les vinaigres aux fines herbes [9].

La sauge est une épice très utilisée, surtout pour la charcuterie. Elle possède des propriétés antioxydantes, vérifiées par Herrmann en 1962 [9], qui les attribue à l'acide rosmarinique, mais la picrosalvine qui possède deux hydroxyles phénoliques en ortho, pourrait également intervenir.

Par ailleurs, la sauge est utilisée pour ses propriétés antioxydantes, retardant ou inhibant le rancissement des corps gras, et pour ses propriétés antiseptiques, d'où son emploi bien connu en charcuterie. Son huile essentielle est effectivement bactéricide vis-à-vis de germes gram positif et gram négatif (*Bacillus subtilis...*), mais aussi antifongique vis-à-vis de *Candida sp.* et d'*Aspergillus flavus*. De même, l'activité antivirale des feuilles de sauge et de certains extraits est attribuée à l'huile essentielle. Les effets antimutagènes de quelques terpénoïdes de la sauge ont été mis en évidence [3]. L'extrait aqueux inhibe l'enzyme responsable d'une activité collagénolytique de *Porphyromonas gingivalis*, tandis que la fraction diterpénique est antivirale vis-à-vis des agents de la stomatite vésiculaire. L'acide rosmarinique est également un inhibiteur de la formation de la plaque dentaire [3].

La sauge est une excellente source de vitamine K. Cette vitamine nécessaire, entre autres, à la coagulation du sang, peut être fabriquée par l'organisme et se trouve dans certains aliments. Les gens prenant des médicaments anticoagulants, par exemple, doivent adopter une alimentation dans laquelle le contenu en vitamine K est relativement stable d'un jour à l'autre [1].

La sauge est une source de fer pour l'homme, mais pas pour la femme. Ce minéral est essentiel au transport de l'oxygène et à la formation des globules rouges dans le sang. Il joue aussi un rôle dans la fabrication de nouvelles cellules, hormones et neurotransmetteurs [1].

I.1.5.2. Effets biologiques

Lima et coll. [10] ont démontré que la consommation d'infusions de sauge séchée pendant deux semaines par les rongeurs augmentait de façon significative l'activité d'une enzyme antioxydante produite par le foie. L'effet potentiellement bénéfique sur le foie, que confère aux animaux l'infusion de sauge, mérite d'être davantage exploré dans de futures études.

Ninomiya et coll. [11], ont étudié les effets d'un extrait aqueux de feuilles de sauge sur les lipides sanguins et montré que sa consommation diminue les triglycérides chez l'animal. Rappelons que les triglycérides sont des lipides en circulation dans le sang et qu'ils peuvent devenir un facteur prédisposant à la maladie cardiovasculaire, lorsqu'ils sont présents en grande quantité. Les auteurs de cette étude ont identifié plusieurs composés actifs dans la sauge, mais seul l'acide carnosique a montré un effet hypotriglycéridémiant. Ces résultats devront être validés chez l'humain.

Une récente étude menée par Akhondzadeh et coll. [12] a rapporté que les extraits de sauge, administrés pendant quatre mois à des personnes âgées atteintes de la maladie d'Alzheimer, améliorent les fonctions cognitives et diminuent l'agitation, comparativement aux personnes ayant reçu un placebo.

La sauge serait efficace pour le traitement des cas légers et modérés de la maladie. Les mécanismes proposés pour expliquer ces effets comprennent l'amélioration de la transmission de l'influx nerveux dans le cerveau, ainsi que la diminution du stress oxydatif et des réactions inflammatoires [13].

Dans le cadre d'une étude exploratoire, effectuée par Alarcon-Aguilar et coll. [14] chez l'animal, les auteurs ont constaté que l'administration d'un extrait aqueux de sauge a diminué jusqu'à 30 % la glycémie (taux de glucose dans le sang) de souris modérément diabétiques et non diabétiques. Chez les souris, ayant un diabète grave, la sauge n'a pas eu d'effet hypoglycémiant significatif, démontrant ainsi que l'extrait de sauge requiert la présence d'insuline pour exercer une régulation à la baisse du glucose sanguin. Il n'a pas été possible, dans les limites de cette étude, d'identifier les composés actifs responsables des effets observés et encore moins de transposer les résultats chez l'humain.

Enfin, Campanella et coll. [15] ont montré que la capacité antioxydante de la sauge a été la plus élevée parmi six fines herbes étudiées. L'acide carnosique et l'acide rosmarinique seraient les principaux composés antioxydants retrouvés dans la sauge.

I.1.6. Structure sécrétrice d'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

La synthèse et l'accumulation des huiles essentielles s'effectuent dans de structures histologiques spéciales, différenciées et variables suivant la famille. Chez la famille des Lamiacées, ce sont les trichomes glandulaires qui forment les structures de sécrétion et de concentration de l'huile essentielle [16].

Deux principaux types de trichomes glandulaires sont présents sur les surfaces abaxial et adaxial des feuilles de *Salvia officinalis* L. avec des densités plus élevées sur la surface abaxial, comme montré à la figure 4:

- les glandes flagelles: composées d'une tige multicellulaire, de 2 à 3 cellules, avec une tête bulbeuse, constituée d'une seule cellule sécrétrice, avec un compartiment subcuticulaire agrandi dans lequel s'accumule l'huile ;
- les glandes ciliées: composées d'une cellule de base, d'une tige unicellulaire et de têtes superposées pouvant contenir, d'une à plusieurs cellules.

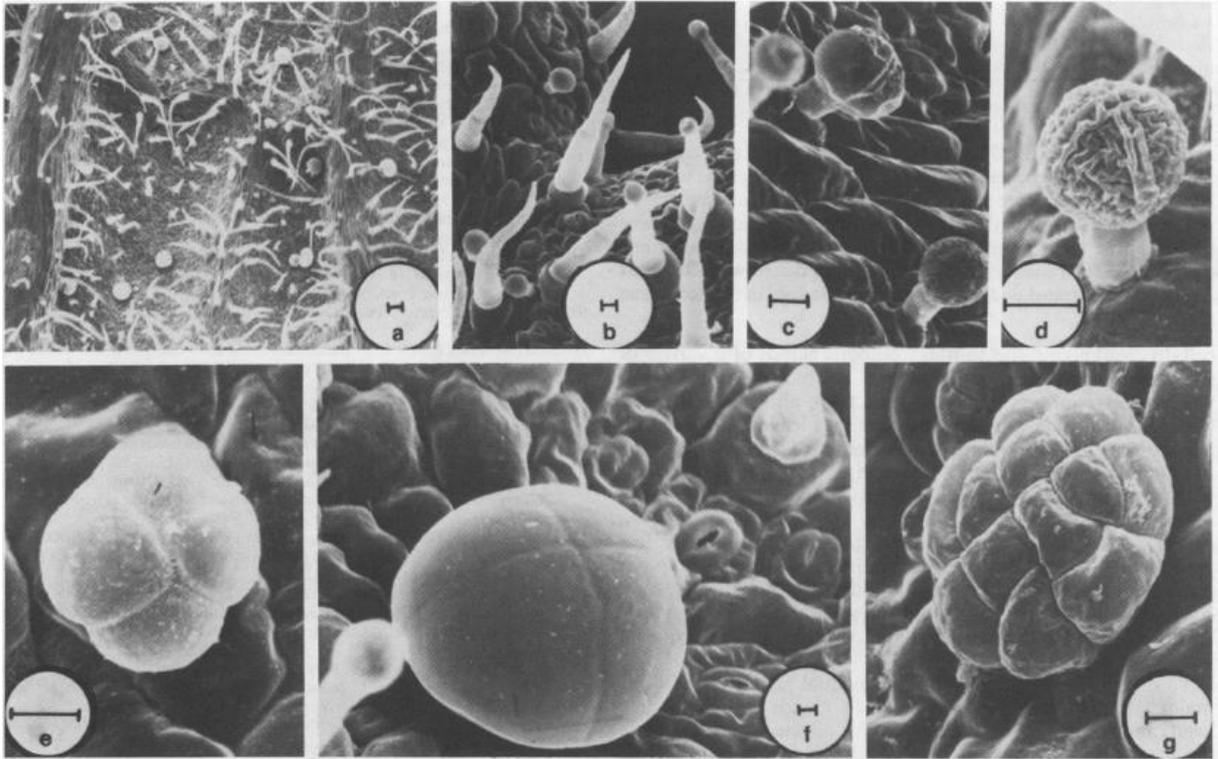


Figure 4 : Structure sécrétrice de *Salvia officinalis* L.[16]

Les photos de la figure 4 montrent des champs avec les deux types de trichomes glandulaires comme ils apparaissent à la surface de la feuille. L'accumulation de l'huile essentielle à la surface des feuilles de sauge, s'effectue principalement dans l'espace subcuticulaire, suivant une abondance variable.

CHAPITRE 12

Travaux antérieurs relatifs à l'huile
essentielle de la sauge

En raison de ses multiples applications dans les domaines les plus variés, cosmétique, pharmaceutique et alimentaire, l'huile essentielle issue des parties aériennes de *Salvia officinalis* L. a donné lieu à de nombreuses études sur sa composition chimique, ses propriétés physico-chimiques et biologiques.

I.2.1. Chémotypes de *Salvia officinalis* L.

Plusieurs études ont montré que pour une même variété botanique il existe plusieurs chémotypes, c'est-à-dire, des plantes appartenant à la même espèce fournissent des huiles essentielles de compositions différentes. La variabilité chimique de l'huile essentielle est d'origine génétique, mais elle dépend aussi d'autres facteurs [17]:

- Biotope, variabilité due à l'environnement dans lequel évolue la plante, tel que la composition du sol et les conditions climatiques : l'ensoleillement, la température, la pluviométrie etc...
- Organe de la plante : feuille, tige, fleur, racine, écorce
- Période de végétation
- Mode et durée de stockage

La composition chimique des huiles essentielles de *Salvia officinalis* L. provenant de différents pays a été étudiée et publiée dans des monographies [18, 19]. En 1990, sur la base de l'ensemble des travaux publiés, relatifs à la composition de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L., cinq types chimiques, ou chémotypes ont été définis, en fonction de la teneur de ses constituants majoritaires [20] :

- 1) Camphre > α -thuyone > 1-8 cinéol > β -thuyone.
- 2) Camphre > α -thuyone > β -thuyone > 1-8 cinéol.
- 3) β -thuyone > camphre > 1-8 cinéol > α -thuyone.
- 4) 1-8 cinéol > camphre > α -thuyone > β -thuyone.
- 5) α -thuyone > camphre > β -thuyone > 1-8 cinéol.

Dans ces chémotypes, quatre composés se partagent les teneurs les plus élevées. Cependant, le rendement et la composition chimique de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L varie selon les organes composant la plante (feuilles, tiges et fleurs), les périodes de végétation et les sites de culture [21, 22].

A titre d'exemple, dans le tableau 2 sont présentés les teneurs des constituants majoritaires des huiles essentielles en provenance d'Algérie, d'Albanie, de Dalmatie et d'Espagne.

Tableau 2 : Composition chimique de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. provenant d'Algérie, d'Albanie, de Dalmatie et d'Espagne

Composé	Algérie [23]	Albanie [24]	Dalmatie [24]	Espagne [24]
1,8 cinéol	15,46	8.20	12.00	9.65
α -thuyone	19,91	23.40	37.15	30.15
β -thuyone	9,03	3.45	14.20	4.10
Camphre	16,83	22.45	12.30	13.80

On constate que ces huiles essentielles appartiennent au chémotype à α -thuyone.

Plus tard, en 1999, la composition de l'huile commerciale de *Salvia officinalis* L. a été réglementée par norme ISO 9909, comme suit :

		α -Humulène	0-12,0
α -thuyone	18,0-43,0	α -thuyène	1,0-6,5
β -thuyone	3,0-8,5	Camphène	1,5-7,0
Camphre	4,5-24,5	Limonène	0,5-3,0
1,8-Cinéol	5,5-13,0	Acétate de bornyle	< 2,5

Cette norme [25] couvre la presque totalité des huiles essentielles de *Salvia officinalis* L. étudiées jusqu'alors.

Cependant une étude récente [26], menée sur la composition chimique de l'huile essentielle des parties aériennes de sauge poussant dans l'algérois, rapporte une composition assez particulière et donnée dans le tableau suivant:

Tableau 3 : Composition chimique de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. provenant d'Algérie.

Nom du composé	Temps de rétention tR (mn)	Teneur relative (%)
1,8- cinéol	16,71	1,25
α - thuyone	25,90	5,91
β -thuyone	26,09	2,93
Camphre	30,04	7,37
Caryophylène	33,70	9,74
α - humulène	35,37	7,68
Bornéol	36,85	4,47
Germacrène D	37,70	1,09
Oxyde de caryophylène	47,60	1,50
Viridiflorol	50,90	11,21
Manool	78,37	17,76

Cette composition laisse supposer qu'il s'agit d'un nouveau chémotype de *Salvia officinalis* L. ou le constituant majoritaire serait le manool.

Par ailleurs, en 1997, Venskutonis [27], a étudié l'effet du séchage sur les constituants volatils de la sauge. Il a remarqué que ces derniers ne changent pas de concentration après une congélation ou un séchage au four à 30° C. Cependant les teneurs de ces composés changent après un séchage au four à 60° C. Ceci est dû à la volatilité et à l'instabilité thermique des constituants.

I.2.2. Propriétés physico-chimiques d'huile essentielle de *Salvia officinalis* L

Les huiles essentielles sont des substances liquides à température ambiante, de consistance huileuse mais non grasse, volatiles, rarement colorées. Elles sont solubles dans les huiles végétales et dans l'alcool jusqu'à un certain pourcentage, mais très peu solubles dans l'eau [28]. Généralement, leurs densités sont, pour la plupart, inférieures à l'unité [29].

Les propriétés physiques d'une espèce chimique constituent, en quelque sorte, sa carte d'identité. Pour le contrôle, la purification et l'identification des substances organiques surtout liquides, on utilise souvent l'indice de réfraction. Le pouvoir rotatoire est une propriété qui nous renseigne sur l'activité optique d'une substance [30]

Une étude bibliographique nous a permis de rapporter, dans les tableaux 3 et 4, quelques caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles de *Salvia officinalis* L.

Tableau 4 : Caractéristiques physiques des huiles essentielles de *Salvia officinalis* L.

Caractéristiques physiques	Algérie [23]	Amérique [21]	Dalmatie [21]	Norme [31]
Densité	0,926	0,922-0,926	0,915-0,927	0,910-0,930
Indice de réfraction	1,4676	1,4699-1,4650	1,4647-1,4680	1,4580-1,4740
Pouvoir rotatoire	+3°	+4°28' - +4°56'	+4° - +11°42'	+2° - +30°

Tableau 5: Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles de *Salvia officinalis* L.

Caractéristiques physico-chimiques	Algérie [23]	Selon Gildmeister et Hoffman [32]	Selon Guenther [21]	Norme [31]
Indice d'ester	7,97	6-17	4,57-17	-
Indice d'acide	4,6	2	-	-
Indice de carbonyle	157,08	-	-	103-288
Miscibilité à l'éthanol à 70%	8	-	3,5-10	8,5
Miscibilité à l'éthanol à 80%	1,2	-	1	2

I.2.3. Propriétés biologiques de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

Une équipe scientifique du King's collège de Londres a testé les effets de l'huile essentielle de sauge sur le cerveau humain. Ainsi, les chercheurs ont découvert qu'elle inhibe une enzyme cérébrale, la choline estérase, qui a pour fonction de dégrader l'acétylcholine, une hormone cérébrale qui contribue à véhiculer la chimie de la mémoire

[33].

L'huile essentielle de la sauge paraît avoir un pouvoir antioxydant élevé du moins comparable à celui du BHT (Butyl hydroxy toluène) et du BHA (Butyl hydroxy anisol). Il serait intéressant de l'utiliser d'autant plus que ces molécules ont des effets néfastes sur la santé humaine [34].

Les huiles essentielles de la sauge ont des effets secondaires, ils ne sont à craindre qu'en cas de surdosage, ou lors d'un usage prolongé. Le constituant toxique de l'huile essentielle, la β -thuyone, engendre des symptômes tels que de la tachycardie, des bouffées de chaleur, des convulsions et des vertiges. Deux fois plus toxique que l'huile essentielle d'absinthe, 0,3 g suffit à tuer un chien. L'huile essentielle de sauge est convulsivante et provoque des crises épileptiformes violentes. Certains cas d'intoxications ont été décrits en France, notamment chez des enfants dont la mère avait de façon inconsidérée administré de l'huile essentielle [3].

CHAPITRE 13

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 [35].

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 [36].

I.3.1. Le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau

I.3.1.1. 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 éclatent et 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 [37].

I.3.1.2. 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 [38].

Le mode de récupération de l'huile par entraînement à la vapeur d'eau a fait l'objet de plusieurs travaux. Ainsi, Teler [39] a constaté, lors de l'hydrodistillation des grains de carvi que les fractions oxygénées les moins volatiles distillaient avant les hydrocarbures. Koedam [40] 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 °C et 230 °C.

Dès le début du siècle, Von Renchenberg [38] 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 influence 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 [36].

La vitesse d'hydrodistillation dépend donc de deux facteurs cinétiques : l'hydrodiffusion et l'évaporation. [41]

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 établi. L'hydrodistillation de telles matières végétales est de courte durée, la plus grande quantité d'huile est récupérée au début du processus [38].

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 [38].

I.3.2. Paramètres du procédé de l'entraînement à la vapeur d'eau

I.3.2.1. 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.

I.3.2.2. 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.

I.3.2.3. 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 [42].

I.3.2.4 Rendement en huile essentielle

Le rendement en huile essentielle est défini par le rapport entre la masse de l'huile essentielle (m_{HE}) obtenue et la masse de matière végétale sèche (M_s) ou humide (M_h), exprimées dans la même unité de masse :

$$R_s = m_{HE} \times 100 / M_s \quad (1)$$

$$R_h = m_{HE} \times 100 / M_h \quad (2)$$

R_s : Rendement par rapport à la matière végétale sèche, %

R_h : Rendement par rapport à la matière végétale humide, %

m_{HE} : masse de l'huile essentielle, Kg

M_s : masse de la matière végétale sèche, Kg

M_h : masse de la matière végétale humide, Kg.

La relation (1) est la plus couramment utilisée, car elle tient compte d'un paramètre important lié à la matière végétale, qui est son taux d'humidité H . Ce dernier est généralement déterminé par distillation azéotropique au xylène.

I.3.2.5. Courbes de distillation

Les courbes de distillation fournissent des informations concernant la cinétique d'extraction. On distingue deux types de courbes:

I.3.2.5.1. Courbes de distillation totale

Ce sont généralement les courbes donnant la variation de la masse de l'huile essentielle (m_{HE}) ou de son rendement (R) en fonction du temps (t). Elles permettent de mettre en évidence les diverses étapes régissant le processus [43].

I.3.2.5.2. Histogrammes

Ce sont des courbes périodiques, donnant la variation de la quantité d'huile essentielle recueillie pendant des intervalles réguliers de temps. Elles fournissent des informations concernant la cinétique du processus et la composition de l'huile essentielle. Suivant que l'huile essentielle soit riche en monoterpènes, dérivés oxygénés ou sesquiterpènes, le maximum de l'histogramme sera situé au début, au milieu ou à la fin de celui-ci [43].

I.3.3. 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'oeuvre 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 [44].

PARTIE III

Extraction et analyse de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

- **Chapitre II.1** : Extraction de l'huile essentielle à l'échelle laboratoire.
- **Chapitre II.2** : Extraction de l'huile essentielle à l'échelle semi pilote.
- **Chapitre II.3** : Analyse par CPG de l'huile essentielle extraite.

Les essais d'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. ont été menés à l'échelle laboratoire et à échelle pilote. Dans les deux cas, les essais réalisés ont eu pour objectif d'étudier la cinétique d'extraction de différentes parties de la plante. L'huile essentielle obtenue a été analysée par chromatographie en phase gazeuse.

La matière végétale utilisée dans cette recherche provient de deux lots cultivés à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. Elle a été identifiée à l'herbarium de l'Institut National d'Agronomie d'Alger, comme étant *Salvia officinalis* L. Les parties de la plante utilisées pour l'extraction de l'huile essentielle sont les sommités aériennes, constituées, selon l'objectif recherché, des feuilles, des tiges, des boutons floraux et des fleurs, récoltées pendant les mois de mars et d'avril. Cette période correspond à trois étapes du cycle végétatif de la plante, en l'occurrence, étape précédant la formation des boutons floraux, la boutonisation et la floraison.

La cueillette a été réalisée juste avant l'extraction, généralement dans la matinée et de façon à prélever à chaque fois des échantillons représentatifs du lot.

La plante du lot 1 a été utilisée pour l'ensemble des essais menés dans le cadre de l'étude de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, aussi bien à l'échelle laboratoire qu'à l'échelle pilote. Lors de l'essai d'extraction de l'huile essentielle totale, à l'échelle pilote, la matière végétale, constituée de feuilles et de tiges du lot 2 a été utilisée.

Le taux d'humidité de la matière végétale a été déterminé, par distillation azéotropique au xylène dans un appareil de DEAN et STARK [31], avant chaque manipulation, afin d'exprimer le rendement en huile essentielle par rapport à la masse de la matière végétale sèche. Le schéma de l'appareillage et le protocole expérimental sont donnés en annexe I.

CHAPITRE III

Extraction de l'huile essentielle
à l'échelle laboratoire

II.1.1 Appareillage

L'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur a été réalisée à l'échelle laboratoire, en utilisant le dispositif expérimental schématisé à la figure 5.

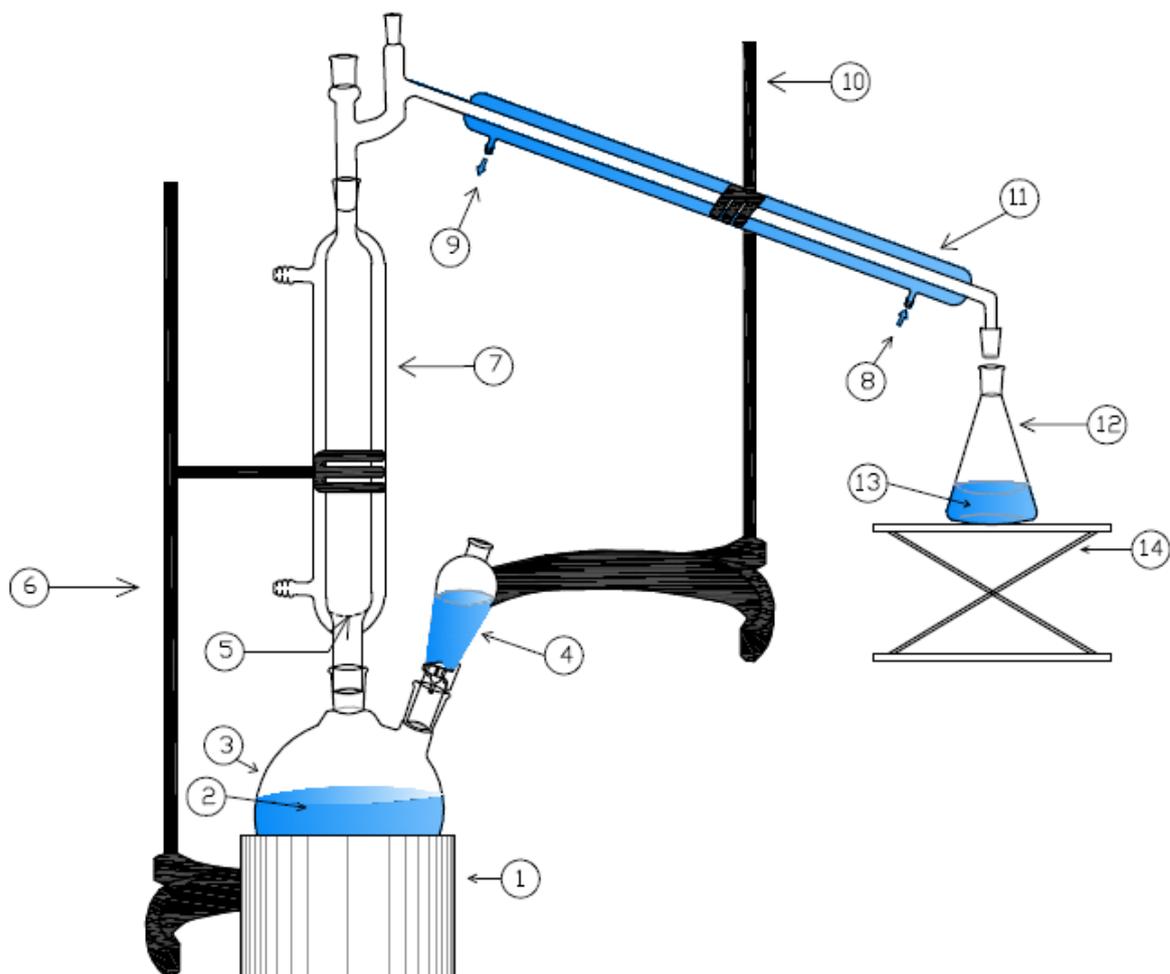


Figure 5 : Dispositif expérimental d'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire

- | | |
|--|--|
| 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. |

Ce dispositif est constitué d'un ballon de 4 litres, rempli à deux tiers de son volume d'eau pour la production de la vapeur. Le niveau d'eau dans le ballon est maintenu constant par ajout d'eau à l'aide d'une ampoule à couler. La source de chaleur est un chauffe-ballon à puissance de chauffe variable. Une colonne à double paroi, jouant le rôle d'extracteur, surmonte le ballon - chaudière et est relié à un réfrigérant. Le distillat est récupéré dans une recette.

II.1.2. Protocole expérimental

La matière végétale, préalablement pesée, est introduite dans l'extracteur. La vapeur, issue de l'ébullition de l'eau dans le ballon, traverse le lit de matière végétale, entraînant ainsi l'huile essentielle. Les vapeurs sont condensées dans le réfrigérant et le mélange eau-huile est récupéré dans le récipient de recette à différents intervalles de temps pendant toute la durée d'extraction. Cette dernière a été fixée à deux heures pour l'ensemble des essais, sur la base des résultats d'une étude antérieure [26]. L'huile est séparée des eaux de distillation par extraction à éther diéthylique. La masse d'huile récupérée est déterminée par pesée, après l'évaporation de l'éther.

II.1.3. Détermination des conditions opératoires d'extraction

II.1.3.1. Détermination du débit de vapeur

A cet effet, nous avons procédé aux mesures du débit de vapeurs traversant le dispositif expérimental en absence de matière végétale. La puissance de chauffe a été fixée à $\frac{3}{4}$ de la puissance maximale, en tenant compte des résultats des études antérieures [26, 45]. Pour l'évaluation du débit de vapeur, l'eau est portée à ébullition et le temps nécessaire à la récupération d'un volume donné de distillat est mesuré. Les résultats de ces mesures et les valeurs du débit de vapeur obtenues sont regroupés dans le tableau 6 suivant :

Tableau 6 : Débit de vapeur traversant le dispositif expérimental d'entraînement à la vapeur d'eau à échelle laboratoire

Volume du distillat V (ml)	Temps t (mn)	Débit D (ml/mn)
20	2,3	8,69
40	4,6	8,69
60	7,13	8,4
80	9,45	8,46
100	12,11	8,25

Nous constatons de faibles variations du débit de vapeur d'eau au tour d'une valeur moyenne de 8,50 ml/mn avec un écart maximal de 3 %. Ceci permet de considérer que le dispositif utilisé fournit un débit de vapeur d'eau constant.

II.1.3.2. Détermination de la masse de matière végétale à traiter

Nous avons procédé à l'extraction, dans les mêmes conditions opératoires, de l'huile essentielle de 3 échantillons de la plante, constitués de feuilles et des tiges, de masses, respectives de 15, 30 et 43 grammes. Nous avons constaté, lors de la manipulation, que la masse de 43g correspond à la quantité maximale de matière végétale que l'on peut introduire dans l'extracteur.

Les rendements **Rs** en huile essentielle obtenus pour les différents essais, sont donnés dans le tableau 7 suivant :

Tableau 7 : Influence de la masse de matière végétale à traiter sur le rendement en huile essentielle

Masse de matière végétale (g)	Rs (%)
15	0.55
30	0.84
43	0.22

Ces résultats montrent que le meilleur rendement est obtenu pour la masse de 30 grammes de matière végétale. Le faible rendement obtenu avec une masse de 43 grammes pourrait être attribué au tassement excessif de la matière végétale, engendrant de fortes condensations dans l'extracteur et empêchant la circulation libre de la vapeur. Alors que l'utilisation d'une faible masse de matière végétale, de 15 grammes, donne lieu à un lit avec un taux de vide important qui peut conduire la vapeur à emprunter des chemins préférentiels sans entrer en contact effectif avec l'ensemble de la matière végétale. Pour ces raisons, nous avons opté à mener les études cinétiques avec des masses de matière végétale d'environ 30 grammes, qui semble être la masse optimale à traiter dans le dispositif d'extraction utilisé.

II.1.4. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L

Nous avons suivi l'évolution du rendement en huile essentielle au cours du temps, lors de l'extraction, d'une part, des échantillons constitués des feuilles et des tiges, récoltes pendant les différentes périodes du cycle végétatif de la plante et d'autre part, des différentes

parties composant les sommités aériennes : feuilles, tiges, boutons floraux, fleurs. On étudiera pour chaque cas, les courbes cinétiques pour pouvoir donner une interprétation de l'évolution quantitative au cours de l'extraction de l'huile essentielle.

II.1.4.1. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle des échantillons de plante correspondant aux différentes périodes du cycle végétatif

Nous avons, en premier lieu étudié les cinétiques d'extraction de trois échantillons cueillis à différentes périodes de végétation, en l'occurrence, avant l'apparition des boutons floraux, pendant la boutonisation et enfin durant la période de floraison.

II.1.4.1.1. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de *Salvia officinalis* L.

Nous avons suivi l'évolution du rendement en huile essentielle, en fonction du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de *Salvia officinalis* L. récoltés pendant la période précédant la formation des boutons floraux. Deux essais répétitifs ont été réalisés dans des conditions opératoires identiques. Le taux d'humidité de l'échantillon a été évalué à 72%. Le tableau 8 regroupe les résultats obtenus.

Tableau 8 : Evolution du rendement au cours du temps lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de *Salvia officinalis* L.

Temps (mn)	Rs, %		
	Essai 1 (Mh=30,59g)	Essai 2 (Mh=30,04g)	Moyenne
0	0,00	0,00	0,00
2,5	0,04	0,08	0,06
5	0,26	0,20	0,23
10	0,33	0,27	0,30
15	0,37	0,34	0,35
20	0,49	0,37	0,43
30	0,58	0,47	0,52
45	0,65	0,54	0,60
60	0,72	0,66	0,69
90	0,80	0,76	0,78
120	0,85	0,81	0,83

Les résultats des essais répétitifs ont permis d'évaluer l'erreur expérimentale maximale, en l'assimilant au plus grand écart par rapport à la valeur moyenne. Celle-ci est estimée à 10%.

La représentation graphique de ces résultats conduit aux courbes cinétiques données par la figure 6.

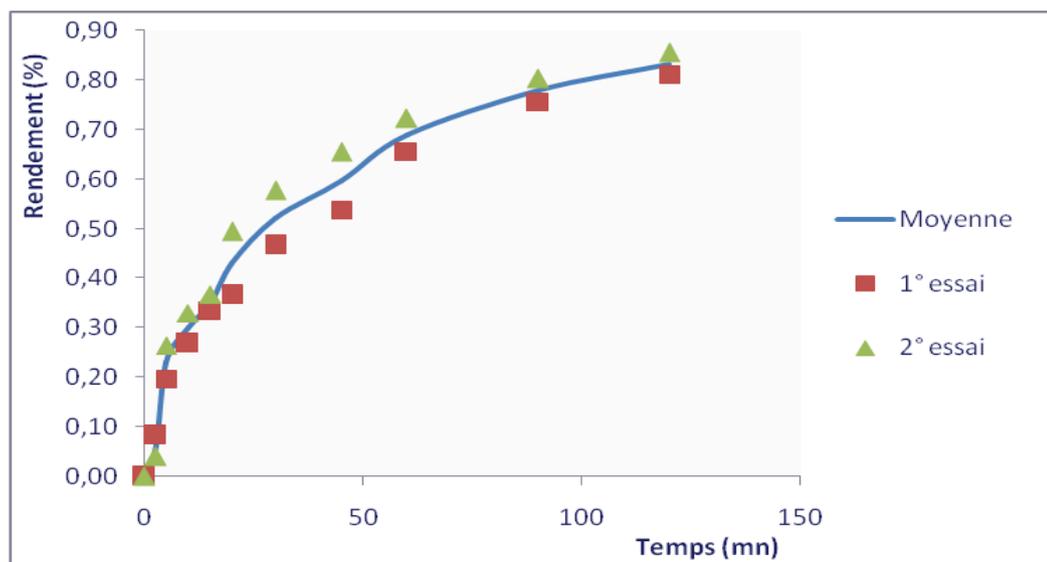


Figure 6 : Evolution du rendement en huile, en fonction du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, de l'huile essentielle à partir d'un échantillon de feuilles et de tiges de *Salvia officinalis* L.

L'allure de la courbe cinétique suggère deux étapes, la première rapide, ayant lieu durant les vingt premières minutes, suivie d'une étape plus lente qui se poursuivra jusqu'à la fin de l'opération. Nous observons, en outre, une tendance vers un palier après une heure d'extraction, sans que celui-ci soit franchement atteint. Le rendement en huile essentielle par rapport à la matière végétale sèche est de 0,83% au bout de 2 heures d'extraction.

Par ailleurs, nous avons mesuré le débit de vapeur au cours de l'extraction de l'huile. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 9 et la figure 7 suivants :

Tableau 9 : Variations du débit de la vapeur d'eau, en fonction du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle des feuilles et des tiges

Temps t (mn)	Débit du distillat D (ml/mn)		Débit moyen (ml/mn)
	Essai 1 $M_h = 30,04g$	Essai 2 $M_h = 30,59g$	
2,5	7,60	7,80	7,7
5	7,60	8,00	7,8
10	7,80	7,00	7,4
15	7,40	7,60	7,5
20	7,20	7,90	7,55
30	8,20	8,30	8,25
45	8,33	8,00	8,17
60	8,40	8,67	8,53
90	8,67	8,83	8,75
120	8,40	8,33	8,37
Moyenne	7,96	8,04	8,00

Le débit de vapeur moyen passant à travers l'extracteur est 8,01 ml/mn.

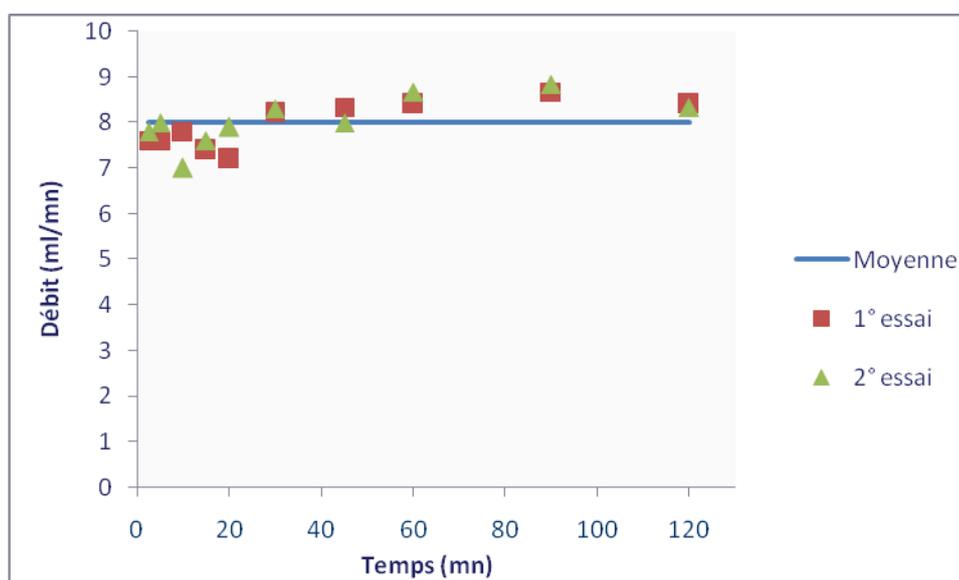


Figure 7 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, en fonction du temps

Nous constatons que le débit de vapeur traversant l'extracteur, lors de l'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle des feuilles et des tiges de *Salvia officinalis* L. est

constant, de l'ordre de 8 ml/mn, avec un écart maximal de 8%. Notons que ce débit est du même ordre de grandeur que celui obtenu avec l'extracteur vide.

II.1.4.1.2. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des boutons floraux

Nous avons suivi l'évolution du rendement en huile essentielle au cours du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des boutons floraux. Deux essais répétitifs ont été réalisés, dans des conditions opératoires identiques. Le taux d'humidité de l'échantillon a été évalué à 72%. Le tableau 10 regroupe les résultats obtenus.

Tableau 10 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des boutons floraux

Temps (mn)	Rs, %	
	Essai 1 (Mh= 30,09g)	Essai 2 (Mh= 30,23g)
0	0,00	0,00
2,5	0,08	0,10
5	0,15	0,13
10	0,30	0,24
15	0,32	0,26
20	0,46	0,38
30	0,48	0,55
45	0,59	0,56
60	0,60	0,58
90	0,61	0,61
120	0,61	0,62

Les résultats des essais répétitifs ont permis d'évaluer l'erreur expérimentale maximale, en l'assimilant au plus grand écart par rapport à la valeur moyenne. Celle-ci est estimée à 6%.

La représentation graphique de ces résultats conduit à la courbe donnée par la figure12.

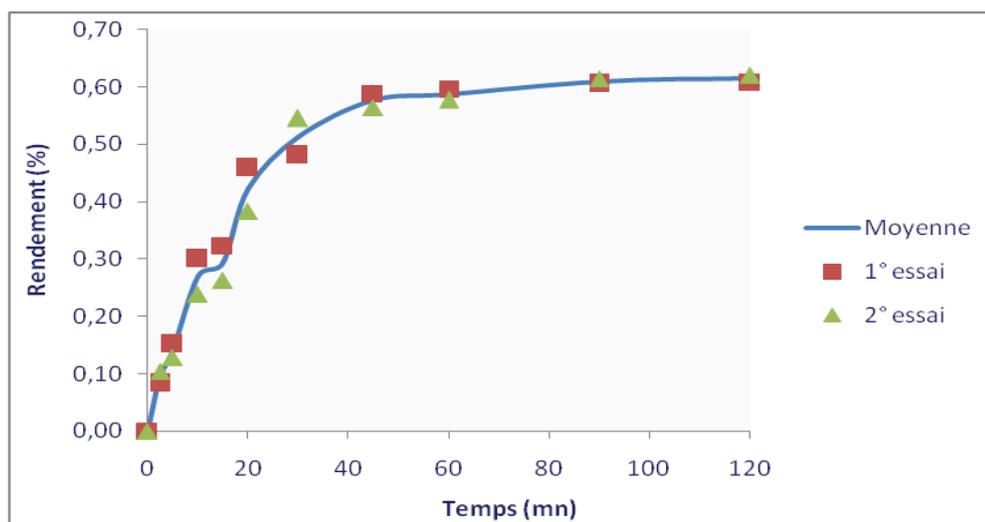


Figure 8 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des boutons floraux

L'allure de la courbe cinétique est similaire à celle obtenue dans le cas de l'échantillon comportant les feuilles et les tiges durant la première heure d'extraction. Au delà, nous constatons une très faible évolution du rendement en huile essentielle en fonction du temps et l'apparition d'un palier après une heure d'extraction. Le rendement en huile essentielle obtenu au terme de deux heures d'extraction de cet échantillon est de l'ordre de 0,62%.

II.1.4.1.3. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de tiges, de feuilles et des fleurs de *Salvia officinalis* L.

Nous avons suivi l'évolution du rendement en huile essentielle, en fonction du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau d'un échantillon constitué de feuilles, de tiges et de fleurs, ayant un taux d'humidité de 77%.

La représentation graphique des résultats obtenus conduit à la courbe donnée par la Figure 10.

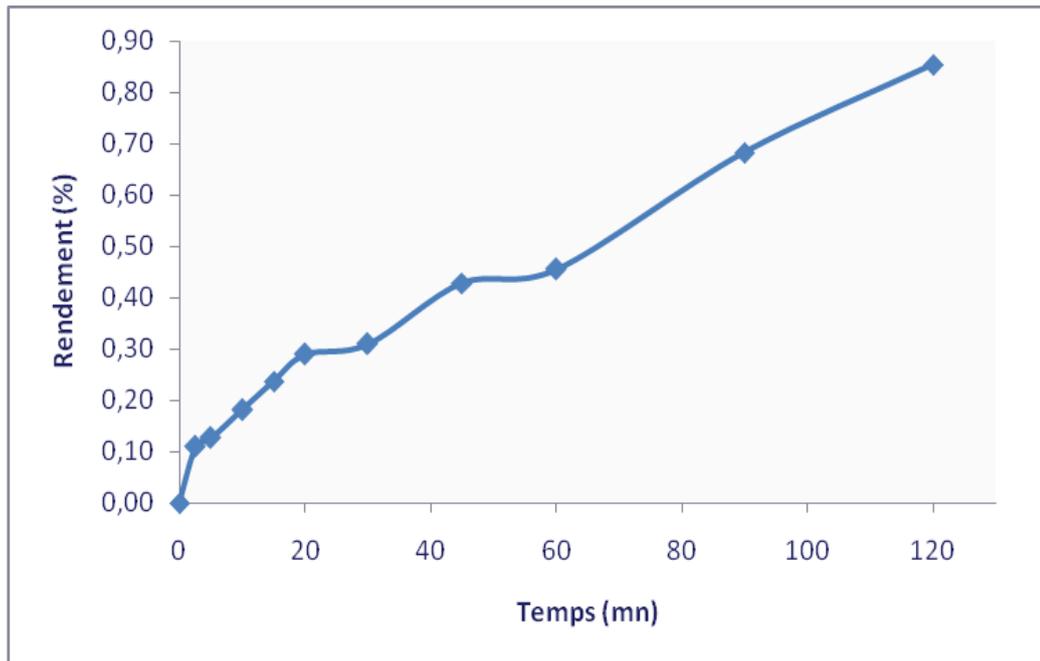


Figure 9 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. fleurie

La courbe obtenue montre une allure très différente des précédentes. En effet, on observe une progression quasi monotone du rendement en huile essentielle au-delà de 30 minutes d'extraction. Le rendement obtenu en fin d'extraction est de 0.85%.

II.1.4.2. Influence de la période de végétation sur le rendement et la cinétique d'extraction de l'huile essentielle

Nous avons reproduit sur la figure 11, l'ensemble des courbes cinétiques relatives aux différents stades végétatifs de *Salvia officinalis* L.

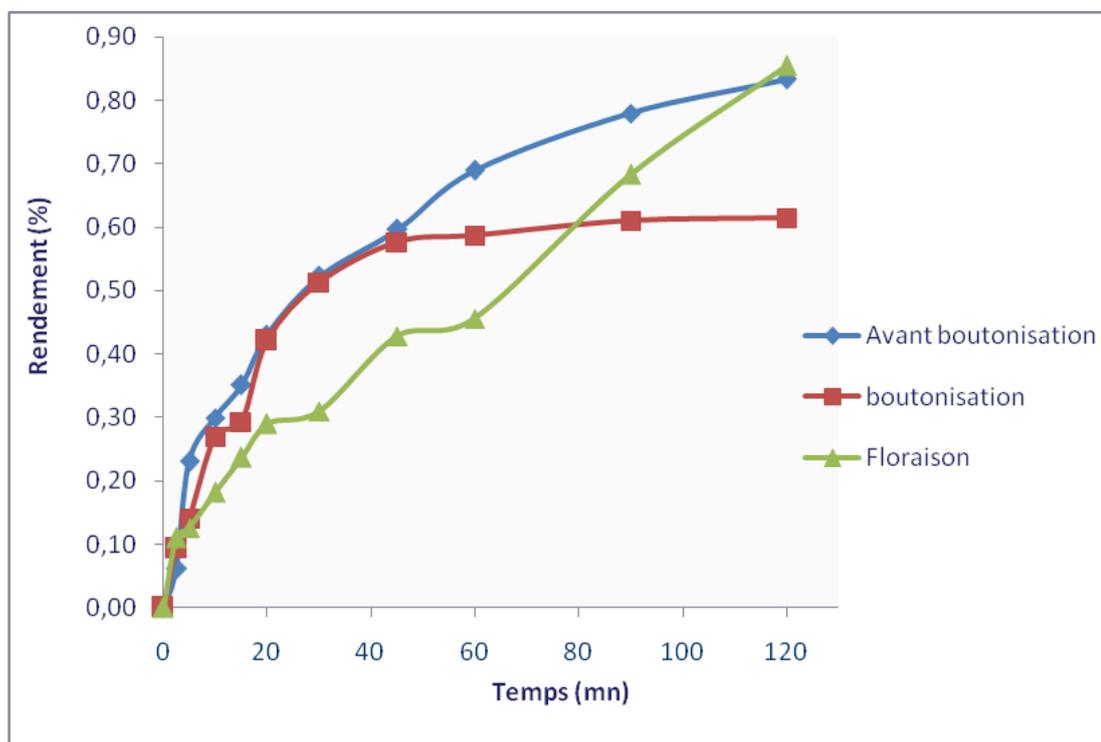


Figure 10 : Courbes cinétiques relatives à l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle des échantillons de *Salvia officinalis* L. correspondant aux différents stades végétatifs

Nous observons des allures cinétiques différentes aux différents stades de végétation. En effet, on observe un palier net pour la cinétique d'extraction de l'échantillon traité pendant la période de boutonisation, alors que nous constatons un ralentissement de la cinétique d'extraction après une heure sans qu'un palier soit franchement atteint pour l'échantillon relatif à la période précédant la boutonisation. Enfin l'extraction de l'échantillon correspondant à la période de floraison présente une progression quasi monotone au delà de 30 minutes d'extraction.

Les allures cinétiques différentes pourraient être attribuées à la présence des différents organes du végétal aux différents stades de la végétation. Les différents organes, les feuilles, les tiges, les boutons et les fleurs, n'ont pas la même morphologie et peuvent donner lieu à des processus de transfert de matière différents.

Dans le but d'apprécier la contribution du transfert à partir de chaque organe dans la cinétique globale, nous nous sommes proposés d'étudier séparément les cinétiques d'extraction des feuilles, des fleurs et des tiges.

II.1.4.3. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle des différents organes constituant les parties aériennes de *Salvia officinalis* L.

A cet effet, trois échantillons, représentant les divers organes de la partie aérienne de la plante ont été préparés et soumis à l'entraînement à la vapeur d'eau:

- Nous avons séparé les feuilles et les tiges d'un échantillon de 58g de plante récoltée pendant la période précédant la boutonisation, ayant un taux d'humidité de 72%. Les masses des deux échantillons ainsi préparés ont été déterminées par pesée et évaluées respectivement à 43g, pour les feuilles et de 15g, pour les tiges.
- Un échantillon de 30g, comportant uniquement les fleurs de *Salvia officinalis* L., ayant un taux d'humidité de 77%, a aussi été utilisé.

Les courbes cinétiques obtenues sont présentées à la figure 11.

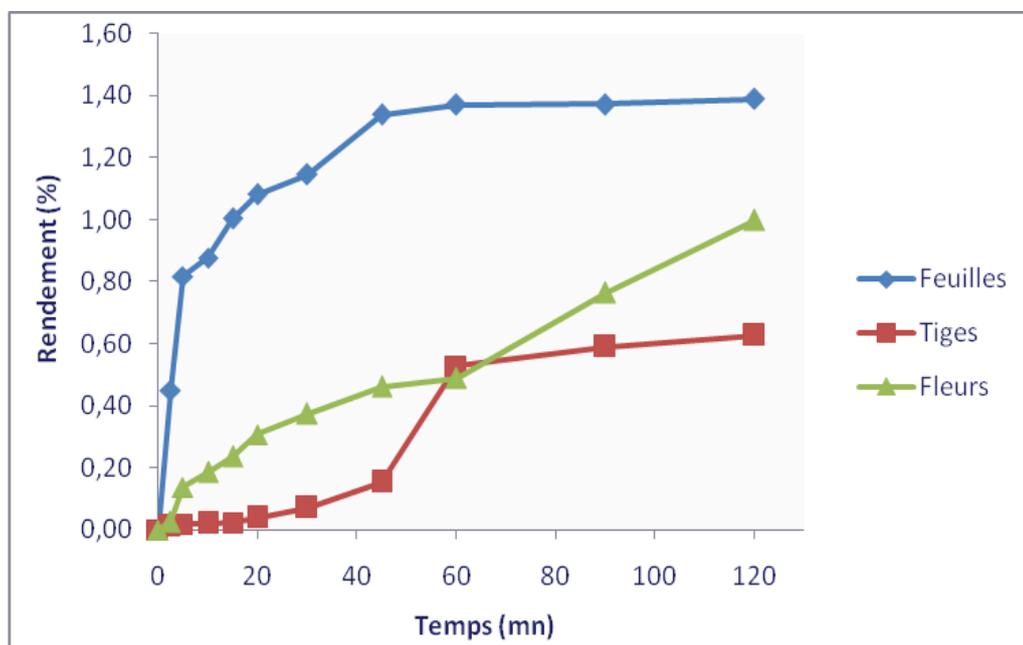


Figure 11 : Evolution du rendement au cours du temps lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, de l'huile essentielle à partir d'échantillons des feuilles, des tiges, et des fleurs, de *Salvia officinalis* L. traités séparément

L'évolution du rendement en l'huile essentielle extraite à partir des feuilles, montre une progression rapide durant la première demi-heure et l'apparition d'un palier à partir de 45

minutes. Cette cinétique relativement rapide laisse supposer que l'huile essentielle est située dans des glandes exogènes au sein de la feuille, ce qui est en accord avec les études histologiques menées sur cette espèce et rapportées dans la bibliographie [16]. Le rendement en huile essentielle par rapport à la matière végétale sèche est de 1,39%.

Concernant l'évolution du rendement de l'extraction de l'huile essentielle à partir des tiges, nous observons une progression très lente jusqu'aux environs de 30 minutes, suivie d'une augmentation plus rapide jusqu'à 60 minutes puis un ralentissement jusqu'à la fin de l'extraction. Cette allure cinétique suggère que l'huile essentielle, dans ce cas, est difficilement accessible à la vapeur et laisse penser qu'elle serait située dans des sites endogènes. Le rendement en huile essentielle par rapport à la matière végétale sèche est de l'ordre de 0,63%.

L'évolution du rendement en l'huile essentielle extraite à partir des fleurs montre une cinétique plus rapide que celle relative aux tiges, mais plus lente que celle des feuilles au début de l'extraction. Cependant, nous remarquons une augmentation à vitesse presque constante à partir d'une heure de traitement. Ce comportement pourrait s'expliquer, à notre avis, par le fait qu'une partie de l'huile serait, soit emprisonnée dans des poches et libérée après éclatement de ces dernières, provoqué probablement par leur gonflement dû à la diffusion de la vapeur, soit elle serait chimiquement liée à la matrice de la plante et libérée par des réactions de type hydrolyse accompagnant l'extraction. Notons que le processus physique ou chimique se produirait durant la première heure de traitement. Le rendement en huile essentielle obtenu au terme de deux heures d'extraction est 1%.

II.1.4.4. Contribution des différents organes à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de *Salvia officinalis* L.

Afin d'apprécier la contribution de la cinétique de chaque organe à la cinétique globale d'extraction d'huile essentielle à partir d'un échantillon constitué de tiges et de feuilles, nous avons reproduit sur la figure 12, les courbes cinétiques correspondant à l'échantillon et aux deux organes séparément.

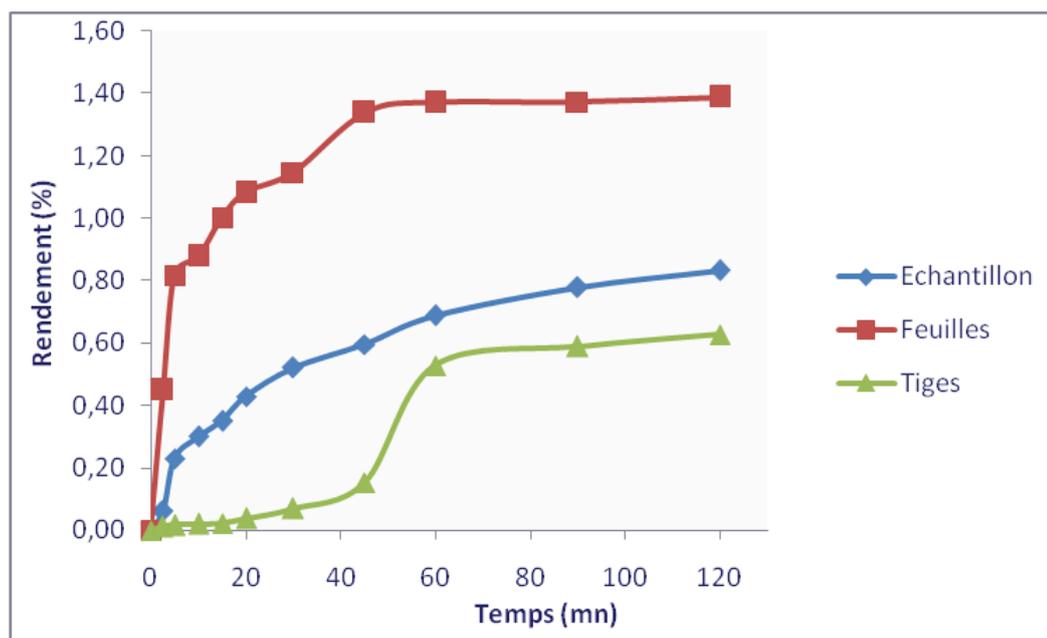


Figure 12 : Contribution des différents organes à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué de feuilles et de tiges de *Salvia officinalis* L.

Ces courbes montrent qu'au cours de la première demi heure c'est l'extraction de l'huile essentielle à partir des feuilles qui confère sa cinétique au processus global, l'extraction de l'huile à partir des tiges étant négligeable. Par contre, c'est l'extraction à partir des tiges qui régit la cinétique d'extraction du mélange feuilles - tiges après une heure d'extraction, les feuilles étant déjà épuisées de leur huile. Entre une demi-heure et une heure, il y aurait contribution aussi bien des tiges que des feuilles.

II.1.4.5. Contribution des fleurs à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des fleurs de la *Salvia officinalis* L.

Afin d'apprécier la contribution des fleurs à la cinétique globale d'extraction d'huile essentielle à partir d'un échantillon constitué de fleurs, tiges et feuilles avec une faible proportion de feuilles et de tiges, nous avons reproduit sur la figure 13, les courbes cinétiques correspondant à l'échantillon et aux fleurs uniquement.

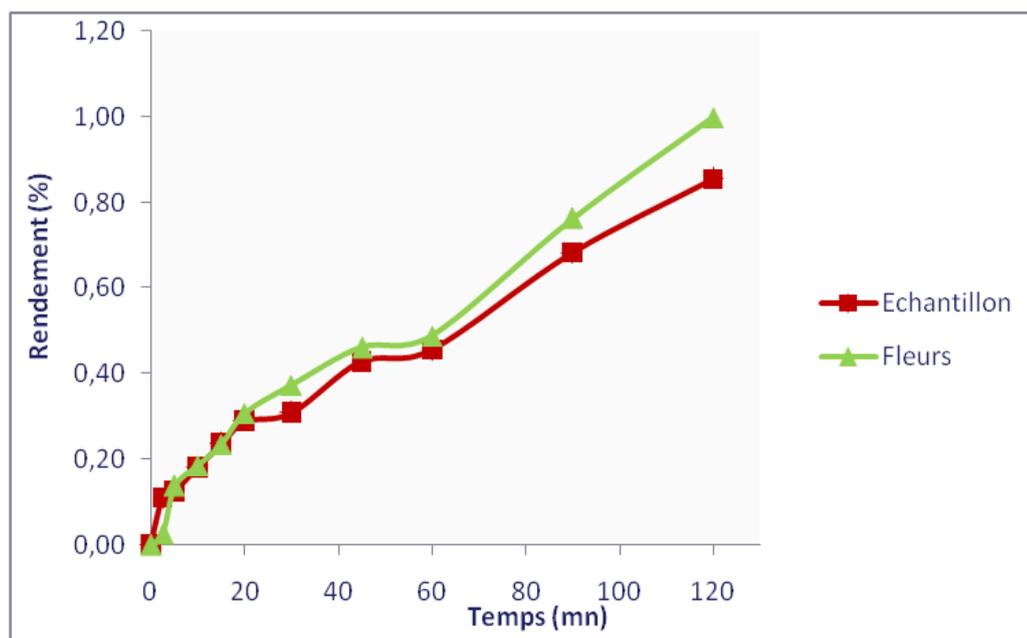


Figure 13 : Contribution des fleurs à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon constitué des feuilles, des tiges et des fleurs de la *Salvia officinalis* L.

Ces courbes mettent en évidence que pendant toute la durée d'extraction la cinétique du mélange suit celle des fleurs. Ce comportement est probablement dû à la très faible proportion de feuilles et de tiges dans l'échantillon, ce qui se traduit par une contribution non perceptible sur la cinétique globale.

CHAPITRE III

Extraction de l'huile essentielle
à l'échelle semi pilote

Nous avons effectué deux extractions à l'échelle semi pilote, une première extraction pour l'étude cinétique et une autre pour la récupération des huiles primaire et secondaire. Des échantillons représentatifs de *Salvia officinalis* L., constitués de tiges et de feuilles de deux lots cultivés à l'Ecole Nationale Polytechnique ont été utilisés: lot 1 pour l'étude cinétique et lot 2 pour la récupération des huiles primaire et secondaire.

II.2.1. Installation d'extraction solide - fluide

Nos extractions ont été menées sur une installation d'extraction solide - fluide, conçue et réalisée au département de génie chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique [46].

L'installation est schématisée sur la figure 14.

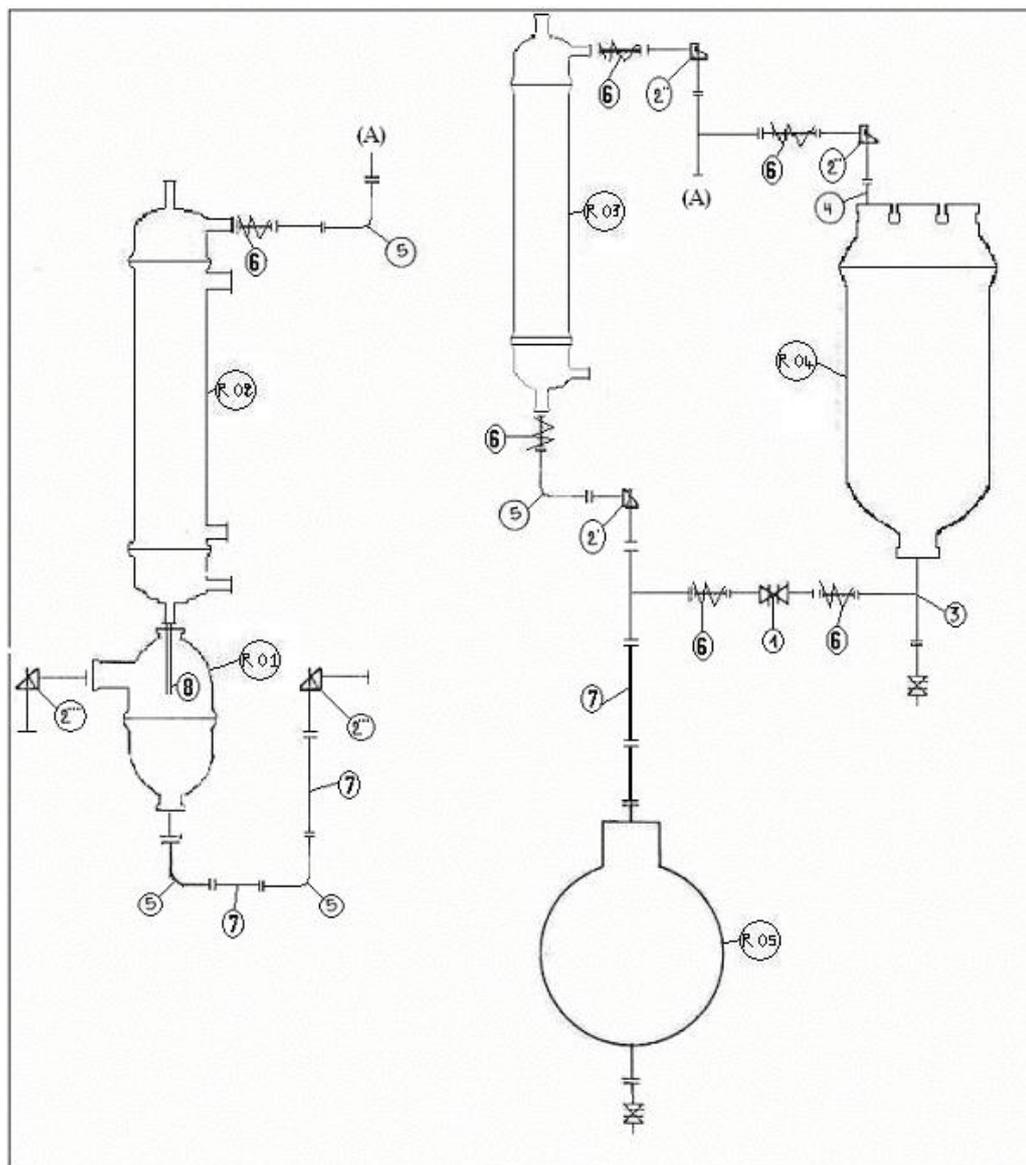


Figure 14 : Schéma de l'installation d'extraction solide - fluide [46]

Equipements principaux	Jonctions
R01 : Décanteur.	1) Robinet de passage direct.
R02 : Réfrigérant.	2) Robinet de passage d'équerre.
R03 : Colonne A.	3) Tube en T.
R04 : Colonne B.	4) Réduction.
R05 : Ballon chaudière.	5) Coude à 90°.
	6) Flexible.
	7) Conduite.
	8) Conduite de diamètre inférieur à celui de 7.

L'installation est composée essentiellement de cinq parties, en l'occurrence, la chaudière (génératrice de vapeur), les deux extracteurs, le condenseur et enfin le décanteur.

II.2.2. Protocole expérimental

L'extraction à la vapeur d'eau à échelle semi pilote suit un protocole expérimental semblable à celui réalisé au niveau du laboratoire. La matière végétale est introduite dans la l'extracteur. Elle est ensuite traversée par la vapeur d'eau qui entraîne l'huile essentielle. Pour l'étude cinétique nous avons utilisé l'extracteur A et ouvert le circuit entre le condenseur et le décanteur. Ceci a permis de récupérer des fractions séquentielles de distillat. La récupération de l'huile est effectuée par extraction liquide - liquide au moyen de l'éther diéthylique. La masse d'huile récupérée est déterminée par pesée, après l'évaporation de l'éther. Cette manière de procéder conduit à la récupération de l'huile globale.

La seconde extraction a été menée dans le but de déterminer la proportion d'huile solubilisée dans l'eau (huile secondaire) dans l'huile globale. L'extracteur B (figure 14) a été utilisé, en fermant les robinets 2' et 2''. La récupération des eaux de distillation dans le décanteur a permis, par séparation mécanique, d'obtenir l'huile essentielle primaire. Après décantation, la phase aqueuse est soumise à une extraction liquide - liquide au moyen de l'éther diéthylique et, après évaporation du solvant, nous récupérons l'huile secondaire ou l'huile solubilisée dans les eaux de distillation.

II.2.3. Cinétique d'extraction à l'échelle semi pilote

La première extraction, menée dans but de suivre la cinétique d'extraction, a été effectuée sur 790 grammes de matière végétale provenant du même lot utilisé à l'échelle laboratoire, lot 1, avec un taux d'humidité de 78%. La durée d'extraction a été fixée à quatre heures.

L'évolution du rendement en fonction de la durée d'extraction est donnée par la courbe de la figure 15 suivante.

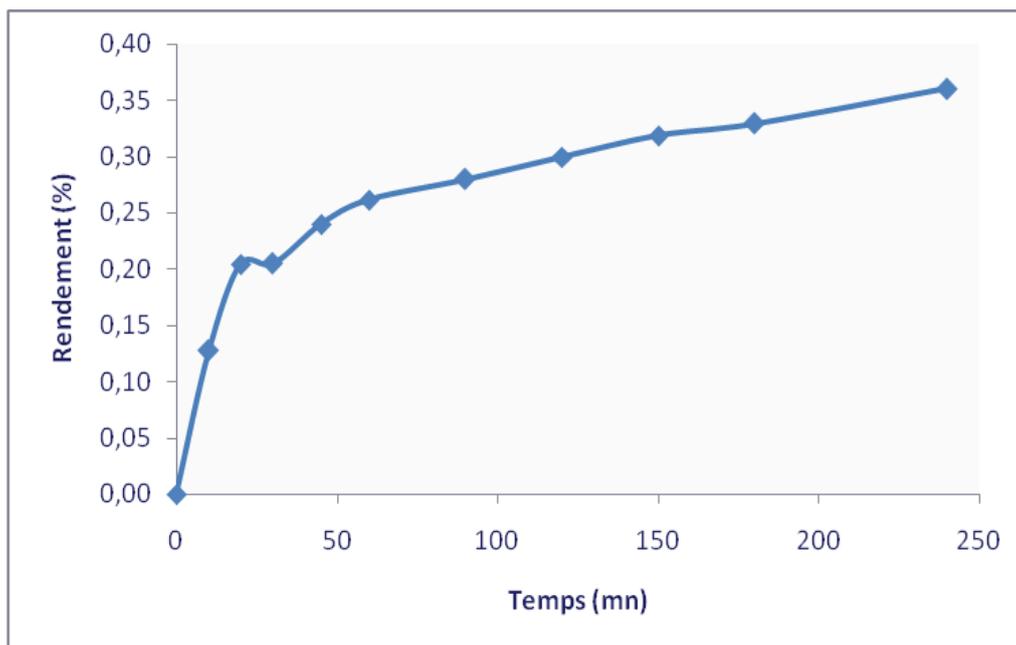


Figure 15 : Evolution du rendement en huile essentielle, en fonction du temps lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de *Salvia officinalis* L. à l'échelle semi pilote

L'allure de la courbe cinétique montre deux évolutions distinctes, une première rapide et ayant lieu durant les vingt premières minutes, correspondant à l'extraction de l'huile à partir des sites exogènes, suivie d'une deuxième évolution moins rapide que la précédente qui se poursuivra jusqu'à la fin de l'opération. Notons qu'au terme de 4 heures de traitement nous n'avons pas épuisé la matière végétale de son huile essentielle, ce qui serait dû au fait que les paramètres opératoires du procédé ne sont pas optimisés. Le rendement en huile essentielle par rapport à la matière végétale sèche est de 0,36% au bout de 4 heures d'extraction.

Par ailleurs, nous avons mesuré le débit de vapeur au cours de l'extraction de l'huile. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 9 et la figure 7 suivants :

Tableau 11: Variations du débit de la vapeur d'eau, en fonction du temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle à l'échelle semi pilote

Temps t (min)	Débit du distillat D (ml/mn)
10	15,00
20	16,40
30	17,40
45	18,13
60	18,47
90	18,07
120	18,93
150	19,13
180	16,33
240	16,38

Le débit moyen est de 17,13 ml/mn.

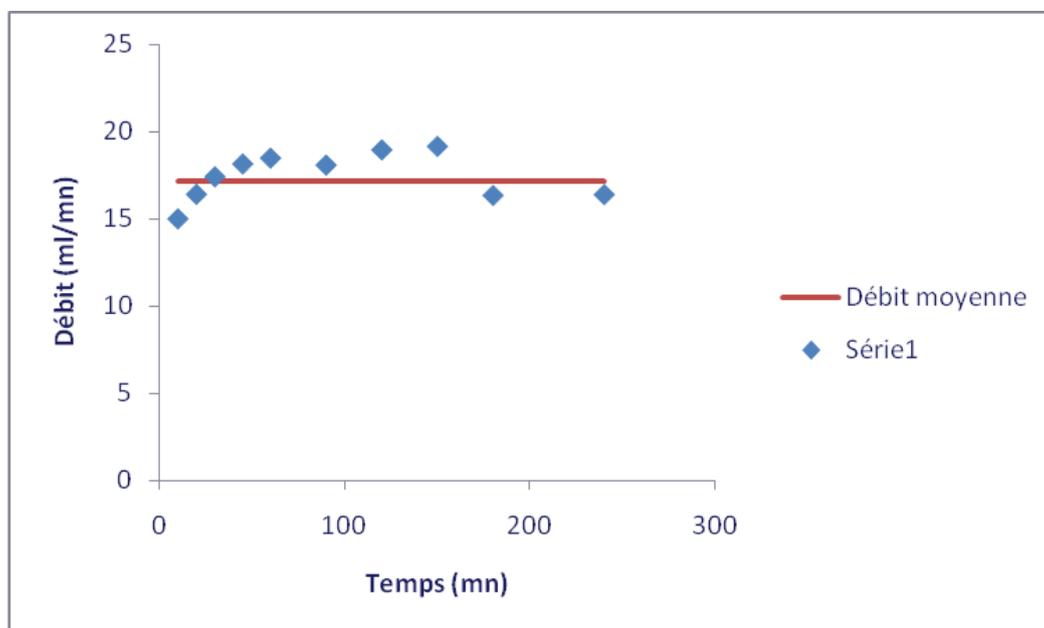


Figure 16 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle à l'échelle semi pilote, en fonction du temps

La figure 16 montre des fluctuations au cours de l'extraction, autour de la valeur moyenne, avec un écart maximal de 12%.

Nous avons reproduit sur la figure 17 les courbes cinétiques obtenues lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. aux échelles laboratoire et semi pilote au terme de deux heures.

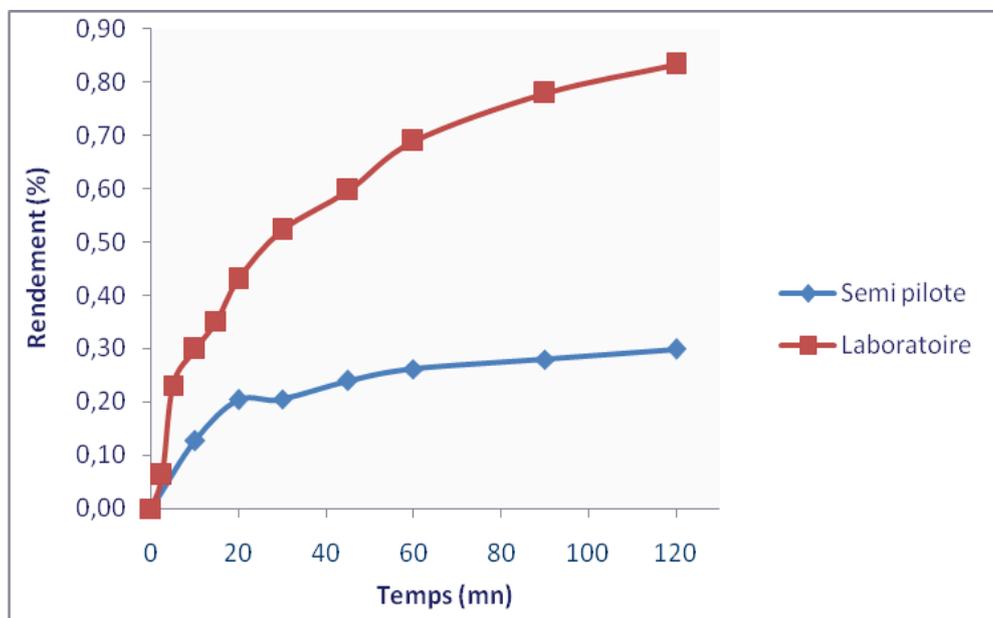


Figure 17 : Evolution du rendement d'extraction aux échelles semi pilote et laboratoire au cours du temps

Les deux courbes cinétiques présentent des évolutions semblables, mais avec des vitesses différentes. Nous remarquons que les rendements obtenus à l'échelle laboratoire représentent le triple de ceux obtenus à l'échelle semi-pilote. Cette différence pourrait être attribuée à la différence des débits spécifiques. En effet le débit spécifique (masse de vapeur d'eau par unité de masse de matière végétale et par unité de temps) vaut 0.26 g/g.mn à l'échelle laboratoire et 0.02 g/g.mn à l'échelle semi-pilote. Pour se placer exactement dans les mêmes conditions opératoires que celle utilisées à l'échelle laboratoire il aurait fallu utiliser un débit de vapeur d'eau 205.4g/mn avec la masse de matière végétale utilisée.

II.2.4. Récupération des huiles primaire et secondaire à l'échelle semi pilote

La seconde extraction, menée dans but de déterminer la proportion d'huile solubilisée dans les eaux de distillation à température ambiante de 18°C, a été effectuée sur 3.22 kilogrammes de matière végétale provenant du lot 2, avec un taux d'humidité de 76.9%. La durée d'extraction a été fixée à quatre heures.

Le tableau 12 réunit les rendements en huiles primaire et secondaire obtenus.

Tableau 12: Rendements en huiles primaire et secondaire

Huile	Primaire	Secondaire	Total
Masse (grammes)	6,13	0,88	7,02
Rendement (%)	0,82	0,12	0,94
Proportion (%)	87.2	12.8	100

Ces résultats montrent que plus de 12% de l'huile globale sont solubilisés dans la phase aqueuse à la température de travail et ne peuvent être récupérés par décantation, d'où la nécessité de procéder à une extraction liquide - liquide ou de prévoir un système de cohobage.

CHAPITRE III

Analyse de l'huile essentielle de
Salvia officinalis L.

La chromatographie est une technique d'analyse qui consiste à séparer les constituants d'un mélange par entraînement, au moyen d'une phase mobile ou gaz vecteur, le long d'une phase stationnaire qui peut être solide ou liquide fixé [47].

Vu le nombre de composés et la diversité des constituants d'une huile essentielle, la chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire en programmation de température est la technique la mieux adaptée, pour la séparation et l'analyse de ces mélanges complexes [47].

II.3.1. La chromatographie en phase gazeuse

La chromatographie en phase gazeuse est une méthode d'analyse appropriée pour la séparation et l'identification des composants d'une huile essentielle, elle réalise à la fois une analyse quantitative et qualitative [48].

Ses premières applications qui remontent au début des années 40, ont concernés le contrôle des fractions légères du pétrole, son développement qui n'a cessé depuis, est dû à son extrême sensibilité, à sa polyvalence, permise par les nombreuses phases stationnaires commerciales et à la rapidité de mise au point des analyses nouvelles et les possibilités d'automatisation [49].

La séparation sur la colonne se faisant sur des composés qui doivent être à l'état gazeux, l'analyse des composés liquides ou solides impose de pouvoir les porter à l'état vapeur par chauffage. C'est sans doute la principale contrainte qu'il faut savoir apprécier avant de choisir cette technique [49].

Un appareil de chromatographie en phase gazeuse (CPG) correspond schématiquement à la réunion de différents modules spécialisés : l'injecteur, la colonne placée dans un four, le détecteur, réunis dans un bâti unique. La phase mobile qui entraîne l'échantillon dans la colonne est un gaz appelé gaz vecteur. Les débits contrôlés avec précision, permettent une grande reproduction des temps de rétention [49].

Le mélange à séparer est injecté dans le système situé entre la phase stationnaire (liquide ou solide) et une phase mobile (gazeuse). Les constituants du mélange appelés généralement « solutés » sont inégalement retenus par celle-ci lors du transit de la colonne. De ce phénomène appelé « rétention », les solutés injectés se déplacent avec une vitesse inégale entre eux et inférieure à celle de la phase mobile, ceci le conduit à sortir de la colonne les uns après les autres. On enregistre d'abord un signal dit ligne de base en présence du gaz vecteur seul et un pic au passage de chaque soluté séparé [50].

II.3.2. Conditions opératoires

Les échantillons suivants ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse (CPG) à l'aide d'un chromatographe, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (FID):

- huile primaire
- huile secondaire
- huile extraite des feuilles
- huile extraite des fleurs

Les conditions opératoires d'analyse sont les suivantes :

- Colonne
 - Phase stationnaire : polaire
 - Longueur : 30 m
 - Diamètre intérieur : 0,32mm
 - Epaisseur du film : 0,2µm
- Température
 - Colonne : 80°C à 220°C à raison de 4°C/mn
 - Injecteur : 250°C
 - Détecteur : 250°C
- Gaz vecteur
 - Nature : Azote
- Volume injecté : 0,5µl

II.3.3. Identification des constituants des huiles essentielles de *Salvia officinalis* L

L'identification des principaux constituants des huiles essentielles analysées a été faite par comparaison des temps de rétention à ceux obtenus dans un travail antérieur [26], relatif à l'extraction et l'analyse de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L, du lot 1.

Les figures 18 et 19 représentent les profils chromatographiques des huiles primaire et secondaire, provenant d'un échantillon du lot 2.

Ainsi, 19 constituants, représentant environ 90%, ont été identifiés dans les huiles primaire et secondaire.

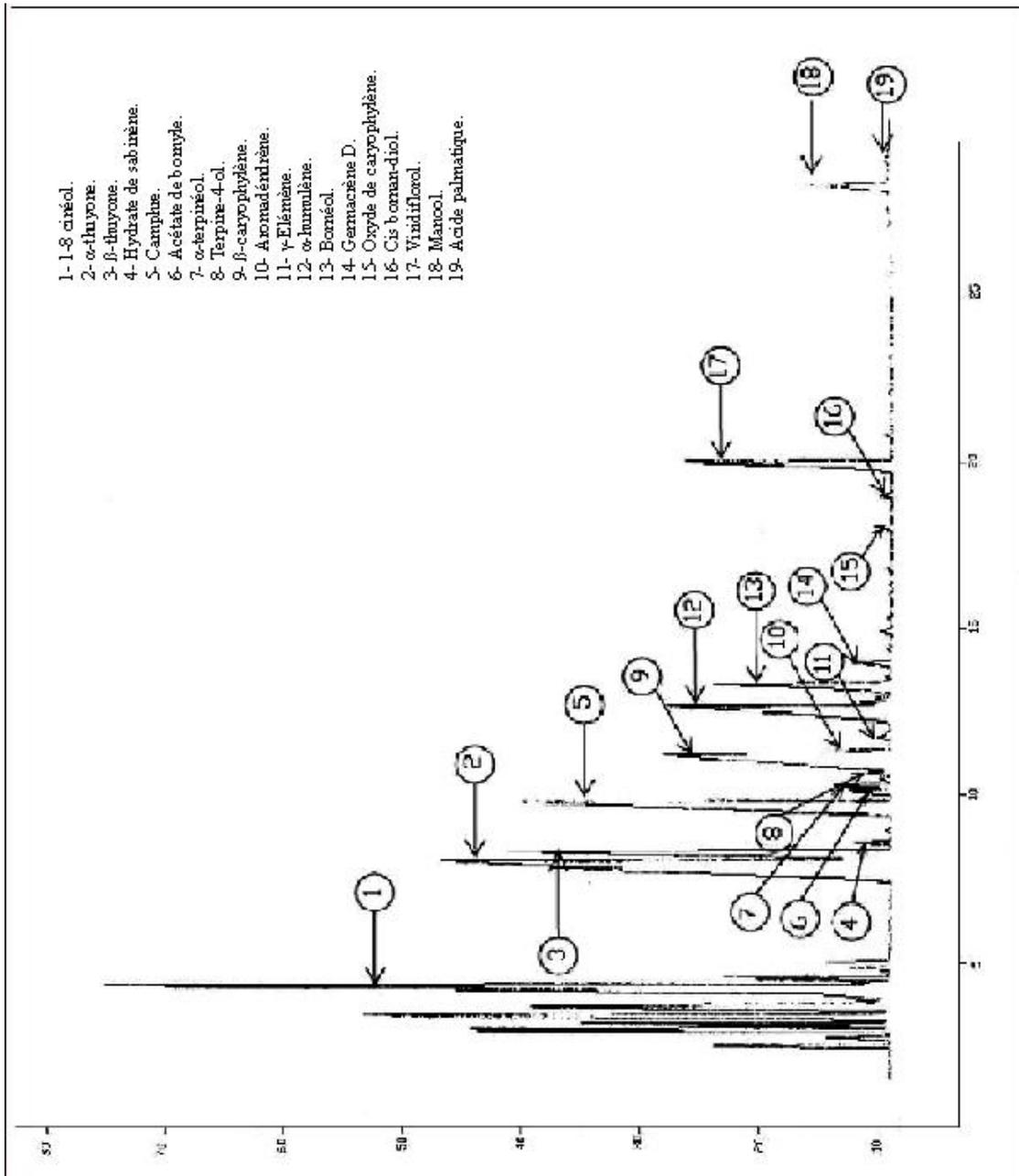


Figure 18: Profil chromatographique de l'huile primaire de *Salvia officinalis* L.

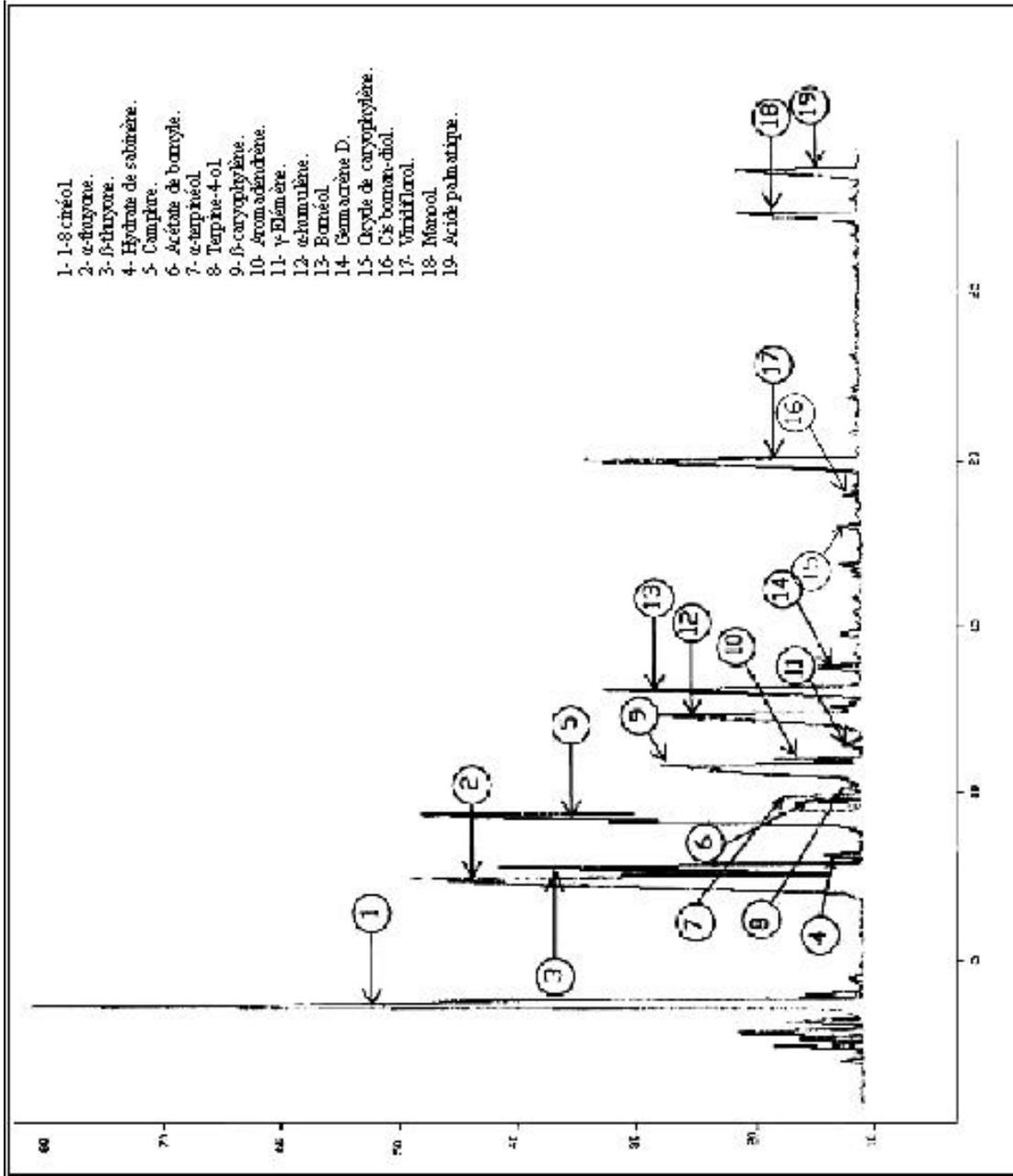


Figure 19: Profil chromatographique de l'huile secondaire de *Salvia officinalis* L.

Le tableau 13 suivant, donne les teneurs des constituants identifiés.

Tableau 13: Constituants identifiés dans les huiles primaire et secondaire de *Salvia officinalis* L.

N°	Nom du composé	Teneur relative, %	
		HE primaire	HE secondaire
1	1-8 cinéol	19,28	16,65
2	α -thuyone	21,74	19,57
3	β -thuyone	8,07	7,30
4	Hydrate de Sabinène	0,32	0,34
5	Camphre	10,61	14,43
6	Acétate de bornyle	0,33	0,42
7	α -terpinéol	0,53	0,68
8	Terpine-4-ol	0,27	0,20
9	β -caryophylène	9,64	7,60
10	Aromadéndrène	0,44	0,81
11	γ -élémente	0,34	0,33
12	α -humulène	7,31	6,11
13	Bornéol	3,25	5,21
14	Germacnéne D	0,53	0,70
15	Oxyde de caryophylène	0,27	0,27
16	Cis bornan-diol	0,25	0,23
17	Viridiflorol	4,43	6,84
18	Manool	1,56	2,73
19	Acide palmitique	0,06	2,60
Total		89.23	93.02

La lecture du tableau suggère les remarques suivantes :

- les huiles essentielles primaire et secondaire, présentent les mêmes constituants majoritaires qui sont :
 α -thuyone > 1-8 cinéol > camphre > β - caryophylène.
- On note que les teneurs relatives des différents constituants varient peu entre l'huile primaire et secondaire. Cependant, nous constatons des teneurs plus élevées pour certains constituants dans l'huile secondaire,

du fait de leur solubilité relativement plus élevée dans l'eau. C'est le cas des dérivés oxygénés, tels que le camphre, le bornéol, le manool et le viridiflorol.

Les figures 20 et 21 représentent les profils chromatographiques de l'huile essentielle des feuilles et des fleurs, provenant de l'échantillon du lot 1.

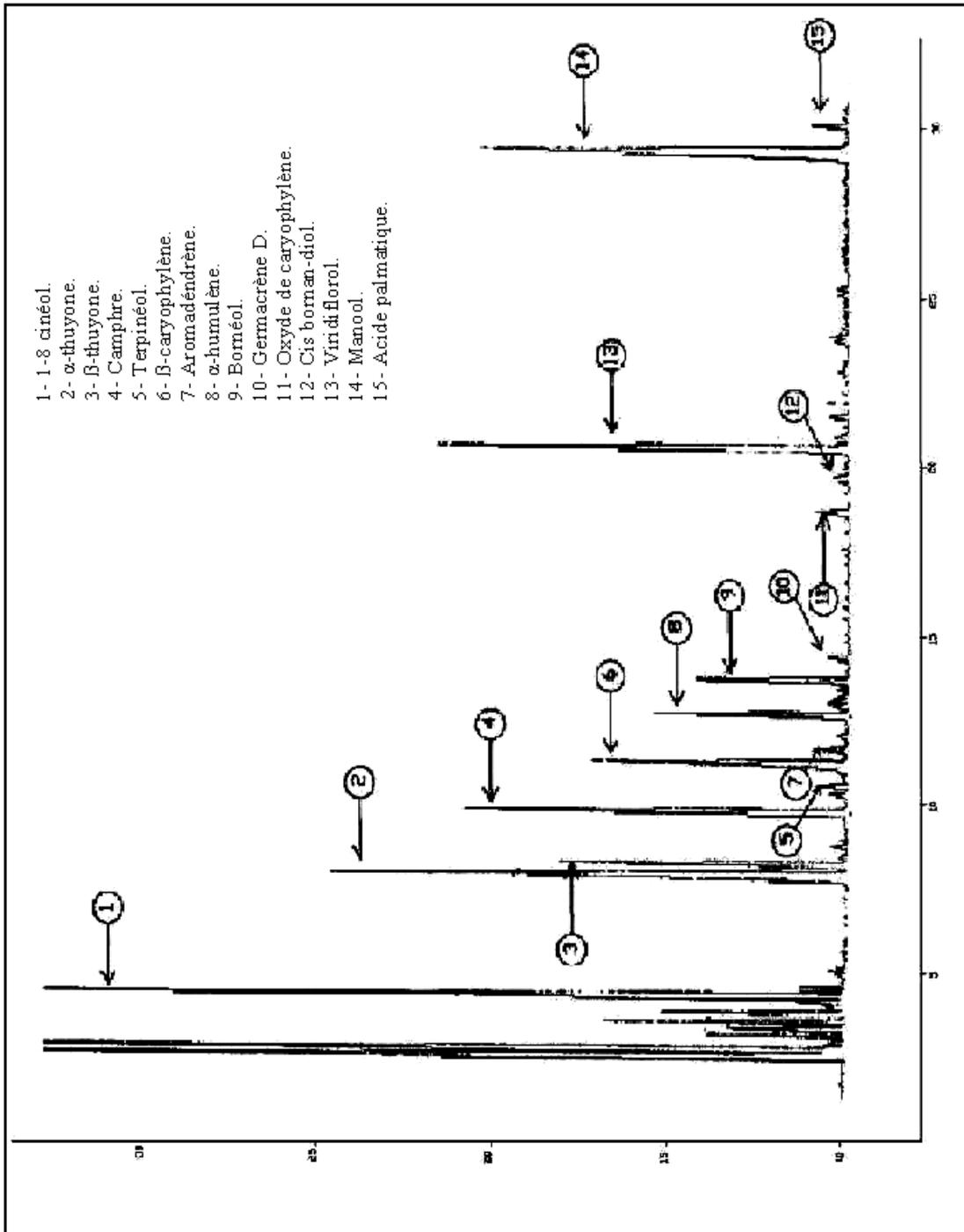


Figure 20 : Profil chromatographique de l'huile essentielle extraite à partir des feuilles de *Salvia officinalis* L.

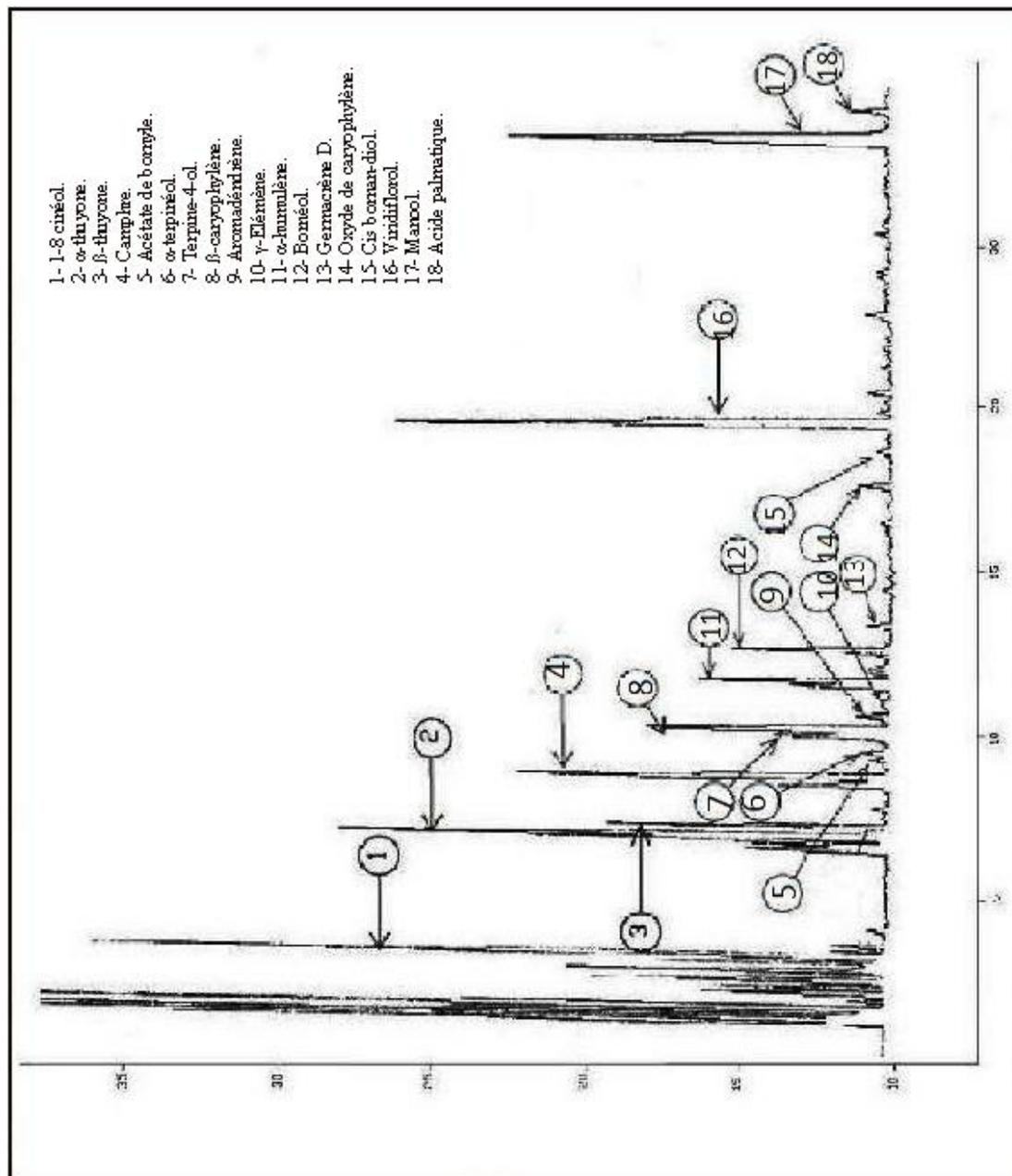


Figure 21 : Profil chromatographique de l'huile essentielle extraite

à partir des fleurs de *Salvia officinalis* L.

Dans le tableau 14, sont présentés les teneurs des constituants identifiés.

Tableau 14 : Constituants identifiés dans les l'huiles essentielles extraites des feuilles et des fleurs de *Salvia officinalis* L.

N°	Nom de composé	Teneur relative, %	
		HE Feuilles	HE Fleurs
1	1-8 cinéol	11,91	8,62
2	α -thuyone	13,98	11,33
3	β -thuyone	5,59	4,26
4	Camphre	8,73	6,21
5	Acétate de bornyle	—	0,45
6	α -terpinéol	0,71	0,44
7	Terpine-4-ol	—	2,56
8	β -caryophyllène	6,99	4,74
9	Armadéndrène	0,95	0,52
10	γ -élémente	—	0,32
11	α -humulène	1,54	3,13
12	Bornéol	2,65	2,98
13	Germacnéne D	0,56	0,35
14	Oxyde de caryophyllène	1,23	0,074
15	Cis bornan-diol	0,82	0,60
16	Viridiflorol	14,39	12,72
17	Manool	15,27	14,23
18	Acide palmitique	0,99	0,93
Total		86,31	74,44

La lecture du tableau suggère les remarques suivantes :

- Les huiles essentielles extraites des feuilles et des fleurs, présentent les constituants majoritaires suivants:
manool > viridiflorol > α -thuyone > 1-8 cinéol.

- Le pourcentage des constituants identifiés dans l'huile extraite des feuilles est supérieur à celui obtenu lors de l'extraction des fleurs (86,31% contre 74,44%).

Les analyses préliminaires de l'huile essentielle extraite des tiges, semblent révéler une composition qualitative similaire à celle des huiles essentielles extraites des feuilles et des fleurs. Cette composition, comparable à celle rapportée par Chafaa et coll. [26], laisse supposer qu'il s'agit d'un nouveau chémotype de *Salvia officinalis* L. où le constituant majoritaire serait le manool.

Par ailleurs, les résultats montrent que les deux lots de sauge utilisés dans le cadre de ce travail constituent deux chémotypes différents:

Lot 1: Chémotype à manool, viridiflorol, α -thuyone

Lot 2: Chémotype à α -thuyone, 1-8 cinéol, camphre

CONCLUSION

Ce travail a porté sur l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau et l'analyse de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. La cinétique d'extraction de l'huile des parties aériennes de la plante, récoltées à différentes périodes du cycle végétatif, d'une part, et des différents organes du végétal, d'autre part, a été étudiée.

Après avoir déterminé les conditions opératoires d'extraction à l'échelle laboratoire, tels que le débit de vapeur et la masse de matière végétale à traiter, nous avons procédé à l'extraction de l'huile essentielle des échantillons de la plante correspondant aux différentes périodes de végétation, en l'occurrence, la période précédant la boutonisation, la période de boutonisation et celle de la floraison. Les variations des allures des courbes cinétiques observées, suivant la période de végétation, pourront être attribuées à la présence de différents organes aux différents stades végétatifs. Ces organes, feuilles, tiges, boutons et fleurs, n'ont pas la même morphologie et peuvent, donc, donner lieu à des processus de transfert de matière différents.

L'étude de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de chacun des différents organes de la plante a conforté cette hypothèse. En effet, les allures des courbes cinétiques d'extraction de l'huile essentielle des feuilles et des tiges, ont montré qu'au début du processus, c'est l'extraction de l'huile essentielle des feuilles qui confère sa cinétique au processus global, l'extraction de l'huile à partir des tiges étant négligeable. Par contre, c'est l'extraction de l'huile des tiges qui régit la cinétique d'extraction du mélange feuilles - tiges, après une heure de traitement, les feuilles étant déjà épuisées de leur huile. Entre une demi-heure et une heure, il y aurait la contribution aussi bien des tiges que des feuilles. Quant à la cinétique d'extraction de l'huile essentielle des échantillons constitués de feuilles, des tiges et des fleurs, nous avons pu constater que pendant toute la durée d'extraction, la cinétique du mélange suit celle de l'extraction de l'huile des fleurs. Ce comportement est probablement dû à la très faible proportion de feuilles et de tiges dans l'échantillon fleuri.

Par ailleurs, nous avons effectué deux essais d'extraction à l'échelle semi pilote, l'un relatif à l'étude cinétique et le second, ayant pour objectif la récupération des huiles primaire et secondaire. Des échantillons représentatifs de *Salvia officinalis* L., constitués de tiges et de feuilles de deux lots cultivés à l'Ecole Nationale Polytechnique ont été utilisés: le lot 1,

identique à celui utilisé lors des essais effectués à l'échelle laboratoire, pour l'étude cinétique et le lot 2 pour la récupération des huiles primaire et secondaire

La comparaison des courbes cinétiques obtenues aux échelles laboratoire et semi - pilote a permis de constater qu'elles présentent des évolutions semblables, mais avec des vitesses différentes. En outre, les rendements obtenus à l'échelle laboratoire représentent le triple de ceux obtenus à l'échelle semi - pilote. Cette différence pourrait être attribuée à la différence des débits spécifiques. En effet, le débit spécifique utilisé à l'échelle laboratoire est environ dix fois supérieur à celui utilisé à l'échelle semi - pilote.

Les résultats de l'essai de récupération des huiles primaire et secondaire ont montré que plus de 12% de l'huile globale sont solubilisés dans la phase aqueuse à la température de travail et ne peuvent être récupérés par décantation. Nous recommandons de procéder à une extraction liquide - liquide des eaux de distillation ou de prévoir un système de cohobage, afin de récupérer l'huile secondaire.

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse, des échantillons d'huile essentielle extraite des différents organes de la plante a permis d'identifier ses principaux constituants, représentant environ 80% de l'huile. Les profils chromatographiques des huiles extraites des feuilles, des tiges et des fleurs sont identiques et suggèrent que leur composition chimique est similaire, le manool, le viridiflorol, l' α -thuyone et le 1-8 cinéol, étant les constituants majoritaires. Cette composition laisse supposer qu'il s'agit d'un nouveau chémotype de *Salvia officinalis* L. du lot 1, où le constituant majoritaire serait le manool.

La composition qualitative des huiles essentielles primaire et secondaire s'est avérée identique, avec comme constituants majoritaires l' α -thuyone, le 1-8 cinéol, le camphre et le β -caryophyllène. Cette composition permet de classer l'huile essentielle du lot 2 dans le chémotype à α -thuyone-1-8 cinéol- camphre déjà connu.

Cette étude mérite d'être poursuivie, aussi bien sur le plan extraction que l'analyse, afin de permettre la valorisation de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

Bibliographie

- 1- P. VANIER et C. TRUDEAU. Encyclopédie des aliments, Sauge. Ed Institut des nutraceutiques et des aliments fonctionnels, université de Laval, 2006
- 2- F. COUPLAN, E. STYNER. Guide des plantes sauvages comestibles et toxiques.
- 3- M. WICHTL, R. ANTON. Plantes thérapeutiques, tradition pratique officinale science et thérapeutique, 2^{ème} édition, Ed TEC et DOC, 2003.
- 4- Le site web <http://fr.wikipedia.org/wiki/Sauge>, un article de « Wikipédia, l'encyclopédie libre » 2007.
- 5- J.GARNERO. Techniques de l'Ingénieur, traité Constantes physico-chimiques, p K345-2
- 6- A. BELOUED. Plantes médicinales d'Algérie, Ed. OPU, 1998.
- 7- L. BEZANGER, M.P. BEAURQUESNE, M. TORCK et F. TROTIN. Plantes médicinales des régions tempérées, Ed. Maloine, Paris, 1980.
- 8- M. GRIECE. A modern herbal, vol II. 1959.
- 9- H. CHAUMETON. Les plantes aromatiques, comment les reconnaître. Ed. Paris Solar 1981.
- 10- CF. LIMA, PB. ANDRADE, RM. SEABRA et coll. The drinking of a *Salvia officinalis* L, infusion improves liver antioxidant status in mice and rats. J. Ethnopharmacol, 2005.
- 11- K. NINOMIYA, H. MATSUDA, H. SHIMODA et coll. Carnosic acid, a new class of lipid absorption inhibitor from sage. Ed Bioorg Med Chem Lett, 2004.
- 12- S. AKHONDZADEH, M. NOROOZIAN, M. MOHAMMADI et coll. *Salvia officinalis* L, extract in the treatment of patients with mild to moderate Alzheimer's disease: a double blind, randomized and placebo-controlled trial. J Clin Pharm Ther, 2003.
- 13- EK. PERRY, AT. PICKERING, WW. WANG et coll. Medicinal plants and Alzheimer's disease: from ethnobotany to phytotherapy. J. Pharm Pharmacol, 1999.
- 14- FJ. ALARCON-AGUILAR, R. ROMAN-RAMOS, JL. FLORES-SAENZ et coll. Investigation on the hypoglycaemic effects of extracts of four Mexican medicinal plants in normal and alloxan-diabetic mice. J. Phytother Res, 2002.
- 15- L. CAMPANELLA, A. BONANNI, G. FAVERO et coll. Determination of antioxidant properties of aromatic herbs, olives and fresh fruit using an enzymatic sensor. J. Anal Bioanal Chem, 2003.

- 16- K. V. VENKATACHALAM, R. KJONAAS, et R.CROTEAU. Plant physiol. Ed Institute of Biological Chemistry and Biochemistry, Washington State University, Pullman, Washington, 1984.
- 17- H. VIAUD. Distillateur - Thérapeutiques naturelles. Ed GNOMA, 1993.
- 18- B. M. LAWRENCE. Perfum. Flavor. Ed institute of chemistry, Goštauto 9, Vilnius, Lithuania, 1981.
- 19- A. O. TUCKER and M. J. MACIARELLO. J. Essent. Oil Res. Ed institute of chemistry, Goštauto 9, Vilnius, Lithuania, 1990.
- 20- D. MOCKUTĖ, O. NIVINSKIENĖ, G. BEMOTIENĖ, et R. BUTKIENĖ. The cis-thujone chemotype of *Salvia officinalis* L. essential oils. Ed Chemija (Vilnius), 2003.
- 21- E. Guenther. Oil of sage, in The Essential Oils. Ed Krieger: Malabar, 1949.
- 22- R. K. M. Hay et P. G. Waterman. In Volatile Oil Crops: Their Biology, Biochemistry and Production. Eds.; Longman: Harlow, U.K., 1993.
- 23- M. AMELLAL et S. ACHOURI. Contribution à l'étude de l'huile essentielle de la sauge. Projet de fin d'études, INA, Alger, 1998.
- 24- G. VERNIN et J. METZGER. Analysis of sage oils by GC-MS data bank- *Salvia officinalis* L. and *Salvia lavendulaefolia* Vah. Ed. Laboratoire de Chimie organique, Faculté des sciences et techniques de St-jérôme, Marseille, France, 1986.
- 25- S. GOMES et F. FERREIRA. J. Agric. Food Chem., 2001.
- 26- I. CHAFAA. Extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par différents procédés. Projet de fin d'études, ENP, Département Génie Chimique, Alger, 2006.
- 27- P. R. VENSKUTONIS. Effet of draying on the volatile constituents of thyme (*thymus vulgaris*) and sage (*Salvia officinalis* L.). Food. Chem, vol 49, N°2, 1997.
- 28- T. BERNARD, F. PERRINEAU, BRAVOR et A. GASSET. Extraction des huiles essentielles (chimie et technique). Information chimie, n° 298, pp : 178-784, 1988
- 29- N. BRUNETON. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 2^{ème} édition, Ed. Lavoisier, 1993.
- 30- AMIOUD. Extraction des huiles essentielles des mandarines. Projet de fin d'études, INA, Département de Technologie Alimentaire et Nutrition Humaine, Alger, 1995.
- 31- AFNOR. Les huiles essentielles. Recueil de normalisation française, 1992.
- 32- E. GELDMEISTER et F. HOFFMAN. Les huiles essentielles, T III. Ed. la maison Schimmel, 1919.
- 33- M. EDEAS. Guide du Gourmet. Ed la société française des antioxydants. 3^{ème} Conférence Ingrédients Minceur, 2007.

- 34- M. CUVELIER, C. BERSET et H. RICHARD. Antioxydant constituents in sage (*Salvia officinalis* L.) J.Agric, Food chem, 1994.
- 35- E.BOCCHIO. Hydrodistillation des huiles essentielles. Parfums, cosmétiques, arômes, 1985.
- 36- P.CARRE. Précis de technologie et de chimie industrielle, tome III. Ed J.B.Baillière et fils, Paris, 1953.
- 37- M. WARNOD. Natural essential oils: extraction processes and applications to some major oils. B.. Perfumer et Flavorist, 1984, p. 9, 93
- 38- C. V. RECHENBERG. Theorie der gewinnung und trennung der Atherischen öle durch distillation, Miltitz Bei Leipzig, Selbsverlag Von Schimmel et Co p.261-317, 1910.
- 39- J. CARNERO, R. JOBBACHI. Contribution à l'étude de la composition chimique de l'huile essentielle de cyprès Algérie, Rivista Italiana. E. P. P. O., 1975.
- 40- M. P. OTTO. L'industrie des parfumes. Ed DUNOD, 1961.
- 41- E. GUEORGUIEV, N. GUENOV, R. D. LASAROVA, et G. P. GUANTCHEV. Rivista Italiana. E. P. P. O, Maggio, 1978.
- 42- E. GUEORGUIEV. Technologie de la production des huiles essentielles. Ed de l'institut supérieur de technologie des industries alimentaires, Plovdiv, 1988.
- 43- E. Gueorgiev. Technologie de la production des huiles essentielles ; Ed de l'Institut Supérieur à l'industrie alimentaire. Plovdiv ; Bulgarie ; 1988.
- 44- H. TATU. L'industrie moderne des parfumes. Ed institut industriel d'Algérie
- 45- O. BERRADJ. Contribution à la réalisation et à la mise en œuvre d'un extracteur d'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau. Thèse de magistère, ENP, Département de Génie Chimique, Alger, 2006.
- 46- F. TIFAOUÏ et M. SI MEHAND. Mise en œuvre d'une unité d'extraction solide – fluide à l'échelle semi – pilote, Projet de fin d'étude ENP, Alger, Travaux encours.
- 47- A.VIALA. Elément de toxicologie, Technique et documentation. Ed Lavoisier, 1998.
- 48- R. PARIS, et M GORDON. Chromatographie en couche mince et sur papier des huiles essentielles. Ed. Masson, Paris, 1979.
- 49- ROUESSAC. Analyse chimique (Méthode et technique). Ed. Dunod, Paris, 1998.
- 50- J.TRANCHANT. Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse. 3^{ème} Ed. Masson, 1982.

ANNEXE I

Détermination du taux d'humidité de la matière végétale

Matériel utilisé :

Appareil de Dean-Stark, schématisé à la figure 1.

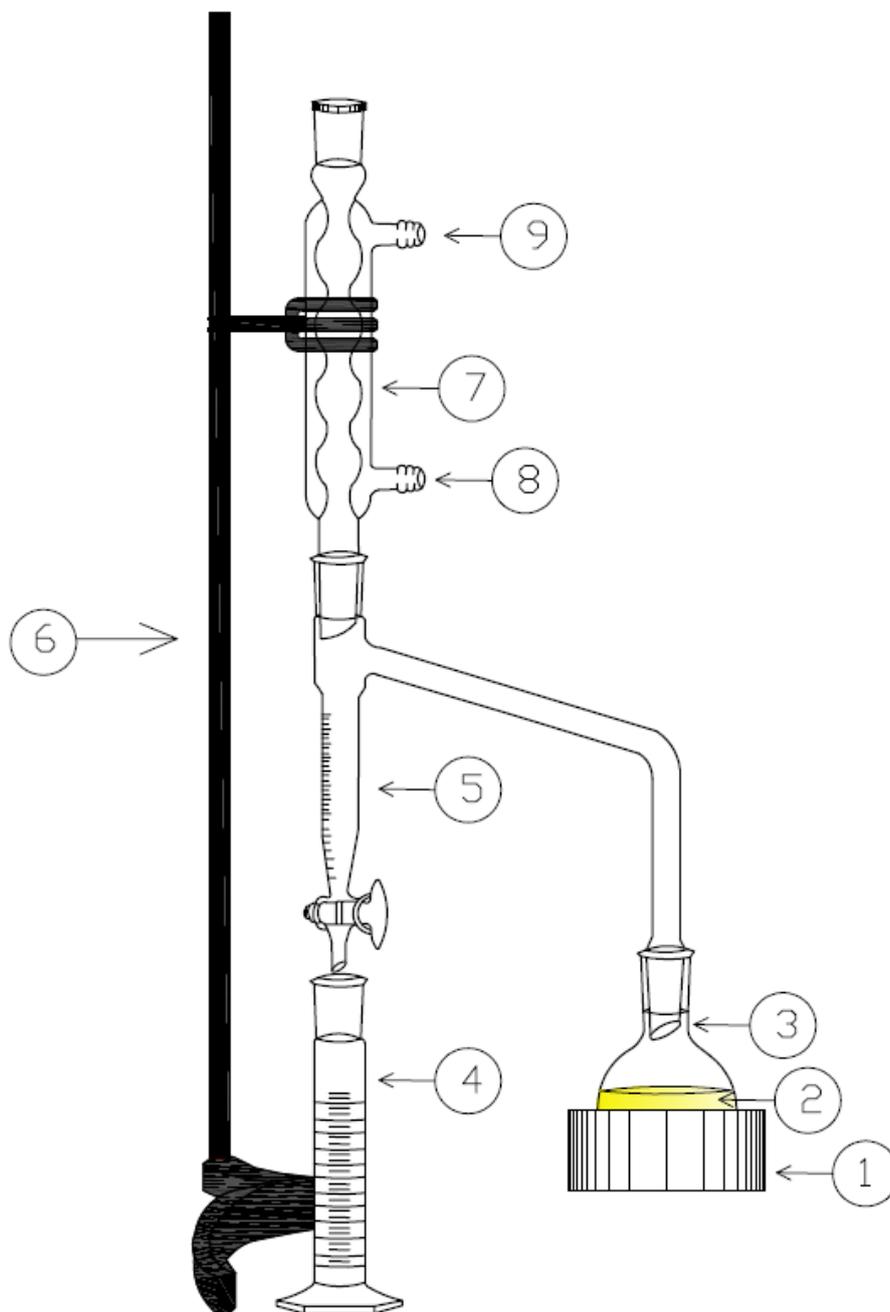


Figure 1 : Dispositif de DEAN et STARK pour la mesure du taux d'humidité.

- 1) Chauffe ballon.
- 2) Xylène.
- 3) Un ballon de 500 ml.

- 4) Eprouvette.
- 5) Un tube récepteur gradué de 0 à 10 ml, muni d'un robinet à sa partie inférieure.
- 6) Support.
- 7) Réfrigérant.
- 8) Entrée de l'eau de refroidissement.
- 9) Sortie de l'eau de refroidissement.

Mode opératoire :

Introduire une masse de $(10 \pm 0,5)$ g du *Salvia officinalis* L dans le ballon de 500 ml. Ajouter de xylène jusqu'à immersion totale de la matière végétale et surmonter le ballon de tube récepteur 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.

Calcul :

La teneur en eau de la matière végétale, exprimée en % de masse de la matière végétale, est calculée par la formule suivante :

$$H = (V_{\text{eau}} \cdot \rho_{\text{eau}}) \cdot 100/M$$

H : Taux d'humidité (%)

V_{eau} : 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).

Précision de la mesure

L'écart admis sur les volumes d'eau recueillis pour deux essais répétitifs est au maximum de 0,2 ml.