

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Projet de Fin d'Etudes

Thème

**MISE EN ŒUVRE D'UNE INSTALLATION
D'EXTRACTION SOLIDE/VAPEUR ET SOLIDE/LIQUIDE
A L'ECHELLE SEMI-PILOTE**

Proposé par :

Mr E-H. BENYOUSSEF
M^{me} S. CHARCHARI

Etudié par :

M^{elle} F.TIFAQUI
Mr M. SI MEHAND

Dirigé par :

Mr E-H. BENYOUSSEF
M^{me} S. CHARCHARI

PROMOTION : JUIN 2007

E.NP.10, Avenue Hacén Badi – El-Harrach - Alger

DEDICACES

A mes très chers parents

A mes frères : Hocine, Said, et Ahmed

*A mes soeurs : Nacira, Malika, Nora, Samira,
Samia et ses deux fils, Rafik et Anis*

*Pour l'amour qu'ils m'ont témoigné, et le soutien qu'ils m'ont
apporté.*

*A mon fiancé : SI MEHAND Farid pour son soutien et ses
encouragements.*

À mes amies : Hadjer , Ferial, Naciba, et Amira ;

A mon collègue SI MEHAND massinissa.

A tout ceux qui me sont chers.

*Je dédie ce modeste travail,
en signe de reconnaissance
et de profonde affection*

Fatima

*A la mémoire de mon père et celle de mon ami MEZIANI M'heni
Pour toi Maman, à tous ceux qui me sont cher,
Je vous dédie ce travail...*

Massi

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 Monsieur le professeur C.E. CHITOUR, de l'ENP, de nous avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury.

Que Monsieur A. SELATNIA Professeur à ENP,

Madame F. MEZIANI Chargée de cours à ENP,

trouvent ici également, l'expression de nos vifs remerciements pour avoir accepté d'être membre de notre jury.

Nous tenons à témoigner notre reconnaissance à Monsieur NEHITI, technicien à l'ENP, pour son aide lors de la mise en place de notre installation.

La réalisation des dessins techniques des équipements de l'installation n'aurait pu se faire sans l'aide de nos amis Farid, Bouki, Nacer Abas, El-Hadj, Said la poute, Rahman, Nacer Loudahi, La3war, Laarbi et Mohand Namer étudiants à l'EPAU. Qu'ils trouvent ici notre reconnaissance et remerciements pour leur aide.

Nos remerciements s'adressent aussi à Krime et Salah de la Bibliothèque de l'ENP, pour leur dévouement et leurs compétences.

Nous voudrions exprimer ici notre reconnaissance au personnel du Centre Médicale de l'ENP, notamment Dr. M.SADAoui pour leur soutien morale.

الموضوع : تشغيل وحدة لاستخلاص صلب/بخار و صلب/سائل على مستوى نصف صناعي.

ملخص : يتناول هذا العمل تشغيل وحدة لاستخلاص صلب/بخار و صلب/سائل على مستوى نصف صناعي. أثناء هذه الدراسة، قمنا بتصميم و إنجاز وحدة لاستخلاص الزيت الأساسي بواسطة بخار الماء على مستوى نصف صناعي. و التي قمنا بمعابقتها و اختبارها عن طريق القيام بدراسة تغيّرات حجم بخار الماء المنتج في وحدة زمنية مع وسائل التسخين المستعملة. كما قمنا باستخلاص الزيت الأساسي للمريمية. و كذلك تقدير فاعلية الأجهزة المستعملة من أجل تعيين نقائص هذه الوحدة و صياغة توصيات لتحسين فاعليتها.

الكلمات الافتتاحية: الاستخلاص صلب/بخار، الزيوت الأساسية، السحب ببخار الماء، منتج البخار، مكثف، المستخرج، الترسيب.

Thème : Mise en œuvre d'une installation d'extraction solide/vapeur et solide/liquide à l'échelle semi-pilote.

Résumé : Ce travail consiste en la mise en œuvre d'une installation d'extraction solide/vapeur et solide/liquide à l'échelle semi-pilote. Au cours de cette étude, nous avons conçu et réalisé une installation d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau que nous avons testé en procédant à l'étude de la variation du débit de vapeur produit en fonction du système de chauffage utilisé, et à l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. Nous avons également évalué l'efficacité des équipements utilisés dans le but de relever les insuffisances de notre installation et de formuler des recommandations pour améliorer ses performances.

Mots clés : Extraction solide/fluide – Huile essentielle - Entraînement à la vapeur d'eau – Chaudière – Condenseur – Décantation – Extracteur.

Subject : Implementation of a solid/vapor and solid/liquid unit of extraction on the scale semi-pilot.

Summary: This work consists of the implementation of a solid/vapor and solid/liquid unit of extraction on the scale semi-pilot. During this study, we designed and carried out an extraction plant of essentials oils by drive with the steam which we tested while proceeding to the study of the variation of the steam output produced according to the system of heating used, and with the extraction of Sage essential oil. We also evaluated the effectiveness of the equipments used with an aim of raising the insufficiencies of our installation and of making recommendations to improve its performances.

Key words: Extraction solid/fluid, essential oil, steam distillation, boiler, Condenser, Extractor.

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau I.1 : Caractéristiques physico-chimiques liées à la volatilité de quelques constituants odorants.....	13
Tableau IV.1 : Débit obtenu avec rubans, sans calotte et sans décanteur.....	42
Tableau IV.2 : Débit obtenu sans rubans, avec calotte et sans décanteur.....	43
Tableau IV.3 : Débit obtenu avec rubans, avec calotte et sans décanteur.....	44
Tableau IV.4 : Débit obtenu avec rubans, avec calotte et décanteur.....	45
Tableau IV.5 : Résultats des essais sur le petit extracteur vide.....	45
Tableau IV.6 : Débit obtenu avec rubans, sans calotte et sans décanteur.....	46
Tableau IV.7 : Débit obtenu avec rubans, avec calotte et sans décanteur.....	46
Tableau IV.8 : Débit obtenu avec rubans, avec calotte et avec décanteur.....	47
Tableau IV.9 : Résultats des essais sur le grand extracteur vide.....	47
Tableau IV.10 : Evolution de la masse d'huile essentielle au cours du temps.....	50
Tableau IV.11 : Evolution du rendement en huile essentielle au cours de temps.....	50
Tableau IV.12 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle en fonction du temps.....	52
Tableau IV.13 : Débit obtenu lors de l'extraction d'HE avec le grand extracteur.....	53
Tableau V.1 : Résultats obtenus pour le calcul de la surface d'échange nécessaire.....	65
Tableau V.2 : Eléments de calcul de la chaudière.....	67

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure I.1 : Schéma de principe du procédé d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.....	4
Figure I.2 : Evolution des températures de distillation de l'eau et l'huile essentielle, et du mélange eau/huile essentielle en fonction de la pression du milieu.....	11
Figure II.1 : Chaudières à vaporisation instantanée : vue éclatée (construction Wanson)....	18
Figure II.2 : Chaudières Field ordinaire : schéma de principe.....	19
Figure II.3 : Le chapiteau.....	21
Figure II.4 : Alambic à plusieurs plateaux.....	22
Figure II.5 : Différents types des échangeurs tubulaires.....	24
Figure II.6 : Vases florentins pour la séparation des huiles essentielles	29
Figure II.7 : Vase florentin pour la séparation des huiles plus légères ou plus lourdes que l'eau.....	30
Figure II.8 : Vase florentin pour la séparation des huiles composée de deux fractions (légère et lourde).....	31
Figure III.1 : Schéma global de l'installation.....	32
Figure IV.1 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L.....	51
Figure V.1 : Evolution de la chaleur spécifique de l'eau en fonction de la température.....	55
Figure V.2 : Evolution de la chaleur spécifique de la vapeur d'eau en fonction de la température.....	56
Figure V.3 : Profil d'évolution de la température dans le condenseur pour une vapeur à 100°C.....	57
Figure V.4 : Distribution des températures à l'entrée et sortie de condenseur.....	58
Figure V.5 : Profil d'évolution de la température dans le condenseur pour une vapeur à 110°C.....	60

SOMMAIRE

	Page
INTRODUCTION	01
CHAPITRE I - PROCEDES D'EXTRACTION	
I.1. L'extraction solide/fluide.....	02
I.2. Les huiles essentielles	02
I.3. Procédés d'extraction des huiles essentielles.....	03
I.3.1. Entraînement à la vapeur d'eau.....	03
I.3.2. Hydrodiffusion.....	04
I.3.3. Hydrodistillation.....	05
I.4. Processus de distillation des huiles essentielles.....	05
I.4.1. Processus d'hydrodiffusion.....	05
I.4.2. La co-distillation.....	09
I.4.3. Séparation de l'huile essentielle des condensats.....	13
I.5. Autres procédés d'extraction.....	14
I.5.1. Extraction par expression à froid.....	14
I.5.2. Extraction aux solvants volatils.....	14
I.5.3. Extraction au CO ₂ supercritique	14
I.5.4. L'enfleurage	15
CHAPITRE II – DIFFERENTES TECHNOLOGIES DES EQUIPEMENTS	
II.1. La chaudière ou génératrice de vapeur.....	16
II.1.1. Classification en fonction de la conception.....	16
II.1.2. Calcul d'une chaudière.....	20
II.1.3. Données nécessaires pour le calcul d'une chaudière.....	20
II.1.4. Puissance utile.....	21
II.1.5. Puissance introduite.....	21
II.2. Extracteur ou alambic.....	21
II.3. Le condenseur.....	23
II.3.1. Classement technologique.....	23
II.3.2. Classement fonctionnel.....	25
II.4. Le décanteur.....	26
II.4.1. Vitesse d'ascension de l'huile essentielle.....	26
II.4.2. Principe de fonctionnement.....	28
II.4.3. Vase florentin.....	29
CHAPITRE III –APPAREILLAGE : CONCEPTION ET REALISATION	
III.1. La chaudière.....	33
III.2. les extracteurs.....	35

III.3. Le condenseur.....	38
III.4. Le décanteur.....	40

CHAPITRE IV– MISE EN ŒUVRE DE L’INSTALLATION

IV.1. Les essais à blanc (sans matière végétale).....	42
IV.1.1. Cas de petit extracteur.....	42
IV.1.2. Cas de grand extracteur	46
IV.2. Extraction d’huile essentielle.....	48
IV.2.1. Matière végétale.....	48
IV.2.2. Utilisation de l’installation.....	48
IV.2.3. Cas de petit extracteur	49
IV.2.4. Cas de grand extracteur.....	52

CHAPITRE V- ELEMENTS DE CALCUL DE L’INSTALLATION

V.1. L’extracteur.....	54
V.2. Le condenseur	55
V.2.1. Cas du petit extracteur	56
V.2.2. Cas du grand extracteur.....	62
V.3. La chaudière	65
V.3.1. Les données.....	65
V.3.2. Calculs.....	66
V.4. Le décanteur.....	67
V.4.1. Les données	67
V.4.2. Calculs	68
V.4.3. Résultats et discussion	69

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS.....	70
---	-----------

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE

INTRODUCTION

Occupant déjà une place très importante dans l'économie du secteur agricole et agroalimentaire, la production d'huile essentielle est considérée, depuis plusieurs années, comme l'une des filières les plus prometteuses pour la diversification des débouchés des productions agricoles.

Par la diversité de son climat et de ses sols, l'Algérie possède une flore particulièrement riche, ce qui lui confère une place privilégiée pour la culture et l'exploitation des plantes aromatiques et médicinales. Ainsi, dans le cadre de la valorisation des essences d'espèces végétales algériennes, nous nous sommes intéressés à la mise en œuvre d'une installation d'extraction, à l'échelle semi-pilote, par entraînement à la vapeur d'eau.

Après avoir décrit les différents procédés d'extraction solide/fluide et rappelé les principales lois régissant le transfert de matière dans le cas de la distillation des huiles essentielles, notre choix s'est porté sur la réalisation d'une installation d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau. A cet effet, nous présenterons dans le deuxième chapitre une revue bibliographique des technologies existantes des éléments principaux d'une unité d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau, à savoir, la chaudière, l'extracteur, le condenseur, et le décanteur.

La conception et la réalisation d'une unité d'extraction à l'échelle semi-pilote à partir d'éléments de récupération en verre spécial (EIVS), disponibles dans le hall de génie chimique, la présentation de chaque équipement par des dessins techniques, font l'objet du troisième chapitre.

Le quatrième chapitre est consacré à la mise en œuvre de notre installation, à travers l'étude de la variation de débit de vapeur en fonction de système de chauffage utilisé, c'est-à-dire l'utilisation ou non des rubans et calotte chauffants.

Après avoir maîtrisé le réglage et le contrôle du débit de vapeur d'eau, nous avons testé le fonctionnement de notre installation en procédant à l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. Deux essais ont été menés, l'un visant l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'extraction, le second portant sur la détermination de la proportion d'huile essentielle secondaire (solubilisée dans les eaux de distillation).

Enfin, nous avons évalué l'efficacité des équipements utilisés, dans le but de relever les insuffisances de notre installation et de formuler des recommandations pour améliorer ses performances.

CHAPITRE I

PROCEDES D'EXTRACTION

NOMENCLATURE CHAPITRE I

D	Le débit massique de distillat	[g/s]
M_i	Masse moléculaire de constituant i	[g/mole]
P_c	Pression critique	[atm]
P_i	Pression partielle de constituant i	[atm]
P_i°	Tension de vapeur de constituant i pur	[atm]
P_T	Pression totale	[atm]
R	Rapport massique d'entraînement dans le condensât	
T_c	Température critique	[°C]
T_{eb}	Température d'ébullition	[°C]
X_i	Fraction molaire du constituant i en phase liquide	
m_i	Poids de constituant i dans le distillat	[g]
n_i	Nombre de moles de constituant i	[mole]
t	La durée d'extraction	[hr]

INDICES

E	L'eau
H	L'huile essentielle

I.1. L'EXTRACTION SOLIDE/FLUIDE

L'extraction solide/fluide est une opération de séparation d'un ou plusieurs constituants solides ou liquides, contenus dans un corps solide, par solubilisation dans un fluide. Ce fluide, appelé généralement solvant, peut être un liquide ou un gaz (vapeur d'eau ou fluides supercritiques) [1].

C'est une opération très utilisée, entre autres, pour retirer des plantes et de certains organes animaux des produits alimentaires, pharmaceutiques, colorants ou odoriférants, en vue de la production de breuvages, drogues, teintures ou parfums.

Dans les industries agro-alimentaires, pharmaceutiques et de la parfumerie, de nombreux exemples d'extraction de produits naturels par l'eau, les alcools (éthanol, méthanol), ou par des solvants organiques, tels que l'hexane, les solvants chlorés, le benzène ou le toluène (ces deux derniers sont de moins en moins utilisés en raison de la législation sur les produits toxiques) peuvent être cités à titre indicatif :

- Les **huiles alimentaires** (colza, soja) sont retirées des graines oléagineuses par pression puis extraction à l'hexane ;
- Un grand nombre de **produits à activité pharmacodynamique**, contenus dans les plantes médicinales, sont extraits par l'eau, les alcools, les hydrocarbures ou les solvants chlorés ;
- Les **parfums naturels** sont isolés des plantes par les alcools ou les corps gras et donnent des teintures, infusions ou pommades [2].

I.2. LES HUILES ESSENTIELLES

Les huiles essentielles sont des produits obtenus à partir d'une matière première végétale soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir des fruits de citrus, soit par hydrodistillation. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques [3].

Les huiles essentielles sont localisées dans divers organes de la plante: tissus de la plante entière (thym, lavande, menthe, romarin), pétales des fleurs (rose, violette, jasmins tarteuse), les feuilles (géranium rosat), la racine (iris, ail, valériane), le bois (santal, cèdre), les fruits (orange, citron), la semence (anis), enfin dans les sucs résineux (térébenthine de la gemme de pin).

Du point de vue chimique, elles apparaissent à l'état libre ou formant des complexes, comme les glucosides; dans ce cas, un traitement spécial précède celui qui a pour but d'extraire le parfum proprement dit [4].

Les huiles essentielles sont des mélanges plus ou moins complexes, dont les constituants jouent, du point de vue parfum, des rôles d'inégale importance. Les uns contribuent puissamment à l'arôme de l'essence, d'autres participent simplement à l'harmonie du mélange. Il en est qui, complètement inodores ou peu odorants, ont un rôle tout à fait effacé. Enfin, certains corps constituent des facteurs négatifs qu'il y a intérêt à éliminer [5].

I.3. PROCÉDES D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES

Différentes techniques sont mises en œuvre pour l'extraction des huiles essentielles. Cette diversité est due à la variété des matières végétales et à la sensibilité considérable de certains de leurs constituants, ce qui implique l'emploi de moyens peu violents sans intervention d'agents chimiques trop énergétiques [6].

Le choix d'un procédé d'extraction dépend en tout premier lieu de l'organe, la nature, la richesse en huile essentielle de la matière végétale à traiter et de la qualité d'huile essentielle recherchée [7].

I.3.1. Entraînement à la vapeur d'eau

Dans ce procédé d'extraction, le matériel végétal est soumis à l'action d'un courant de vapeur d'eau ascendant. Les vapeurs contenant les composés entraînaux sont condensées puis décantées au moyen d'un vase florentin [8].

Ce procédé est applicable, en général, à toutes les essences qui ne sont pas sensiblement altérées par l'eau à 100 °C.

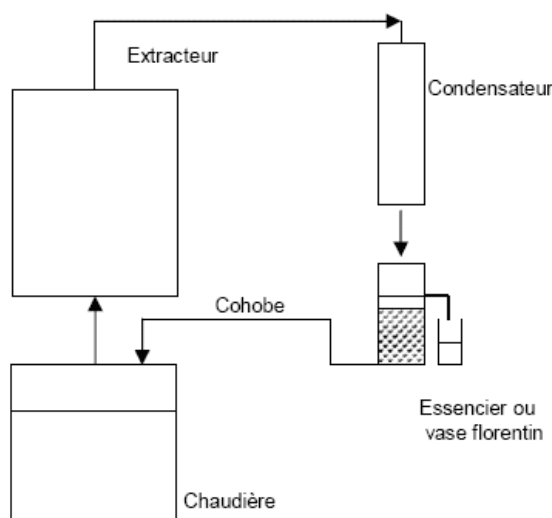


Figure I.1 : Schéma de principe du procédé d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau

L'extraction sous une pression réduite ou sous vide présente de grands avantages, car le point d'ébullition se trouve abaissé et par conséquent les phénomènes de décomposition par la chaleur et l'action oxydante de l'air sur les produits chauds se trouvent diminuées, aussi obtient-on des essences dont l'odeur est plus fine.

L'essence ainsi obtenue n'est pas toujours identique à celle contenue dans la plante: certains constituants sont plus ou moins soustraits à l'essence par dissolution dans l'eau, et certains esters ont pu être partiellement hydrolysés [5].

On doit donc recourir, dans des nombreux cas, au cohobage, qui consiste à envoyer les eaux séparées dans le vase florentin vers le générateur de vapeur pour subir une seconde distillation afin de ne pas perdre l'huile solubilisée [4].

I.3.2. Hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est un procédé d'extraction basé sur les mêmes principes que l'entraînement à la vapeur d'eau. La vapeur est introduite au dessus de la matière végétale et elle se déplace en flux descendant à travers celle-ci, en co-courant avec les eaux de condensation. A la sortie de l'extracteur, les vapeurs d'eau et d'huile, ainsi que les eaux de condensation, qui dans le cas de l'entraînement à la vapeur circulent à contre courant de la vapeur, sont refroidies et condensées.

Selon une étude faite, il s'est avéré que l'hydrodiffusion fournit trois fois plus d'huile nettement différente de celle obtenue par un classique entraînement à la vapeur d'eau. En particulier, les produits extraits lentement du matériel végétal se retrouvent en plus grande quantité dans l'huile essentielle obtenue par hydrodiffusion.

Il faut souligner que l'hydrodiffusion est tout à fait indiquée pour la production des huiles essentielles destinées à la parfumerie [8].

I.3.3. Hydrodistillation

Cette technique consiste à immerger la matière végétale dans l'eau, selon sa densité elle peut soit flotter, soit être complètement immergée. L'ensemble, eau et matière végétale, est porté à ébullition. L'opération est généralement conduite à pression atmosphérique. La distillation peut s'effectuer avec ou sans recyclage, communément appelé cohobage, des eaux aromatiques obtenues après décantation.

La composition chimique des huiles essentielles dépend largement de l'influence des conditions d'hydrodistillation sur l'essence contenue dans la plante [9].

I.4. PROCESSUS DE DISTILLATION DES HUILES ESSENTIELLES

D'une façon générale, la production des huiles essentielles peut être assimilée à une combinaison de trois processus :

- L'extraction proprement dite, appelée hydrodiffusion conduisant au relargage des composés volatils dans le milieu aqueux sous l'action physique qu'exerce le gonflement de la matière végétale (phénomènes d'absorption d'eau ou osmotiques) via la pression interne, et de l'action chimique exercée par l'eau [10-12],
- La co-distillation eau/composés odorants [12-15],
- La séparation de l'huile essentielle des condensats impliquant la coalescence et la décantation [16,17].

I.4.1. Processus d'hydrodiffusion

L'étude de l'hydrodistillation des différentes matières premières a permis de mettre en évidence l'influence de l'hydratation de la matière végétale ainsi que celle de l'homogénéisation du milieu d'extraction, due aux facteurs opératoires tels que l'agitation, sur la production des huiles essentielles. L'analyse montre que le processus d'hydrodiffusion

implique des facteurs physico-chimiques liés aux échanges "osmotiques" qui s'opèrent entre le substrat végétal et la phase aqueuse d'immersion [11].

I.4.1.1. Influence de diverses forces physiques s'exerçant dans le milieu d'extraction

La saturation en eau du substrat induit l'établissement de diverses pressions hydrauliques [18,19]. Celles-ci peuvent avoir une influence sur les mécanismes d'hydrodiffusion. En effet, elles sont liées à des forces physiques s'exerçant sur les particules végétales immergées dans la phase aqueuse. La pression hydraulique totale s'exerçant sur chaque particule végétale se décompose comme suit:

- La pression osmotique : elle résulte de l'équilibre des pressions engendrées par la diffusion de l'eau dans la plante qui s'oppose à celle de composés hydrophiles végétaux à travers les membranes cellulaires.
- La pression matricielle, liée au film d'eau s'établissant entre les particules du substrat.
- La pression statique exercée sur les membranes végétales. Liée aux conditions opératoires, elle est nulle à la pression atmosphérique.

Les effets de ces pressions se combinent à celui de l'action de la pesanteur sur le mouvement du fluide dans la matrice végétale. En hydrodistillation, le substrat est totalement immergé, ce qui abaisse la pression matricielle. De même l'équilibre osmotique conduisant à la libération des composés odorants se traduit par l'identité de forces de sens contraires entre le milieu aqueux et la particule végétale. La pression hydraulique à l'équilibre est nulle et le principal facteur intervenant dans la migration des composés volatils lors de l'hydrodistillation à pression atmosphérique est réduit à l'action de la pesanteur [20].

I.4.1.2. Migration des composés odorants au sein du substrat végétal

Le mode de récupération d'huile essentielle à partir des cellules de la plante peut s'effectuer de deux façons, soit par osmose, soit par diffusion libre, et ce, selon le degré de division de la charge végétale.

En effet, lorsque les cellules de la plante restent intactes, le phénomène d'osmose sera observé, par contre lorsque les parois cellulaires sont détruites (cas notamment des distillations industrielles), c'est la diffusion libre qui intervient [21].

I.4.1.2.1. L'osmose

C'est un procédé de diffusion spontanée selon lequel un solvant passe de la solution la moins concentrée vers la plus concentrée à travers une membrane semi – perméable. Le principe a été décrit par Von Rechenberg [22] comme suit :

A la température d'ébullition de l'eau, une partie de l'huile volatile se dissout dans l'eau ayant diffusée à l'intérieur des glandes par osmose à travers la membrane cellulaire. La solution résultante huile- eau, exerçant une pression osmotique, s'infiltrera, à son tour, à travers les pores élargies de la paroi cellulaire gonflée et atteindra finalement la surface externe d'où l'huile sera vaporisée et entraînée par la vapeur d'eau ascendante.

Ce processus se poursuivra jusqu'à ce que toutes les substances volatiles aient été extraites des glandes et entraînées par la vapeur d'eau. Dans ce cas la vitesse de transfert de matière est très lente, et le procédé de distillation est loin d'être économique [21, 22].

I.4.1.2.2. Diffusivité capillaire

Si l'on considère la porosité de la matière végétale on peut préconiser l'intervention d'une diffusion capillaire pour assurer le déplacement de l'essence.

Les substrats végétaux sont de structure complexe et hétérogène. En effet, les cellules sécrétrices sont soit superficielles, appartenant à l'épiderme (par exemple, glandes sécrétrices de l'épicarpe de fruit de clémentine) soit sous cutanées, comprises dans des assises définies (par exemple, bandelettes sécrétrices situées dans le mésocarpe de fruits de céleri, canaux sécréteurs localisés dans les graines de carvi) [23, 24].

La vitesse d'hydrodiffusion dépend principalement de données dimensionnelles du substrat. La diffusion capillaire permettrait une migration non sélective de l'ensemble des constituants d'une essence en raison de l'absence de facteurs discriminatifs.

On remarque cependant que les données opératoires peuvent influencer la vitesse de transfert de matière. Par exemple l'agitation du milieu d'hydrodistillation et à moindre niveau, la turbulence initialement engendrée par l'ébullition de la phase aqueuse, permettraient d'augmenter la vitesse de transfert. Ce facteur peut agir sur la sélectivité d'hydrodiffusion en favorisant la migration des composés les plus denses.

De même, le broyage du substrat, en réduisant la distance de migration des molécules est responsable d'un accroissement du transfert de masse. Il limite la sélectivité d'hydrodiffusion. En revanche l'ensemble des composés étant libéré simultanément, le broyage aura indirectement, des conséquences sur la sélectivité lors de la co-distillation.

En ce qui concerne l'intervention des propriétés de l'essence, la densité des constituants apparaît comme le facteur principal. La mobilité du fluide en milieu poreux étant inversement proportionnelle à sa viscosité, si l'on considère l'effet thermique sur ce paramètre, les hydrocarbures de faible viscosité seront peu affectés par rapport aux composés oxygénés par implication de la polarité des molécules.

I.4.1.2.3. Diffusion moléculaire

Le mouvement des composés odorants peut avoir lieu par simple diffusion moléculaire à travers les tissus végétaux. Ce mode de transport s'effectue suivant un gradient de concentration.

La diffusivité dépend essentiellement du volume molaire des composés pour un milieu donné. Ce mécanisme peut induire une migration préférentielle de certains constituants. En conséquence, il peut y avoir une migration plus rapide des composés en C10 par rapport aux C15, avec une diffusivité supérieure des molécules polaires (de densité plus élevée) à celle des hydrocarbures. Ceci corrobore les interprétations antérieures du processus d'hydrodiffusion basées uniquement sur le gradient de polarité des constituants.

Les mécanismes présentés montrent avant tout que le processus d'hydrodiffusion implique une pluralité de propriétés physico-chimiques de niveaux variables. En conséquence, sa cinétique dépendra de l'intervention relative des caractéristiques des molécules odorantes et de la structure anatomique des substrats végétaux. Ces facteurs sont difficilement quantifiables bien que l'on puisse préciser l'implication des données opératoires d'ordre méthodologique ou technologique, celles-ci se répercutent sur l'ensemble des étapes de l'hydrodistillation [25].

I.4.2. La co-distillation

La distillation peut être définie comme un procédé de séparation des composés d'un mélange de deux ou plusieurs constituants liquides basé sur la différence de leurs pressions de vapeur [26].

Selon le critère de miscibilité, deux types de distillation peuvent être envisagés :

- Distillation de mélange de liquides immiscibles ou peu miscibles, formant ainsi deux phases. Cette distillation s'applique à une rectification ou fractionnement des huiles essentielles, et mieux encore pour extraire les huiles volatiles de plantes aromatiques par entraînement à la vapeur.
- Distillation de mélanges de liquides miscibles, en toute proportion en formant alors une seule phase liquide [27].

L'efficacité de la séparation dépend des propriétés physiques des constituants, de l'appareillage utilisé et des méthodes de distillation mise en œuvre [28].

I.4.2.1. Principes

Bien que les huiles essentielles soient des mélanges fort complexes de plusieurs constituants, il n'est souvent pas nécessaire de les traiter comme des systèmes multicomposés, la théorie des mélanges binaires semble convenir pour en expliquer le phénomène [27].

Ainsi l'entraînement des molécules organiques correspondant à une distillation hétérogène et dépendant de l'équilibre des phases liquide et vapeur est régi par deux lois physiques [9]:

- La loi de Dalton
- La loi de Raoult

- **La loi de Dalton** : selon laquelle la pression du mélange de vapeur est égale à la somme des tensions de vapeur de divers constituants du mélange [29].

$$P_T = P_H + P_E \quad (I.1)$$

En assimilant le système eau - huile essentielle à un mélange binaire de liquides non miscibles

et en supposant que chaque constituant peut se vaporiser sans contrainte, la pression de vapeur système sera égale à la somme des pressions de vapeurs des constituants purs. Donc la relation (1) devient :

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

Où :

P_T = Pression totale

P°_i = Tension de vapeur de constituant i pur

H et E désignent respectivement l'huile essentielle et l'eau [27].

- **La loi de Raoult** : Selon laquelle, la pression partielle de chaque constituant de la solution est proportionnelle à sa fraction molaire en phase liquide [29].

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

Où:

P_i : Pression partielle du constituant i

P°_i : Tension de vapeur du constituant i pur

X_i : fraction molaire du constituant i en phase liquide.

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

$$R = m_H / m_E \quad (I.4)$$

Où :

m_i = poids du constituant i ;

R = rapport d'entraînement [30].

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

Par ailleurs ($P^{\circ}_E + P^{\circ}_H$) est égale à la pression extérieure, ainsi il sera possible lors de la distillation de modifier partiellement le rapport eau/huile dans le condensât en changeant la pression de travail, la température de l'appareil s'ajuste automatiquement à celle d'ébullition du mélange [27].

La température d'ébullition d'un mélange est atteinte lorsque la somme des tensions de vapeurs de chacun des constituants purs est égale à la pression d'évaporation. Elle est donc inférieure à chacun des points d'ébullition des substances pures. Ainsi le mélange eau/huile essentielle distillée possède une température inférieure à 100°C à pression atmosphérique (généralement proche de 100°C en raison de la faible tension des constituants odorants) alors que les températures d'ébullition des composés aromatiques sont pour la plupart très élevées[9, 30].

La figure I.2 montre l'évolution de la température de co-distillation d'un mélange hétérogène d'eau et d'huile essentielle.

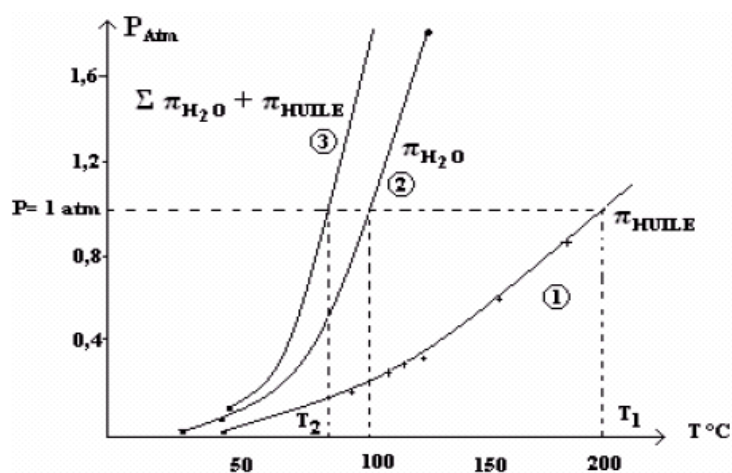


Figure I.2 : Evolution des températures de distillation de l'eau et l'huile essentielle, et du mélange eau/huile essentielle en fonction de la pression du milieu [31]

I.4.2.2. Durée et rapport d'entraînement

On considère la distillation d'une masse m_H d'essence impliquant la vaporisation d'une masse m_E d'eau, conduite approximativement à la pression atmosphérique. Soit D le débit massique de distillation et R le rapport massique huile/eau dans le condensât. La durée, t , s'exprime :

$$t = m_H / (D * R) \quad (I.5)$$

Dans le distillat les proportions moléculaires huile/eau sont obtenues par le rapport des tensions de vapeur soit :

$$P_H^0 / P_E^0 \quad (I.6)$$

D'où le rapport d'entraînement moléculaire (R) :

$$R = (P^{\circ}_H / P^{\circ}_E) * (M_H / M_E) \quad (I.7)$$

M_i : masse moléculaire de constituant i .

La durée de la co-distillation dépend principalement de la tension de vapeur des composés aromatiques. Or cette dernière est très variable: relativement élevée pour les hydrocarbures monoterpéniques (environ 70 mmHg pour le limonène à 100°C) mais faible pour les sesquiterpènes (10 mmHg pour la carvone à 100 °C). En conséquence, les premiers co-distillent rapidement alors que la présence de certains composés de faible tension de vapeur nécessite une durée d'hydrodistillation plus longue.

Pour une huile essentielle donnée, les écarts entre la tension de vapeur d'une part, et le poids moléculaire des constituants d'autre part, montrent qu'il peut s'établir une sélectivité d'entraînement probablement selon le gradient de température d'ébullition, elle-même liée à ces deux facteurs. Le fractionnement d'une huile essentielle au cours de la co-distillation est dû principalement à la différence de volatilité entre les divers constituants.

Le rapport d'entraînement moléculaire des constituants des huiles essentielles est très divers. Ce rapport d'entraînement définit la durée de distillation, soit le nombre de cycle d'évaporation pour une distillation menée avec un cohobage pour la production d'une quantité d'essence donnée. Il peut évoluer au cours du traitement si la volatilité des constituants est différente d'où l'éventuelle sélectivité de co-distillation [32].

I.4.2.3. Sélectivité d'entraînement des constituants

Les valeurs du rapport d'entraînement calculées pour quelques constituants montrent qu'il peut s'établir une sélectivité d'entraînement entre les groupes chimiques d'une huile essentielle, par exemple entre les hydrocarbures monoterpéniques, hydrocarbures sesquiterpéniques ou entre hydrocarbures monoterpéniques et composés oxygénés monoterpéniques [32], le tableau I.1 donnent des exemples sur l'évolution de rapport d'entraînement, R, en fonction des caractéristiques physico-chimiques liées à la volatilité de quelques constituants odorants .

Tableau I.1. Caractéristiques physico-chimiques liées à la volatilité de quelques constituants odorants [32]

Composé	Formule	M°_H (g)	Teb(°C) à 760 mmHg	P°_H à 373°K (mmHg)	R à 760 mmHg (mole d'huile /mole d'eau)
α - pinène	C ₁₀ H ₁₆	136	15,0	141,0	1/ 4,4
β - pinène	C ₁₀ H ₁₆	136	158,3	120,0	1/ 5,3
d- limonène	C ₁₀ H ₁₆	136	175,0	72,6	1/ 9,5
Carvone	C ₁₀ H ₁₄ O	150	227,5	9,6	1/ 78,2
Carvacrol	C ₁₀ H ₁₄ O	150	237,0	5,3	1/ 142,4
Camphre	C ₁₀ H ₁₆	152	209,2	20,0	1/ 37,0

I.4.3. Séparation de l'huile essentielle des condensâts

La récupération des composés volatils, après leur distillation, dépend dans une large mesure de leur solubilité dans l'eau. En conséquence, l'eau résiduelle peut être plus ou moins chargée en constituants polaires selon la difficulté de séparation des phases. Celle-ci peut avoir trois origines.

- Une partie de l'huile distillée est dissoute dans l'eau, soit 1% environ de la fraction décantée, rarement plus de 2% et exceptionnellement supérieure à 5% dans le cas de certains composés phénoliques.
- Une autre fraction est émulsionnée dans l'eau, le plus souvent de l'ordre de 10%.
- Enfin une quantité est fortement émulsionnée avec l'eau et des molécules organiques tierces, à l'interface huile/eau. Elle peut être supérieure à 10%.

Dans ces conditions, les pertes dues à une mauvaise décantation peuvent atteindre 25% et plus, de l'essence recueillie. La séparation de l'huile essentielle après condensation est en fait l'étape déterminante pour recueillir les composés préalablement libérés [17, 33].

I.5. AUTRES PROCÉDES D'EXTRACTION

I.5.1. Extraction par expression à froid

Ce procédé est réservé à l'extraction des composés volatils dans les substances riches en huile essentielle comme le zeste de l'orange, de la bergamote et du citron. Il s'agit d'un traitement mécanique qui consiste à déchirer les péricarpes riches en cellules sécrétrices, à froid dans des sacs solides au moyen d'une presse hydraulique, ou bien à nu dans des presses spécialement aménagées. L'huile écoulée est décantée de la phase aqueuse et clarifiée par repos ou par filtration. Le produit obtenu se nomme «essence» et non «huile essentielle» car aucune modification chimique liée à des solvants ou à la vapeur d'eau n'a eu lieu [5].

I.5.2. Extraction aux solvants volatils

Les huiles essentielles ont la propriété d'être solubles dans la plupart des solvants organiques, particulièrement les carbures aliphatiques (pentane, hexane) ou aromatique (benzène) [34]. Cette technique consiste en un épuisement de la matière végétale au moyen d'un solvant, dans des appareils clos [4].

On opère le plus souvent à température ambiante, ce qui ne provoque aucune modification ou altération dans les structures moléculaires composant la part aromatique extraite. Ceci explique son utilisation très courante. Le produit obtenu, après évaporation du solvant, est appelé « concrète ». Ce terme résulte de la tendance du produit à se solidifier en raison de la présence de matières grasses et des cires entraînées par le solvant organique. Le traitement à froid de la concrète par l'alcool absolu, qui dissout l'huile essentielle et laisse les cires insolubles, permet ensuite de séparer les graisses et d'obtenir après évaporation de l'éthanol, la phase dite « absolue » qui contient la majeure partie des composés odorants [34].

Les solvants organiques utilisés doivent posséder un certain nombre de propriétés : être peu sélectifs vis-à-vis des composés constituant l'arôme, être dépourvus de toxicité, être chimiquement inertes et stables et enfin être facilement éliminables par distillation sous pression réduite sans entraîner la perte de composés volatils [35].

I.5.3. Extraction au CO₂ supercritique

L'extraction par gaz liquéfié ou par fluide à l'état supercritique met en œuvre généralement le dioxyde de carbone. Il est basé sur le pouvoir de dissolution accru de certains

gaz, notamment le CO₂, dans des conditions critiques ou supercritique, vis-à-vis des divers composés tels que les huiles essentielles, les arômes, les colorants naturels, les graisses etc...[36].

Précisons tout d'abord que le véritable intérêt du **dioxyde de carbone CO₂** comme fluide supercritique est lié à ses propriétés notamment ses coordonnées critiques (T_c = 31 °C, p_c = 7,38 MPa) qui permettent son emploi à une température voisine de l'ambiante ; bon marché et abondant, le CO₂ présente en plus l'avantage décisif d'être non toxique, non combustible et « naturel ». Ce sera donc un solvant de choix pour les applications dans les industries alimentaires, pharmaceutiques, cosmétologiques [37].

Le frein du développement de cette technologie est le coût élevé des appareillages lié à l'application de pressions relativement élevées et nécessitant des équipements en matériaux spéciaux [38].

I.5.4. L'enfleurage

C'est la mise en contact de la matière végétale avec un corps gras en vue d'extraire les constituants solubles. La matière grasse solide est étendue sur des plaques de verre disposées au fond d'un cadre en bois; On dispose les fleurs sur la surface de la graisse, et on les renouvelle après un certain temps. Jusqu'à ce que la pommade ait la richesse voulue. Ce procédé fournit une pommade ou une huile parfumée, qu'il faut alors traiter par l'alcool à 96° dans une batteuse avec agitateur mécanique pour en extraire les principes essentiels. Refroidie à 10°C ou à 15°C, pour séparer la faible quantité de graisse dissoute, la solution alcoolique ainsi obtenue prend de nom d'extrait ou d'esprit et, après une distillation lente qui élimine le solvant on recueille une essence ou un concentré de pommade ou une essence absolue [4, 39].

CHAPITRE II

DIFFERENTES TECHNOLOGIES DES EQUIPEMENTS

NOMENCLATURE CHAPITRE II

D_{lim}	Débit limite maximum	[ml/mn]
F_1	La force résultante du poids de la gouttelette et la poussée d'Archimède	[N]
F_2	La force résultante des forces de frottement	[N]
K	La capacité de séparation du décanteur	[%]
Rep	Le nombre de Reynolds	
S	La surface de base du décanteur	[m ²]
V	Volume d'une gouttelette	[m ³]
d	Diamètre de la gouttelette	[mm]
v	Vitesse d'écoulement du distillat	[m/s]
v_p	La vitesse de passage d'une gouttelette dans le décanteur	[m/s]
v_s	Vitesse d'ascension des gouttelettes dans une émulsion	[m/s]
η	Viscosité dynamique de la phase continue	[cP]
ρ_1	Masse volumique de la phase continue	[g /cm ³]
ρ_2	Masse volumique de la phase dispersée	[g /cm ³]

Notre travail a pour but la conception et la mise en œuvre d'une installation d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau et composée principalement d'une source de vapeur, d'un extracteur, d'un condenseur et d'un décanteur. Dans ce contexte nous allons présenter, dans ce chapitre, les différentes technologies de ces équipements.

II.1. LA CHAUDIERE OU GENERATRICE DE VAPEUR

Le terme chaudière est couramment utilisé dans le milieu industriel, bien qu'il serait plus exact de parler de générateur de vapeur, dénommé encore parfois groupe évaporatoire, terme plus général qui prend en compte tous les composants : réchauffeur d'air, surchauffeur, etc. Le rôle de la chaudière est essentiellement de transmettre de l'énergie apparaissant sous forme de chaleur (avec ou sans combustion) à de l'eau pour obtenir soit de l'eau chaude, soit de la vapeur saturée ou surchauffée ou encore un fluide à l'état supercritique [40].

II.1.1. Classification en fonction de la conception

Il est évident que chaque modèle de chaudière possède, de par sa conception et ses dimensions, une limitation en capacité de production de vapeur; mais il est bien rare de buter sur tous les critères de limitation en même temps et il suffit souvent de changer un paramètre pour étendre sensiblement la plage d'utilisation. La distinction la plus nette du point de vue conception est celle qui apparaît entre :

- Les chaudières à tubes de fumées,
- Les chaudières à tubes d'eau.

Encore il faut mentionner les cas rares de chaudières ambitubulaires qui combinent les tubes d'eau et les tubes de fumées [40].

II.1.1.1. Chaudières à tubes de fumées

Les chaudières à tubes de fumées dérivent actuellement des premières chaudières à bouilleur et des chaudières semi-tubulaires dans lesquelles, en fonction des progrès de technologie de construction, on a cherché à augmenter la surface d'échange initialement limitée aux parois des corps cylindriques léchés extérieurement par les fumées. Dans ce type de chaudières les difficultés rencontrées sont :

- Problème de réalisation est de concilier la forte dilatation du tube de foyer relativement chaud avec la dilatation plus modérée des tubes qui sont mieux refroidis de fait de leur petit diamètre.
- Problème de maintenance de la pression de service sans déformation excessive.
- L'impossibilité pratique d'un ramonage en marche qui devrait se faire dans le sens de parcours des fumées, donc une fois dans un sens et une fois dans l'autre, selon le passage de fumées considéré et, en particulier, depuis la boîte de fumées où la température est trop élevée.
- Difficulté de l'entartrage du tube de foyer, particulièrement sensible à ce type d'encrassement du fait de transfert de chaleur élevé auquel il est soumis de part des flammes proches de la paroi [40].

II.1.1.2. Chaudière à tube d'eau

Les chaudières à tube d'eau présentent la grande majorité des chaudières en service. Elles ne subissent pas les contraintes des chaudières à tubes de fumées et permettent de couvrir toute la gamme de vaporisation des chaudières industrielles de 0.1 à 400t/h. Elles permettent une réduction importante du volume d'eau contenu dans les tubes par rapport au débit de vapeur produite, le réservoir ayant la dimension juste nécessaire à la séparation eau-vapeur. Elles sont réputées « inexplosibles » depuis leur création parce qu'une rupture éventuelle d'un tube de petit diamètre n'entraîne généralement pas d'accident grave, mais seulement un passage intempestif de vapeur dans le circuit fumées par un orifice de faible dimension. Ce phénomène occasionne une perte de charge non négligeable et entraîne une surpression accessible au calcul, contre laquelle le circuit des gaz peut être protégé soit par une trappe d'explosion, soit, plus simplement et de plus en plus fréquemment, par sa résistance propre; cette augmentation du débit de fumées est évacuée alors immédiatement par la cheminée [40].

II.1.1.2.1. Petites chaudières à vaporisation instantanée

Comme leur nom l'indique, ces chaudières sont caractérisées par des mises en régime très rapides depuis l'état froid, de l'ordre de quelques minutes, et par des possibilités de variation de charge très élevées. Les vaporisations couramment rencontrées sur les réalisations industrielles s'échelonnent de 0.1 à 5 t/h, les pressions d'utilisation étant en général inférieures à 20 bars.

Parmi les avantages de ce type de chaudière nous citons :

- Une très faible capacité en eau, ce qui justifie l'expression « vaporisation instantanée » ;
- Des débits en circulation réduits et des vitesses plus élevées qu'en circulation naturelle ;

Parmi les inconvénients :

- L'exigence d'une très bonne qualité d'eau ;
- Le mauvais échange dans la zone de transition eau/vapeur, qui concentre ainsi toutes les impuretés.

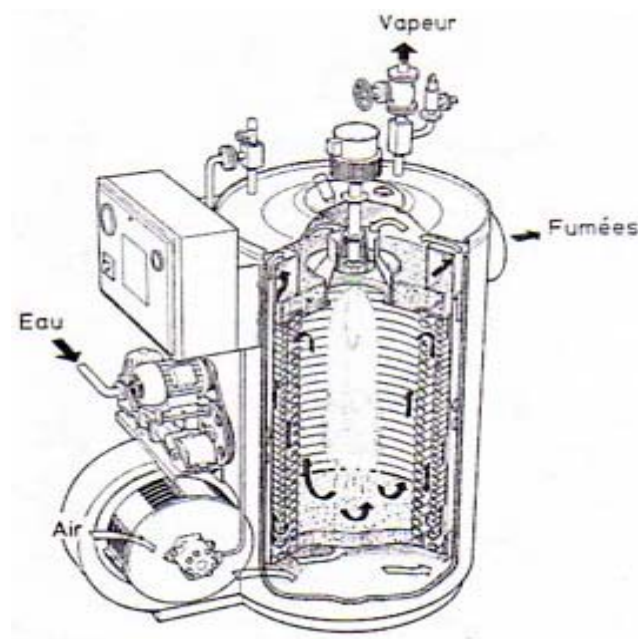


Figure II.1: Chaudières à vaporisation instantanée : vue éclatée (construction Wanson)[40]

II.1.1.2.2. Chaudières Field et dérivées

Les chaudières Field sont des petites chaudières verticales ne dépassant pas 2 à 3 t/h de vaporisation à une pression d'environ 10 bars et dont la figure II.2 illustre clairement le principe. Ce type de chaudière bon marché, peu encombrante au sol et supportant une mise en pression rapide a pratiquement disparu dans sa version de base malgré sa simplicité de conception et d'entretien, avec en particulier une grande facilité d'inspection et de remplacement éventuel des tubes Field. Les inconvénients de ce type sont essentiellement :

- Le rendement peu élevé, de l'ordre de 65% : cela est dû au court trajet des gaz ;
- Le risque d'entartrage de la base des tubes Field dont les culots sont particulièrement exposés au rayonnement de la flamme ;

Il existe de nombreux modèles dérivés des chaudières Field, modifiés pour offrir un meilleur rendement ou améliorer un point particulier, mais au prix d'une moins grande simplicité [40].

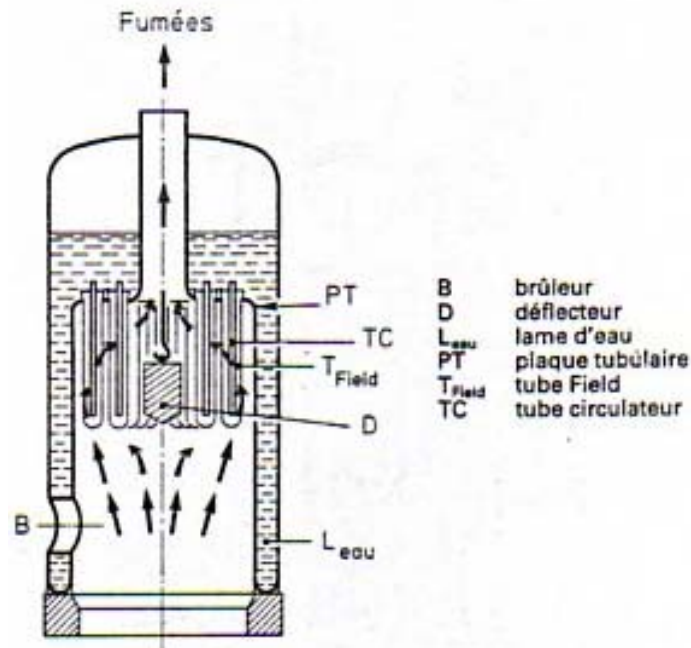


Figure II.2: Chaudières Field ordinaire : schéma de principe [40]

II.1.1.2.3. Chaudières à tubes inclinés ou verticaux

Ces chaudières constituent la majeure partie des chaudières industrielles de puissance moyenne et forte et fonctionnent dans la plupart des cas en circulation naturelle. Les pressions de service vont de quelques bars jusqu'à environ 185 bars.

II.1.1.3. Chaudières électriques

Les chaudières électriques les plus courantes sont les petites chaudières à thermoplongeur dont la puissance peut aller de quelques dizaines de kilowatts à 8000 kW au maximum. Le réglage se fait par le nombre de résistances alimentées en courant basse tension. Côté vapeur les pressions d'utilisation peuvent atteindre 100 bar, mais se situent en général entre 10 à 15 bar.

Il existe aussi les chaudières électriques à électrodes qui, alimentées en courant triphasé moyenne tension, de 3 à 20 kV, permettent actuellement de couvrir la gamme de puissance de 1 à 70 MW.

Enfin, il existe des chaudières à tubes chauffants en acier inoxydable, disposés en parallèle, dont la paroi est parcourue par un courant basse tension sous une forte intensité.

D'une façon générale, les chaudières électriques offrent une grande souplesse de marche, une grande rapidité de mise en température et une facilité d'exploitation exceptionnelle. Les parties sous pression d'eau et de vapeur sont compactes et de conception beaucoup plus simple que pour les chaudières classiques, mais elles nécessitent l'adjonction d'un équipement électrique en moyenne tension spécifique et sophistiqué, qui double approximativement l'investissement [40].

II.1.2. Calcul d'une chaudière

Le terme calcul de chaudière regroupe deux significations différentes [41]:

- La première est la détermination des principaux éléments constituant la chaudière : foyer, récupérateur, surface des échangeurs, etc. Cette détermination implique à la fois la nécessité de calculer et celle de choisir, parmi un grand nombre de solutions possibles, les mieux adaptées à ce que l'on attend du matériel.
- La deuxième est le calcul proprement dit, lorsqu'il s'agit de déterminer le comportement d'un ensemble défini dans ses dimensions et ses paramètres principaux de fonctionnement, pour différentes allures ou données d'entrée modifiées concernant le combustible, l'excès d'air, les débits, température, etc.

II.1.3. Données nécessaires pour le calcul d'une chaudière

On peut considérer quatre catégories de données, nécessaires pour dimensionner une chaudière et qui obligent à faire une conception sur mesure pour répondre à des conditions bien particulières :

- Les conditions de fonctionnement : selon le cycle de production d'énergie dans lequel elle se trouve intégrée, ou selon l'utilisation de la vapeur produite.
- Les caractéristiques de l'eau et de la vapeur : température pression...
- Les performances attendues et les conditions normales ou extrêmes d'utilisation du matériel.

A partir de ces données, le calcul d'une chaudière fait appel à la plupart des phénomènes physiques ou chimiques, en les appliquant à une succession d'éléments le plus souvent assimilables à des échangeurs [41].

II.1.4. Puissance utile

C'est l'énergie réellement transmise aux fluides chauffés par unité de temps. La chaleur transmise à l'eau d'alimentation permet de la porter à ébullition, de la transformer en vapeur saturée et de surchauffer cette vapeur saturée jusqu'à la température désirée à la sortie de surchauffeur.

II.1.5. Puissance introduite

La puissance introduite est la puissance supposée être transmise à l'eau s'il n'y avait pas de perte thermique due aux :

- Radiations extérieures.
- Divers axillaires (moteur électrique, pompe, ... etc.).

$$\text{Puissance introduite} = \text{Puissance utile} / \text{Rendement} \quad [41]. \quad (\text{II.1})$$

II.2. EXTRACTEUR OU ALAMBIC

Sous sa forme la plus simple, l'alambic consiste simplement en un récipient ou un réservoir cylindrique légèrement conique pour faciliter l'application de l'appui de la grille, il se termine, à sa partie supérieure, par un chapiteau tronc conique muni d'un col de cygne (tube légèrement recourbé descendant avec une faible pente vers le condenseur) et à sa partie inférieure, par une calotte hémisphérique munie en son centre, d'un robinet de purge permettant l'évacuation des eaux de condensation [27].

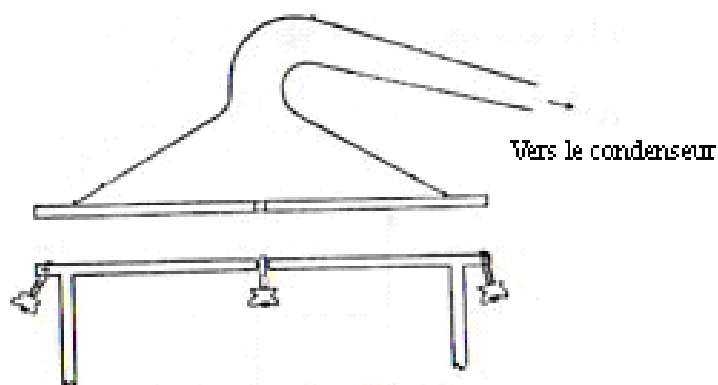


Figure II.3 : Le chapiteau [27]

Pour le procédé d'hydrodistillation, cet équipement simple est suffisant, puisque l'eau et la charge peuvent être introduites simultanément, le chapiteau étant mis en place, et une

source de chaleur est simplement placée sous l'extracteur. Pour le procédé d'entraînement à la vapeur une grille (plaque perforée) est insérée suffisamment loin au-dessus du fond de l'alambic, de sorte que l'eau bouillante et la matière végétale (cette dernière soutenue par la grille) ne soient pas en contact direct. Dans ce cas, et afin d'assurer un bon contact entre la vapeur d'eau et la charge végétale, la vapeur devra être distribuée de façon convenable dans l'alambic. A cet effet, il est préconisé une conduite enroulée en spirale ou en croix et perforée de petits trous dont le diamètre n'excédera pas celui de la conduite, afin que la vapeur ne puisse pas uniquement s'échapper des premiers trous.

La distance entre le fond de l'extracteur et l'entrée de la vapeur doit être assez grande pour permettre l'accumulation des eaux de condensation au fond sans entrer en contact avec la vapeur ascendante.

Pour éviter les fuites de vapeur l'extracteur et le chapiteau doivent être reliés avec des joints convenables. Cette jonction peut être réalisée par des brides externes, ou par des boulons et des rondelles.

Si des charges au-dessus de 100 Kg doivent être distillées, il sera commode de répartir la charge sur plusieurs plateaux.

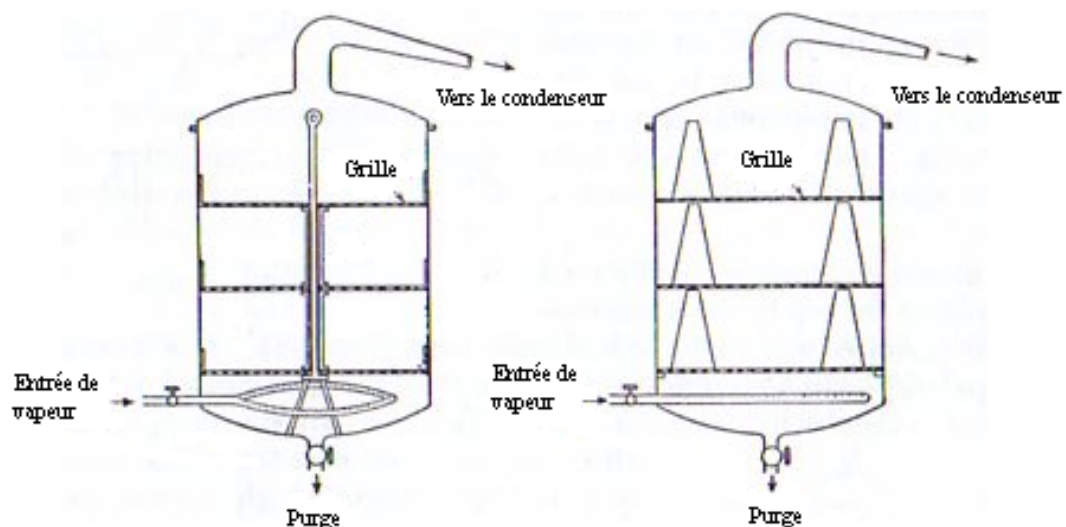


Figure II.4 : Alambic à plusieurs plateaux [27]

Cette disposition empêche le tassement, assure une meilleure distribution de vapeur, et facilite le déchargement [27].

II.3. LE CONDENSEUR

En industrie, l'échangeur de chaleur est un élément essentiel de toute politique de maîtrise de l'énergie. Une grande part de l'énergie thermique utilisée dans les procédés industriels transite au moins une fois par un échangeur de chaleur, aussi bien dans les procédés eux-mêmes que dans les systèmes de récupération de l'énergie thermique de ces procédés.

Le choix de l'échangeur de chaleur, pour une application donnée, dépend de nombreux paramètres : domaine de température et de pression des fluides, propriétés physiques et agressivité de ces fluides, maintenance et encombrement. Il est évident que le fait de disposer d'échangeur bien adapté, bien dimensionné, bien réalisé et bien utilisé permet un gain de rendement et d'énergie des procédés.

Il existe plusieurs critères de classement des différents types d'échangeurs. Énumérons les principaux [42]:

II.3.1. Classement technologique

Les principaux types d'échangeurs rencontrés sont les suivants :

II.3.1.1. Echangeurs tubulaires

Pour des raisons historiques et économiques, les échangeurs utilisant les tubes comme constituant principal de la paroi d'échange sont les plus répandus. On peut distinguer trois catégories suivant le nombre de tubes et leur arrangement, toujours réalisés pour avoir la meilleure efficacité possible pour une utilisation donnée :

- Echangeur monotube, dans lequel le tube est placé à l'intérieur d'un réservoir et a généralement la forme d'un serpentin ;
- Echangeur coaxial, dans lequel les tubes sont le plus souvent cintrés ; en général, le fluide chaud ou le fluide haute pression s'écoule dans le tube intérieur ;
- Echangeur multitubulaire, existant sous trois formes :
 - Echangeur à tubes séparés: à l'intérieur d'un tube de diamètre suffisant de l'ordre de 100mm se trouvent placés plusieurs tubes de petit diamètre (8 à 20 mm) maintenus écartés par des entretoises, l'échangeur peut être soit rectiligne, soit enroulé ;
 - Echangeur à tubes rapprochés: pour maintenir les tubes et obtenir un passage suffisant pour le fluide extérieur au tube, on place un ruban enroulé en spirale autour

de certains d'entre eux. Les tubes s'appuient les uns sur les autres par l'intermédiaire des rubans ;

- Echangeur à tubes ailetés: ces tubes permettent d'améliorer le coefficient d'échange thermique et d'augmenter la surface d'échange entre les deux fluides ;
- Echangeur à tube et calandre: c'est l'échangeur actuellement le plus répandu ; les principales technologies d'échangeurs de ce type sont : à boîte fixe, à boîte flottante et à tube en U. Pour faire un premier choix, deux paramètres principaux sont à considérer, à savoir l'encrassement et l'écart de température entre les deux fluides.

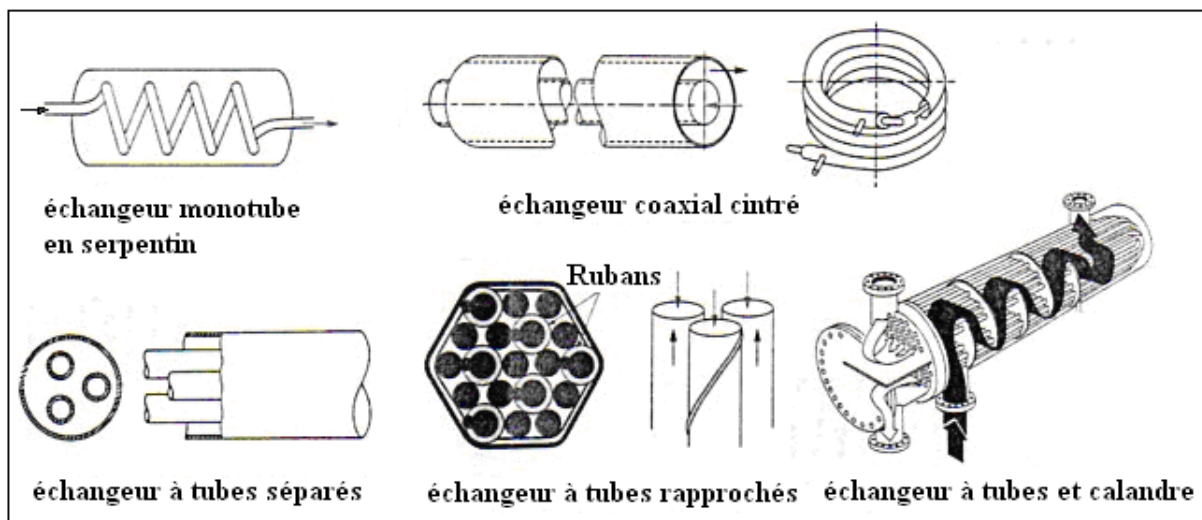


Figure II.5 : Différents types des échangeurs tubulaires [42]

II.3.1.2. Echangeurs à plaques

Le concept des échangeurs à plaques date du début du siècle. Ces échangeurs ont été étudiés à l'origine pour répondre aux besoins de l'industrie laitière, puis utilisés par la suite dans diverses branches de l'industrie (chimie, nucléaire, etc.). On distingue selon la géométrie de canal utilisée les échangeurs à surface primaire et les échangeurs à surface secondaire.

Parmi les échangeurs à surface primaire, le type le plus commun est l'échangeur à plaques et joints, dont les applications sont limitées par la pression maximale de service et par la pression différentielle entre les deux fluides.

Les échangeurs avec plaques soudées ou brasées permettent d'utiliser ces surfaces d'échanges primaires à des niveaux de température et de pression plus élevés que les

échangeurs à plaques et joints. Tous les fluides peuvent être véhiculés dans ces échangeurs, mais les fluides encrassants sont à utiliser avec précaution.

Les échangeurs à surface secondaire utilisent des ailettes plissées ou ondulées qui sont insérées entre les plaques [42].

II.3.2. Classement fonctionnel

L'un des deux fluides peut subir un changement de phase à l'intérieur de l'échangeur. C'est le cas des évaporateurs si le fluide froid passe de l'état liquide à l'état gazeux, ou des condenseurs si le fluide chaud se condense de l'état vapeur à l'état liquide.

II.3.2.1. Evaporateurs tubulaires

Ces appareils sont généralement utilisés pour concentrer une solution, refroidir un fluide, ou produire de la vapeur. Le fluide chauffant peut être une phase liquide qui transmet sa chaleur sensible ou de la vapeur cédant sa chaleur latente de condensation sur la paroi.

Il existe deux types d'évaporateurs, ceux où l'évaporation se produit à l'intérieur des tubes et ceux où elle se produit à l'extérieur des tubes.

II.3.2.2. Condenseurs tubulaires

Le but de ces échangeurs est de condenser une vapeur à l'aide d'un fluide réfrigérant. Ils concernent des secteurs d'activité très variés comme la production d'énergie (centrale thermique), les industries chimiques (colonnes à distillation), etc....

Le fluide à condenser est rarement un corps pur, mais le plus souvent une vapeur en présence d'autres gaz incondensables. La condensation de la vapeur saturée est obtenue par échange thermique avec un fluide froid appelé réfrigérant. Un condenseur nécessite un liquide de refroidissement abondant et bon marché et, pour cela, on utilise principalement l'eau et parfois l'air.

On distingue deux types de condenseurs : les condenseurs à contact direct et les condenseurs à fluides séparés dont une surface d'échange sépare la vapeur à condenser et le fluide réfrigérant. Les condenseurs à fluides séparés sont les plus utilisés [42].

II.4. LE DECANTEUR

Une autre partie principale de l'équipement de distillation est destinée à la réception du condensât et à la séparation complète et rapide de l'huile essentielle des eaux de condensation.

La séparation par décantation en continu d'une émulsion se pratique dans un *vase florentin*, récipient généralement cylindrique dans lequel l'émulsion est introduite à mi-hauteur [43].

II.4.1. Vitesse d'ascension de l'huile essentielle

Considérons une émulsion au repos dans un récipient quelconque, constituée d'un mélange huile essentielle-eau, l'eau étant la phase continue et l'huile essentielle la phase dispersée.

La phase continue est caractérisée par :

- Sa masse volumique ρ_1 ;
- Sa viscosité dynamique η ;

La phase dispersée est caractérisée par :

- Sa masse volumique : ρ_2 ;
- Son volume V ;
- La dimension des gouttelettes ;

Une telle gouttelette est soumise :

-A une force \vec{F}_1 qui est la résultante du poids de la gouttelette et la poussée d'Archimède.

$$\vec{F}_1 = V * (\rho_1 - \rho_2) * \vec{g} \quad (\text{II.2})$$

-A une force F_2 qui est la résultante des forces de frottement qui tendent à s'opposer au déplacement de la gouttelette. Cette force résultante \vec{F}_2 , est appelée « traînée » dépend essentiellement :

- De la vitesse d'ascension des gouttelettes.
- De ses dimensions.
- De la viscosité de la phase continue.
- De la masse volumique de la phase continue.



A mesure que la vitesse des gouttelettes en émulsion croît, la force résistante F_2 augmente jusqu'à une limite telle :

$$\vec{F}_1 + \vec{F}_2 = \vec{0} \quad (\text{II.3})$$

A cette limite de \vec{F}_2 correspond une vitesse v_s de la gouttelette qui est la vitesse avec laquelle elle atteint la surface de séparation.

La détermination de la vitesse d'ascension est complexe : celle-ci dépend du régime d'écoulement de la gouttelette dans l'émulsion. Ce régime d'écoulement est caractérisé par le nombre de Reynolds :

$$R_{ep} = \frac{d * v * \rho}{\eta} \quad (\text{II.4})$$

d : diamètre de la gouttelette.

v : vitesse d'écoulement du distillat.

Selon R_{ep} nous distinguons les différents régimes suivants :

a) Régime brownien

Dans le cas des gouttelettes trop fines. $R_{ep} < 10^{-4}$.

b) Régime laminaire

$10^{-4} \leq R_{ep} < 2$. Dans ce cas la vitesse d'ascension des gouttelettes s'écrit :

$$v_s = \frac{d^2 (\rho_1 - \rho_2) * g}{18 * \eta} \quad (\text{II.5})$$

c) Régime intermédiaire

$2 \leq R_{ep} < 500$. La vitesse des gouttelettes s'écrit :

$$v_s = \frac{R_{ep} * \eta}{d * \rho_1} \quad (\text{II.6})$$

d) Régime turbulent

$R_{ep} \geq 500$. A ce régime correspond une vitesse des gouttelettes :

$$v_s = \sqrt{\frac{3 * d * (\rho_1 - \rho_2) * g}{\rho_1}} \quad (\text{II.7})$$

La viscosité du milieu n'intervient plus dans cette dernière relation et c'est la masse volumique du milieu qui constitue le facteur limitant de la vitesse de décantation [44].

II.4.2. Principe de fonctionnement

Les décanteurs statiques traitant les émulsions par charge successives sont rares. Dans la grande majorité des cas, les décanteurs sont alimentés en continue par l'émulsion qui se décharge de ces gouttelettes en émulsion au cours de son passage.

Quelques soit le type de décanteur envisagé, une gouttelette quelconque de l'émulsion sera animée d'un mouvement dont la vitesse v résultera de la vitesse d'ascension v_s et la vitesse de passage de l'émulsion dans le décanteur v_p .

$$\vec{v} = \vec{v}_s + \vec{v}_p \quad (\text{II.8})$$

Dans le cas d'une émulsion idéale, la vitesse d'ascension des gouttelettes d'huile sera constante. Par émulsion idéale, on entend :

- Emulsion diluée (pas d'interactions entre gouttelettes).
- Emulsion homogène à tous points de vue (viscosité, densité, répartition des gouttelettes).
- Température constante.

Dans le cas d'un décanteur idéal, la vitesse de passage v_p d'une gouttelette, qui est égale à la vitesse de déplacement du distillat, sera considérée constante. Un décanteur idéal implique alors:

- Une répartition homogène de la vitesse du courant sur toute la surface.
- Une absence de turbulences.

Soit D le débit de l'émulsion dans le décanteur et S la surface de base du décanteur. Pour que la séparation des deux phases de l'émulsion ait lieu, il faut que la gouttelette surnage effectivement à la surface ce qui implique :

$$v_s \geq v_p \text{ avec } v_p = D/S. \quad (\text{II.9})$$

La séparation nécessite donc un débit limite maximum [44] :

$$D_{\text{lim}} = v_s * S. \quad (\text{II.10})$$

D'après les équations (II.5) et (II.9) la séparation est meilleure lorsque :

- La vitesse de distillation est faible.
- Les gouttelettes en émulsion ont un grand diamètre.
- La différence de masse volumique des deux phases est grande.
- La viscosité de la phase continue est faible.

Les deux derniers facteurs dépendent de la température du distillat. Si on augmente la température, la différence des masses volumiques des deux phases sera plus importante, et la viscosité de la phase continue plus faible, ce-ci facilite la séparation.

La dimension des particules en suspension dépend de la vitesse de condensation. Une condensation lente favorise la formation de gouttelettes de plus grand diamètre. Pour un bon fonctionnement du décanteur, la vitesse v_p doit être inférieur à 0.001m/s lorsque les deux phases circulent dans le même sens et à 0.0005m/s lorsque les fluides circulent en sens opposés [45].

Nous définissons la capacité de séparation du décanteur, K , par la relation:

$$K=(v_s-v_p)/v_s \quad (II.11)$$

D'après la relation précédente K peut avoir des valeurs comprises entre 0 et 1. Une grande capacité de séparation se traduit par des valeurs de K voisines de l'unité.

II.4.3. Vase florentin

Un vase florentin, ou décanteur à flux inverse, est le type de décanteur le plus utilisé pour la séparation des huiles essentielles. Le principe est illustré par la figure II.6. L'eau et l'huile essentielle ne sont pas miscibles et forment alors deux phases. La conception du décanteur doit permettre l'évacuation des eaux de décantation dans les deux cas, si l'huile est plus légère ou plus lourde que l'eau.

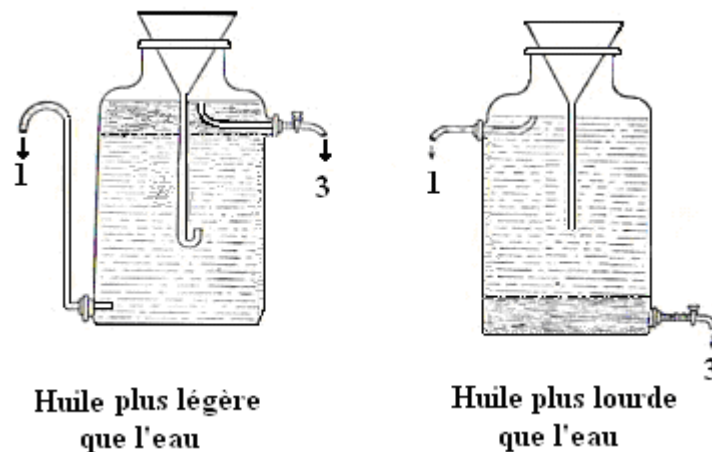


Figure II.6 : Vases florentins pour la séparation des huiles essentielles [27]

Les vases florentins les plus simples et de faible capacité sont en verre, pour des capacités de 15 litres et plus, ils sont généralement en acier, en cuivre ou en aluminium. L'utilisation des tubes ou des bouchons en caoutchouc est déconseillée, car le caoutchouc étant partiellement soluble dans l'huile essentielle peut provoquer une modification dans la nature de cette dernière.

La figure II.6 illustre deux décanteurs l'un pour des huiles plus lourdes que l'eau et l'autre pour des huiles plus légères. Dans les deux cas de figure, huile plus légère ou plus lourdes que l'eau, L'eau est évacuée à travers l'orifice (1), et l'huile essentielle s'écoule à travers l'orifice (3).

La figure II.7 montre un autre type de décanteur, constitué d'un récipient cylindrique ou rectangulaire, partagé en deux chambres par une cloison qui se termine près du bas de récipient. Ainsi les deux chambres sont connectées l'une à l'autre. Le distillat s'écoule dans la première chambre alors que l'eau est évacuée à travers un tube dans la seconde chambre. Les huiles les plus légères que l'eau sont recueillies dans la plus haute partie de la première chambre à travers l'orifice (1), alors que les huiles plus lourdes que l'eau se trouvent en bas de récipient et elles sont recueillies au moyen de l'orifice (2) et les eaux de décantation sont évacuées au moyen de la vanne (3).

- (1) Recueil des huiles plus légères.
- (2) Recueil des huiles lourdes.
- (3) Evacuation des eaux.

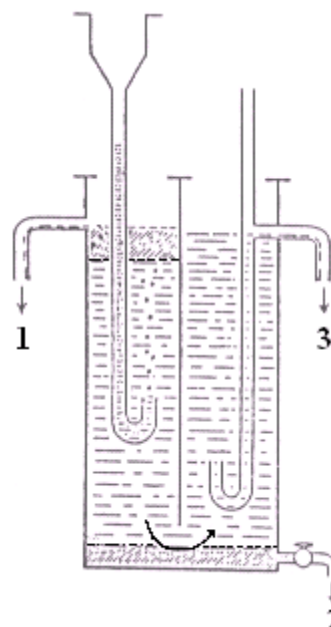


Figure II.7: Vase florentin pour la séparation des huiles plus légères ou plus lourdes que l'eau [27]

Le décanteur donné dans la figure II.8 offre l'avantage de combiner plusieurs dispositifs dans une unité simple. La sortie de l'eau est placée le plus loin possible de la couche d'huile. Pour des huiles plus légères que l'eau, l'huile est évacuée en A ; les robinets B, C, et D sont fermés; et l'eau est évacuée en E. Pour des huiles plus lourdes que l'eau, l'huile est en B; les robinets A, D, et E sont fermés; et l'eau est évacuée en C [27].

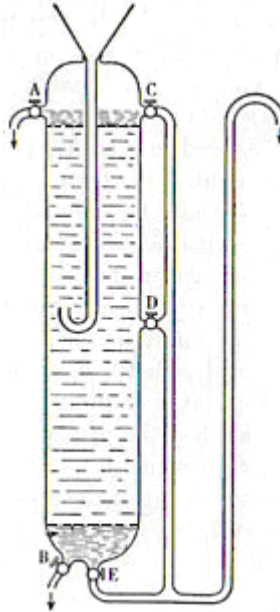


Figure II.8 : Vase florentin pour la séparation des huiles composée de deux fractions (légère et lourde) [27]

CHAPITRE III

APPAREILLAGE : CONCEPTION ET REALISATION

Toute installation et équipement d'extraction nécessitent, au préalable, de définir la taille et le type de l'opération. Or, parmi les procédés d'extraction précités le plus largement utilisé reste l'entraînement à la vapeur d'eau. Ainsi, nous avons choisi de réaliser une installation semi-pilote d'extraction solide/fluide. L'installation est schématisée sur la figure III.1. Nous examinons successivement les cinq parties essentielles composant cette installation, en l'occurrence, la chaudière (génératrice de vapeur), les deux extracteurs, le condenseur et enfin le décanteur.

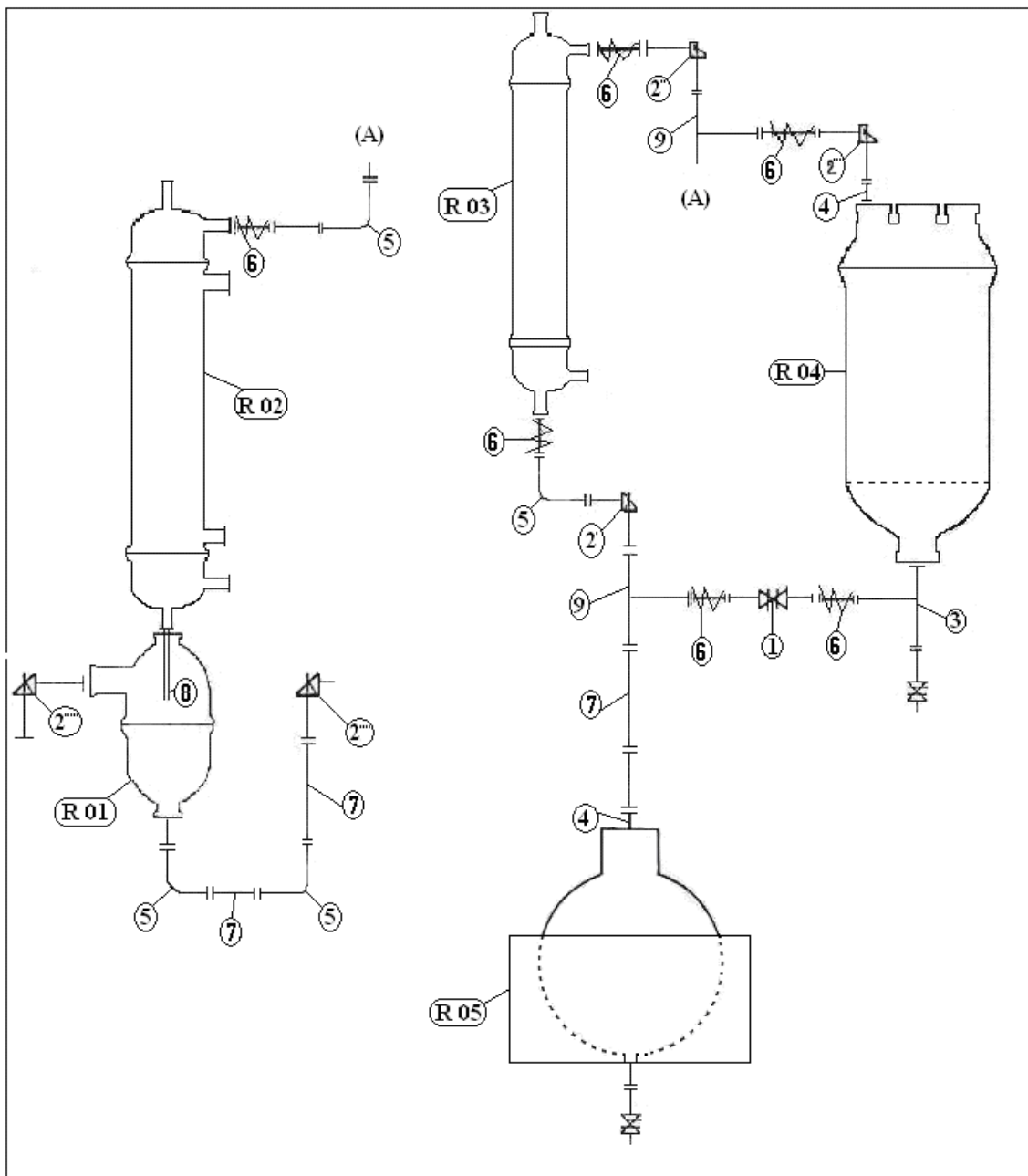


Figure III.1 : Schéma global de l'installation

LEGENDE**Principaux équipements****R01** : Décanteur ;**R02** : Condenseur ;**R03** : Petite extracteur;**R04** : Grand extracteur ;**R05** : Chaudière.**Les jonctions****1.**Robinet de passage direct ;**2.**Robinet de passage d'équerre ;**3.**Réduction avec sortie latérale ;**4.**Réduction ;**5.**Coude à 90° ;**6.**Flexible ;**7.**Conduite ;**8.**Conduite de diamètre inférieur à celui de 7 ;**9.**Tube en T ;

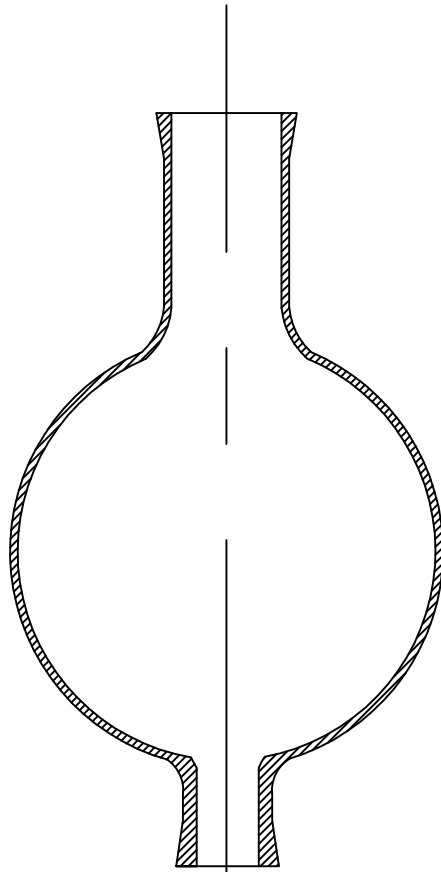
Dans ce qui suit nous allons décrire les éléments constituant l'installation ; et donner leurs dessins techniques correspondants. Concernant les différentes jonctions (vannes, brides, etc.), les schémas descriptifs sont donnés en annexe.

Il est important de noter que les tailles des équipements ont été imposées par leur disponibilité. Sachant que cette installation est conçue et réalisée à partir d'éléments de récupération en verres spéciaux (EIVS) disponibles dans le hall du département de génie chimique.

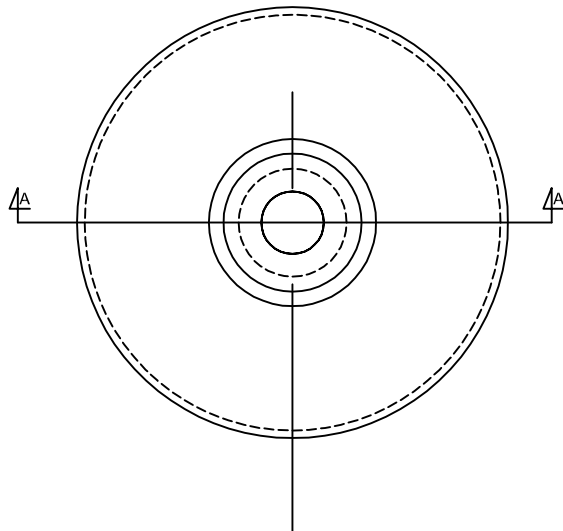
III.1. LA CHAUDIERE

La chaudière se présente sous forme d'un ballon et chauffe ballon. Le ballon est de forme sphérique, de diamètre intérieur 13,33 cm et extérieur 14,33 cm, de capacité 14 l. Le ballon chaudière est surmonté, à sa partie supérieure, d'une sortie de vapeur cylindrique de diamètre extérieur 8,28 cm et de 7,28 cm de diamètre intérieur. Le ballon se termine dans sa partie inférieure par une forme cylindrique, sur laquelle est placé un robinet servant à l'alimentation en eau et à la vidange de la chaudière.

Le chauffage est réalisé par le chauffe ballon, qui est constitué d'un système de trois résistances, de 500 W chacune, enrobées dans la laine de verre. L'hémisphère supérieure du ballon chaudière est recouverte d'une calotte sphérique chauffante amovible, dans le but de diminuer les pertes thermiques et d'augmenter la puissance de chauffe. Ces résistances sont commandées par des disjoncteurs.



Coupe A-A



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Echelle: 1/5

Masse :

Etudiants

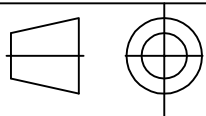
SI MEHAND
TIFADUI

Promoteur

Pr.BENYOUSSEF

Promoteur

Pr.CHARCHARI



CHAUDIERE

R 05

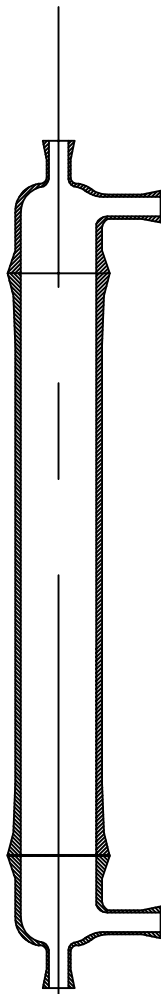
III.2. LES EXTRACTEURS

Nous avons pensé à un système de deux colonnes, où on contrôle les flux de vapeur par un jeu de vanne très simple, ainsi nous avons pu isoler les deux colonnes, lorsque les vapeurs passent dans une colonne la seconde est isolée.

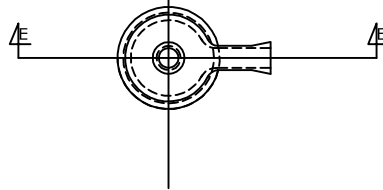
L'extracteur sert, avant tout, de récipient recevant la charge de matière végétale et dans lequel se déroule l'opération d'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle. Ces deux récipients sont cylindriques, l'un d'une capacité de 20 litres que nous appelons « grand extracteur » ou « grande colonne », tandis que l'autre, « petit extracteur » ou « petite colonne » a une capacité de 6 litres. La grande colonne a un diamètre intérieur de 22,3 cm et un diamètre extérieur de 24,8 cm, de hauteur 51 cm et un rapport hauteur sur diamètre de 2,3, tandis que la petite colonne a un diamètre intérieur de 10 cm, un diamètre extérieur de 11,5 cm, une hauteur de 77 cm soit un rapport hauteur /diamètre de 7,7. La grande colonne, se présente comme un cylindre avec une tête à quatre sorties, trois sont fermées tandis que la quatrième sert de sortie pour les vapeurs en tête de colonne. La petite colonne se termine par des cloches à ses extrémités. Chacune des deux cloches a deux sorties, une transversale et une verticale, la sortie transversale de la cloche inférieure est fermée tandis que la verticale sert d'entrée de vapeur. La cloche supérieure a la sortie verticale fermée, tandis que la sortie transversale sert de conduite d'évacuation des vapeurs ascendantes.

Les dimensions de l'extracteur (hauteur et largeur) sont également en relation avec la porosité de la matière végétale. Ainsi, de grandes hauteurs sont généralement choisies lors de l'extraction des huiles essentielles de plantes volumineuses, par contre, pour des matières végétales compactes telles que le bois, il est préconisé des hauteurs d'extracteurs sensiblement supérieurs à leurs largeurs [27].

En outre, dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau, afin de s'assurer d'un réel et bon contact entre vapeur et charge végétale, cette dernière sera répartie uniformément sur une plaque perforée. Cette plaque sert aussi, de distributeur de vapeur, afin que la vapeur soit distribuée de façon uniforme et d'éviter qu'elle emprunte des chemins préférentiels. Pour la petite colonne nous disposons d'un distributeur en téflon de 1 cm d'épaisseur et de 13,5 cm de diamètre, 10 cm de diamètre opérationnel, la surface perforée représente : 46 %.



Coupe E-E



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

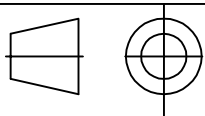
Echelle: 1/10

Masse :

Etudiants SI MEHAND
TIFADUI

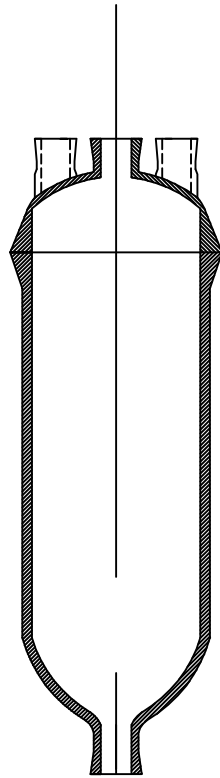
Promoteur Pr.BENYOUSSEF

Promoteur Pr.CHARCHARI

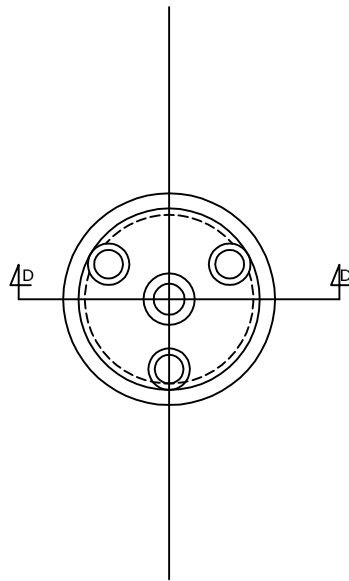


PETIT EXTRACTEUR

R 03

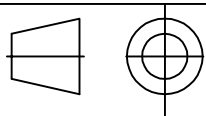


Coupe D-D



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Echelle: 1/10



Masse :

Etudiants SI MEHAND
TIFADUI

Promoteur Pr.BENYOUSSEF

Promoteur Pr.CHARCHARI

GRAND EXTRACTEUR

R 04

Pour la grande colonne nous avons utilisé une plaque perforée en acier inoxydable que nous avons coupé aux dimensions de la colonne avec un diamètre de 22 cm et un taux de vide de 31,15 %.

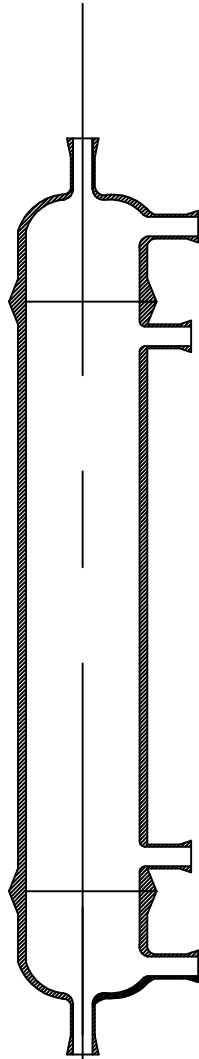
Les eaux de condensation retournent dans le ballon chaudière. Pour la petite colonne, elle retourne directement dans le ballon tandis que pour la seconde, nous avons prévu un robinet de purge en bas de l'extracteur pour les évacuer.

III.3. LE CONDENSEUR

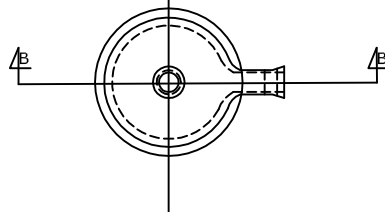
Le condenseur n'est autre qu'un échangeur de chaleur servant à convertir toute vapeur en liquide. Cette transformation d'état physique requiert l'élimination d'une quantité de chaleur équivalente à la chaleur de vaporisation des constituants, à laquelle s'ajoute la chaleur nécessaire au refroidissement de la matière condensée à une température convenable, inférieure à son point d'ébullition.

Parmi les différents types de condenseurs, nous avons utilisé le modèle le plus couramment utilisé en extraction par entraînement à la vapeur d'eau, à savoir le condenseur tubulaire à serpent. Le serpent où s'écoule l'eau de refroidissement est constitué de trois tubes enroulés, l'un à l'extérieur, le second au milieu et le troisième à l'intérieur. Le diamètre des tubes où s'écoulent les eaux de refroidissement est de 1 cm, le diamètre des spires extérieures est de 14,5 cm, celui des spires médianes est de 10,5 cm, et les spires intérieures 6,5 cm. Chaque spire est distante de 1 cm de sa voisine. Le nombre de spires de chaque tube est de 26. La surface d'échange offerte par le système ainsi obtenu est de : 0.7313 m² .

Selon les normes usuellement admises, un bon condenseur permet de recueillir un distillat dont la température avoisine les 30°C, tandis que l'eau de refroidissement ne doit pas excéder une température de 80°C à sa sortie [46].



Coupe B-B



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

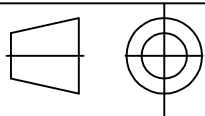
Echelle: 1/10

Masse :

Etudiants
SI MEHAND
TIFAQUI

Promoteur Pr.BENYOUSSEF

Promoteur Pr.CHARCHARI



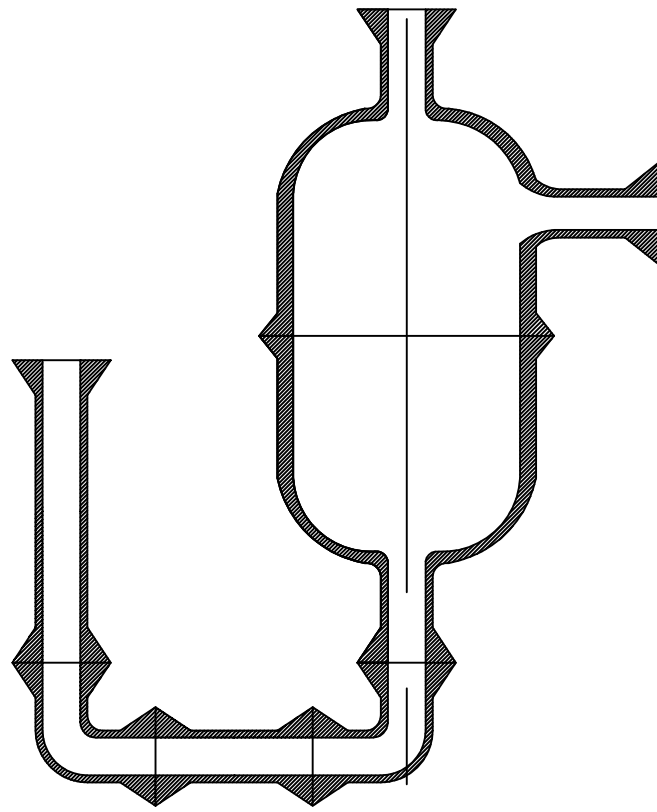
CONDENSEUR

R 02

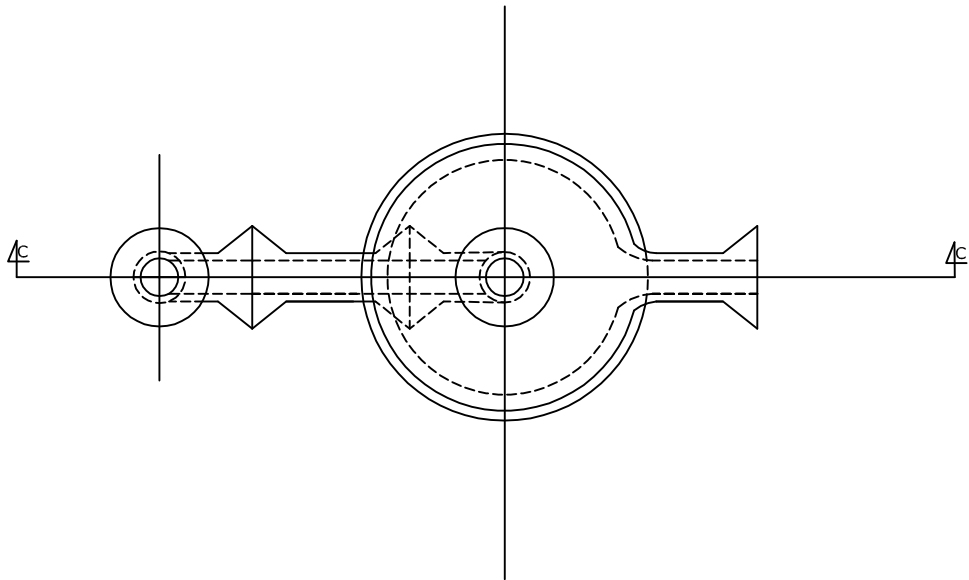
III.4. LE DECANTEUR

La séparation des deux phases, huile essentielle et eau, issues de la distillation se fait dans un vase florentin. Ils existent plusieurs types d'appareils, mais le principe est basé sur le fait suivant: les huiles essentielles ne se mélangent pas avec l'eau, elles y flottent ou se déposent au fond, selon la différence de densités.

Le décanteur est constitué de deux cloches superposées, la cloche inférieure a une seule ouverture verticale, la cloche supérieure en a deux, une verticale et une horizontale. La sortie de la cloche inférieure est reliée à un siphon pour fixer le niveau de soutirage de la phase lourde et maintenir une interface assurant l'évacuation en continu de la phase légère. Le distillat issu du condenseur s'écoule le long d'un tube fin dont la longueur permet de fixer le niveau d'introduction du mélange eau - huile dans le décanteur et d'éviter l'entraînement de la phase lourde avec la phase légère. C'est le principe de décanteur à flux inverse. Les huiles essentielles seront évacuées par la sortie transversale (2'''''), le niveau d'eau dans le décanteur est contrôlé à l'aide de la vanne (2''''').



Coupe C-C



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

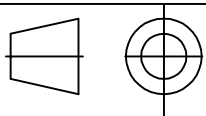
Echelle: 1/5

Masse :

Etudiants SI MEHAND
TIFADUI

Promoteur Pr.BENYOUSSEF

Promoteur Pr.CHARCHARI



DECANTEUR

R 01

CHAPITRE IV

MISE EN ŒUVRE DE L'INSTALLATION

NOMENCLATURE CHAPITRE IV

R_1	Le rendement en huile primaire	[%]
R_2	Le rendement en huile secondaire	[%]
R_{HE}	Le rendement en huile essentielle	[%]
m	Masse de la matière végétale	[g]
m_{HE}	Masse de l'huile essentielle obtenue	[g]
m_{veg}	Masse de matière végétale sèche utilisée	[g]

INDICES

A	Avec
HE	Huile essentielle
S	Sans

Après conception et réalisation de l'installation, nous avons procédé à l'étude de son fonctionnement. Pour cela nous avons mené des essais, à blanc et des essais d'extraction de l'huile essentielle de sauge.

IV.1. LES ESSAIS À BLANC (SANS MATIERE VEGETALE)

Ces essais ont pour but :

- Mesure des débits de vapeur dans chacun des deux extracteurs.
- Contrôle de l'étanchéité des différentes jonctions afin d'éviter les pertes et assurer un bon fonctionnement de l'installation.
- S'assurer des libres circulations des flux vapeur et liquide (eaux de condensation).
- Etude de l'influence des rubans chauffants et de la calotte sphérique sur l'évolution du débit de vapeur produite.
- Etude de l'influence du décanteur sur la régularité du débit de récupération des huiles essentielles.

IV.1.1. Cas de petit extracteur

Essai N°1

Cet essai est mené dans les conditions suivantes :

- Rubans branchés ;
- Calotte sphérique débranchée ;
- Sans décanteur.

Tableau IV.1 : Débit obtenu avec rubans, sans calotte et sans décanteur

Temps	Volume (ml)	Débit moyen (ml /mn)
5.37	50	9.31
6.33	50	7.90
7.08	50	7.06
5.75	50	8.70
6.49	50	7.71
5.37	50	9.31
6.63	50	7.54
6.03	50	8.29
6.44	50	7.78
6.58	50	7.60

Les résultats du tableau IV.1 montrent une variation du débit autour d'une valeur moyenne de 8.12 ml/min ; avec un écart maximal de 14.7 %. Le débit est relativement faible de l'ordre, 487ml/h. D'après les constatations expérimentales ceci est dû aux fortes condensations sur les parois de l'extracteur.

Essai N°2

Cet essai est mené dans les conditions suivantes :

- Rubans débranchés ;
- Calotte sphérique branchée ;
- Sans décanteur.

Tableau IV.2: Débit obtenu sans rubans, avec calotte et sans décanteur

Temps (mn)	Volume (ml)	Débit moyen (ml/mn)
5.00	50	10.00
5.55	50	09.01
5.38	50	09.29
5.47	50	09.14
5.12	50	09.77
4.65	50	10.75
4.78	50	10.46
4.57	50	10.94
5.00	50	10.00
4.63	50	10.80

Les résultats de tableau IV.2 montrent que l'emploi de la calotte sphérique nous donne un débit de vapeur de 10,02 ml/mn, supérieur à celui obtenu par l'utilisation des rubans seuls (tableau IV.1) ceci peut être expliqué par le fait que l'apport énergétique de la calotte sphérique est nettement plus important que celui des rubans. Ajoutant à ceci que les condensations sont plus importantes au niveau des conduites entre la chaudière et l'extracteur, alors que les rubans sont enroulés sur l'extracteur.

Essai N°3

Cet essai est mené dans les conditions suivantes :

- Rubans branchés ;
- Calotte sphérique branchée ;
- Sans décanteur.

Tableau IV.3 : Débit obtenu avec rubans, avec calotte et sans décanteur

Temps (mn)	Volume (ml)	Débit moyen (ml/mn)	Temps (mn)	Volume (ml)	Débit moyen (ml/mn)
2	30	15	1	20	20.00
1	20	20	2	20	10.00
1	20	20	1	20	20.00
2	20	10	1	20	20.00
1	20	20	2	20	10.00
1	20	20	1	20	20.00
2	20	10	1	20	20.00
1	20	20	2	20	10.00
1	20	20	1	20	20.00
2	20	10	1	20	20.00
1	20	20	2	20	10.00
1	20	20	3	50	16.67

Nous remarquons que le débit est 16,74 ml/mn, beaucoup plus important en utilisant la calotte et les rubans, ceci est dû à la forte puissance de chauffe de la calotte, surchauffant les vapeurs et les conduites menant à l'extracteur. Il n'y a pratiquement pas de condensation sur les parois de l'extracteur et le long des conduites menant à l'extracteur.

Les rubans et la calotte sont d'une grande importance, leurs apports calorifiques nous dispensent d'utiliser un calorifugeage et d'encombrer l'installation.

Essai N°4

Afin d'étudier l'influence du décanteur sur la régularité de débit, nous avons mené un essai dans les conditions de débit maximal c'est-à-dire :

- Rubans branchés ;
- Calotte sphérique branchée ;

- Avec décanteur.

Tableau IV.4 : Débit obtenu avec rubans, avec calotte et décanteur

Temps (mn)	Volume (ml)	Débit moyen (ml/mn)
2.87	50	17.42
2.89	50	17.30
2.96	50	16.89
3.17	50	15.77
2.58	50	19.37
2.83	50	17.67
2.72	50	18.38
3.00	50	17.67
2.67	50	18.73

L'examen des résultats de tableau IV.4 montre une faible variation de débit de vapeur autour d'une moyenne de 17.58 ml/mn, avec un écart maximal de 10.3%. Donc l'utilisation du décanteur nous permet d'avoir un débit plus régulier, ceci est dû au fait que le décanteur atténue les variations de flux de distillat.

Dans le tableau IV.5 nous avons reporté les valeurs moyennes des débits de vapeur d'eau pour les différents cas étudiés.

Tableau IV.5 : Résultats des essais sur le petit extracteur vide

Essai N°	Rubans	Calotte sphérique	Décanteur	Débit (ml/mn)
1	A	S	S	08.12
2	S	A	S	10.02
3	A	A	S	16.74
4	A	A	A	17.58

(A) : avec, (S) : sans

Nous constatons que le débit le plus élevé est obtenu dans le cas où la calotte, les rubans et le décanteur sont utilisés.

IV.1.2. Cas du grand extracteur

Essai N°1

Cet essai est réalisé dans les conditions suivantes :

- Rubans branchés ;
- Calotte sphérique débranchée ;
- Sans décanteur.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.6.

Tableau IV.6 : Débit obtenu avec rubans, sans calotte et sans décanteur

Temps (mn)	Volume (ml)	Débit moyen (ml/mn)
14	50	3.57
12	50	4.17
12	50	4.17
11	50	4.55
11	50	4.55

Nous constatons que le débit est très faible, ceci est dû aux condensations le long des conduites menant à la colonne, étant donné que la vapeur n'est pas surchauffée à cause de l'absence de la calotte.

Essai N°2

Cet essai est mené dans les conditions suivantes :

- Rubans branchés ;
- Calotte sphérique branchée ;
- Sans décanteur.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.7.

Tableau IV.7: Débit obtenu avec rubans, avec calotte et sans décanteur

Temps (mn)	Volume (ml)	Débit moyen (ml/mn)
4	50	12.50
4	50	12.50
2	20	10.00
2	20	10.00
2	30	15.00

Le débit de vapeur varie autour d'une moyenne de 12.00 ml/mn, avec un écart maximal de 25%. Donc le débit est irrégulier et le régime permanent n'a pas été atteint.

En utilisant la calotte, le débit est multiplié par trois, d'où l'importance de la calotte chauffante, pour assurer un débit de vapeur plus élevé.

Essai N°3

Afin d'étudier l'influence de décanteur sur la régularité de débit, nous avons mené un essai dans les conditions de débit maximal c'est-à-dire :

- Rubans branchés ;
- Calotte sphérique branchée ;
- Avec décanteur.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.8.

Tableau IV.8 : Débit obtenu avec rubans, avec calotte et avec décanteur

Temps (mn)	Volume (ml)	Débit moyen (ml/mn)
3.87	50	12.92
4.61	50	10.85
4.4	50	11.36
4.44	50	11.26
4.01	50	12.47
3.93	50	12.72
3.9	50	12.82
3.97	50	12.59

Lors de nos manipulations, nous avons remarqué, avec l'utilisation du décanteur un écoulement plus régulier.

Le tableau IV.9 regroupe les valeurs moyennes des débits de vapeur d'eau pour les différents cas étudiés.

Tableau IV.9 : Résultats des essais sur le grand extracteur vide

Essai N°	Rubans	Calotte sphérique	Décanteur	Débit (ml/mn)
1	A	S	S	04.20
2	A	A	S	12.00
3	A	A	A	12.12

(A) : avec, (S) : sans

Nous constatons que le débit le plus élevé est obtenu avec la calotte.

IV.2. EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE

IV.2.1. Matière végétale

Nous avons procédé à l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

La matière végétale utilisée provient de deux lots cultivés à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. Les parties de la plante utilisées pour l'extraction de l'huile essentielle sont les sommités aériennes non fleuries constituées de tiges et de feuilles.

IV.2.2. Utilisation de l'installation

1. Remplissage de la chaudière

Remplir le ballon chaudière à 2/3 de son volume par le robinet d'alimentation en eau, prévu à cet effet.

2. Mise en marche de la chaudière

Avant de mettre les résistances sous tension, il faut s'assurer que les rubans chauffants et la calotte sont débranchés, puis mettre sous tension au moyen du disjoncteur. Une fois l'ébullition atteinte, mettre sous tension la calotte sphérique.

3. Remplissage de l'extracteur avec la matière végétale

Il faut isoler l'extracteur du circuit de vapeur, en fermant la vanne 1, 2', pour le grand et petit extracteur respectivement. Pour les deux extracteurs, l'alimentation se fait par le haut, et ce en dévissant les têtes, côté extracteur et côté conduite, des flexibles en téflon sont prévus pour que ces équipements soient moins rigides. Dans le grand extracteur, il faut introduire la plaque perforée, à laquelle quatre fils sont attachés, prévus pour retirer la matière végétale après l'extraction. Une fois la matière végétale introduite, les extrémités des fils sont posées dessus. L'extracteur est refermé moyennant un joint en Téflon, deux brides et des goujons. Pendant ce temps la vapeur circule dans la colonne vide. Isoler ensuite l'extracteur vide et laisser la vapeur traverser le lit de matière végétale.

4. Mise en marche des rubans

Laisser les vapeurs circuler dans l'extracteur plein et suivre la circulation de vapeur à travers le lit de matière végétale. Dès que son niveau dépasse le niveau d'un ruban chauffant, mettre ce dernier sous tension.

Une fois l'extraction terminée, débrancher les rubans chauffants et la calotte, mais laisser la chaudière sous tension, pendant 10 à 15 minutes, avant de la débrancher pour éviter les chocs thermiques sur le verre.

5. Vidange de la matière végétale épuisée

La vidange se fait toujours après le refroidissement total de l'installation. Pour la petite colonne dévisser la cloche inférieure et retirer la matière végétale. Pour le grand extracteur, dévisser la tête puis tirer les files du support de la matière végétale pour effectuer l'opération de vidange.

IV.2.3. Cas du petit extracteur

L'extraction de l'huile essentielle d'un échantillon de *Salvia officinalis* L., provenant du premier lot, par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote a été réalisée. Le taux d'humidité de la matière végétale a été déterminé à l'aide de l'appareil de DEAN et STARK [3], et évalué à 77.91 %.

IV.2.3.1. Protocole expérimental

- Une masse de matière végétale, m , de 790 g est introduite dans le petit extracteur ;
- Vannes 2' et 2'' ouvertes ;
- Vannes 1 et 2''' fermées ;
- Chaudière alimentée ;
- Rubans et calotte sphérique sont branchés;
- Sans décanteur;

Les fractions de condensât à la sortie du condenseur sont recueillies dans des récipients de recette. La récupération de l'huile s'est faite 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.

Nous avons suivi l'évolution de la masse d'huile essentielle au cours du temps, et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.10.

Tableau IV.10 : Evolution de la masse d'huile essentielle au cours du temps

Temps (mn)	Masse d'HE (g)
10	0,2220
20	0,3553
30	0,3564
45	0,4170
60	0,4548
90	0,4870
120	0,5210
150	0,5545
180	0,5732
240	0,6266

Le rendement de l'huile essentielle par rapport à la masse de la matière végétale sèche est donné par la relation IV.1 suivante:

$$R_{HE}(\%) = (m_{HE} / m_{veg}) * 100 \quad (IV.1)$$

R_{HE} : rendement en huile essentielle ;

m_{HE} : masse d'HE obtenue ;

m_{veg} : masse de matière végétale sèche utilisée.

Les résultats obtenus sont représentés par le tableau IV.11 :

Tableau IV.11 : Evolution du rendement en HE au cours du temps

Temps (mn)	Rendement en HE (%)
00	0.0000
10	0.1272
20	0.2036
30	0.2043
45	0.2390
60	0.2607
90	0.2791
120	0.2986
150	0.3178
180	0.3285

240	0.3591
-----	--------

L'évolution du rendement en fonction du temps est représentée sur la figure IV.1 :

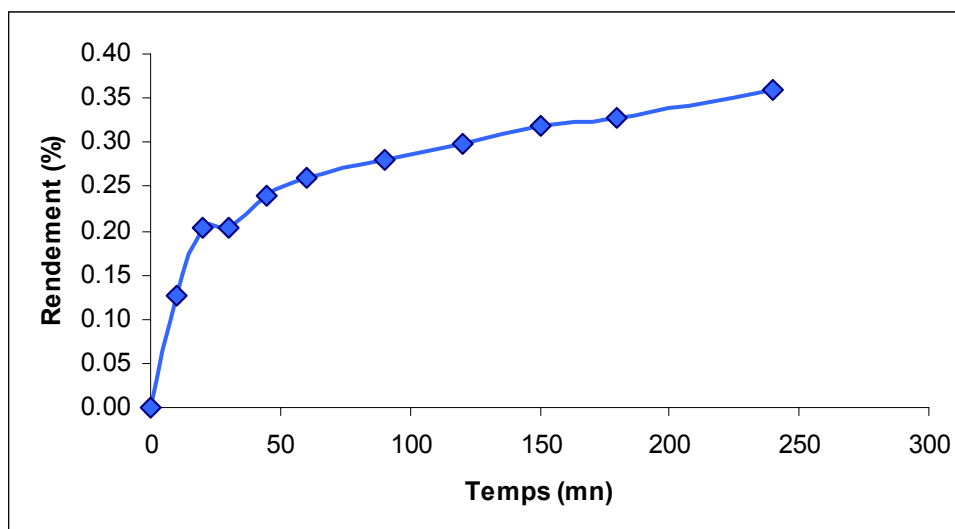


Figure IV.1: Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L

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 ne sont pas optimisés.

Notons que cette allure est similaire à celle obtenue à l'échelle du laboratoire dans des travaux en cours [47].

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 IV.12:

Tableau IV.12: Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle en fonction du temps

Volume d'eau (ml)	Temps (mn)	Débit (ml/mn)
150	10	15,00
164	10	16,40
174	10	17,40
272	15	18,13
277	15	18,47
542	30	18,07
568	30	18,93
574	30	19,13
490	30	16,33
983	60	16,38

Nous constatons une faible variation du débit de vapeur lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. autour d'une valeur moyenne de 17.43 ml/mn, avec un écart maximal de 13.9%.

IV.2.4. Cas du grand extracteur

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

IV.2.4.1. Protocole expérimental

Cette expérience a été réalisée selon le protocole expérimental suivant :

- Une masse de matière végétale, m, de 3223,1g est introduite dans le grand extracteur ;
- Vannes (1) et (2''') ouvertes ;
- Vannes (2') et (2'') fermées ;
- Chaudière alimentée ;
- Rubans et calotte sphérique sont branchés;
- Avec décanteur;

La récupération des eaux de distillation dans le décanteur permet par séparation mécanique d'obtenir l'huile essentielle primaire. Ensuite, la phase aqueuse est soumise à une

extraction liquide - liquide au moyen de l'éther diéthylique, après évaporation du solvant nous récupérons l'huile secondaire ou l'huile solubilisée dans les eaux de distillation.

IV.2.4.2. Calcul du rendement

La masse de l'huile essentielle primaire: 6,1335g

La masse sèche: 744,74g

Le rendement en huile primaire est calculé à l'aide de l'équation (IV.1): $R_1 = 0,82\%$

La masse de l'huile secondaire : 0.88 g

Le rendement en huile secondaire est de : $R_2 = 0.12 \%$.

Le rendement total de l'extraction est de : $R = R_1 + R_2 = 0,94 \%$

$$R = 0.94 \%$$

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.

IV.2.4.3. Mesure de débit de la vapeur d'eau

Pendant l'extraction de l'huile essentielle nous avons suivi l'évolution du débit de vapeur d'eau au cours du temps. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau IV.13.

Tableau IV.13 : Débit obtenu lors de l'extraction d'HE avec le grand extracteur

Volume (ml)	Temps (mn)	Débit (ml/mn)
1000	65	15.39
2750	180	15.28

Le débit obtenu, 15,33 ml/mn, est plus important avec la matière végétale qu'avec l'extracteur vide, ceci est dû à un apport en eau provenant de l'humidité de la matière végétale.

En outre, nous avons remarqué un tassement de la matière végétale pendant l'opération d'extraction, ceci nous amène à conclure que la morphologie du lit varie pendant l'opération, ce qui représente une difficulté supplémentaire pour les études d'écoulement et de transfert de matière.

CHAPITRE V

**ELEMENTS DE CALCUL DE
L'INSTALLATION**

NOMENCLATURE CHAPITRE V

A	La surface d'échange nécessaire	[m ²]
C _p	Chaleur spécifique	[cal/g .°C]
C _{p moy}	Chaleur spécifique moyenne dans un intervalle de température	[cal/g .°C]
DTLM	Différence de température logarithmique moyenne	[°C]
ΔH _{vap}	Enthalpie de vaporisation de l'eau	[cal/g]
P	Pression	[atm]
Q	Chaleur totale échangée	[cal/s]
Q ₁	Chaleur de désurchauffe	[cal/s]
Q ₂	Chaleur de condensation	[cal/s]
Q ₃	Chaleur de refroidissement	[cal/s]
Q' ₁	Chaleur nécessaire à l'échauffement de l'eau	[cal/s]
Q' ₂	Chaleur nécessaire à la vaporisation de l'eau	[cal/s]
Q' ₃	Chaleur nécessaire à la surchauffe de la vapeur	[cal/s]
T	Température	[°C]
T'	Température de l'eau à la saturation	[°C]
T ₁	Température d'entrée des vapeurs de tête de l'extracteur	[°C]
T ₂	Température de sortie du condensât	[°C]
T' ₁	Température de l'eau d'alimentation	[°C]
T' ₂	Température de la vapeur surchauffée	[°C]
V _{lit}	Volume du lit de matière végétale	[m ³]
VVH	La vitesse spatiale	[g/m ³ . s]
W _C	Débit massique de la vapeur d'eau traversant l'extracteur	[g/s]
W _{Ch}	Le débit massique de la vapeur d'eau produit par la chaudière	[g/s]
W _{eau}	Débit massique de l'eau de refroidissement	[g/s]
W _{vap}	Débit massique de la vapeur entrant dans le condenseur	[g/s]
d _{min}	Diamètre minimal des gouttelettes	[mm]
g	Accélération de la pesanteur	[m/s ²]
t ₁	Température d'entrée de l'eau de refroidissement	[°C]
t ₂	Température de sortie de l'eau de refroidissement	[°C]
t' ₁	Température de l'eau à la sortie de la zone de la désurchauffe	[°C]
t' ₂	Température de l'eau à la sortie de la zone de la condensation	[°C]
v	Viscosité cinématique de l'eau	[m ² /s]

Dans cette partie nous présentons le calcul des éléments principaux de l'installation. L'évaluation de l'efficacité des équipements utilisés, a été faite dans le but de relever les insuffisances de notre installation et de formuler des recommandations pour améliorer les performances l'installation.

V.1. EXTRACTEUR

La mise en œuvre d'un extracteur à lit fixe est généralement faite sur la base de la vitesse spatiale. Cette vitesse spatiale indique la quantité de vapeur d'eau correspondant à l'unité de volume de lit par unité de temps. Cette donnée de base permet donc de connaître le débit de vapeur d'eau à mettre en œuvre [48]:

$$\text{VVH} = \frac{W_C}{V_{\text{lit}}} \quad (\text{V.1})$$

W_C : débit massique de la phase continue (vapeur d'eau).

V_{lit} : volume du lit.

- **Cas de grand extracteur**

- $W_C = W_{\text{vap}} = 0.2550 \text{ g/s.}$

- $V_{\text{lit}} = 0.01992 \text{ m}^3.$

$$\text{VVH} = 12.8 \text{ g/m}^3 \cdot \text{s}$$

- **Cas de la petite colonne**

- $W_C = W_{\text{vap}} = 0.2899 \text{ g/s.}$

- $V_{\text{lit}} = 6.047 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$

$$\text{VVH} = 47.94 \text{ g/m}^3 \cdot \text{s}$$

Ces valeurs de VVH montrent qu'avec le générateur de vapeur utilisé, nous pouvons atteindre une vitesse quatre fois plus grande dans le petit extracteur que celle obtenue dans le grand extracteur.

V.2. LE CONDENSEUR

Le condenseur utilisé est un échangeur de chaleur tubulaire dont le tube a la forme d'un serpent. Le but de ce calcul est la détermination de la surface d'échange nécessaire pour la condensation de la vapeur produite et de la comparer à la surface offerte par l'échangeur utilisé. Cette comparaison nous permet de savoir si le condenseur répond à nos objectifs.

Dans ce calcul on assimile les vapeurs de tête de l'extracteur à une vapeur d'eau car la proportion d'huile essentielle présente est négligeable, comparée à la quantité de vapeur d'eau. On suppose donc que les propriétés de la vapeur d'eau ne sont pas modifiées.

Pour faire ce calcul nous avons besoin de la chaleur spécifique de l'eau et celle de la vapeur d'eau à des températures différentes, pour cela nous avons effectué une interpolation polynomiale de la courbe d'évolution de $C_p = f(T)$ [49, 50] aussi bien pour l'eau entre 16°C et 100°C que pour la vapeur d'eau entre 100°C et 400°C .

Pour l'eau la courbe obtenue est la suivante :

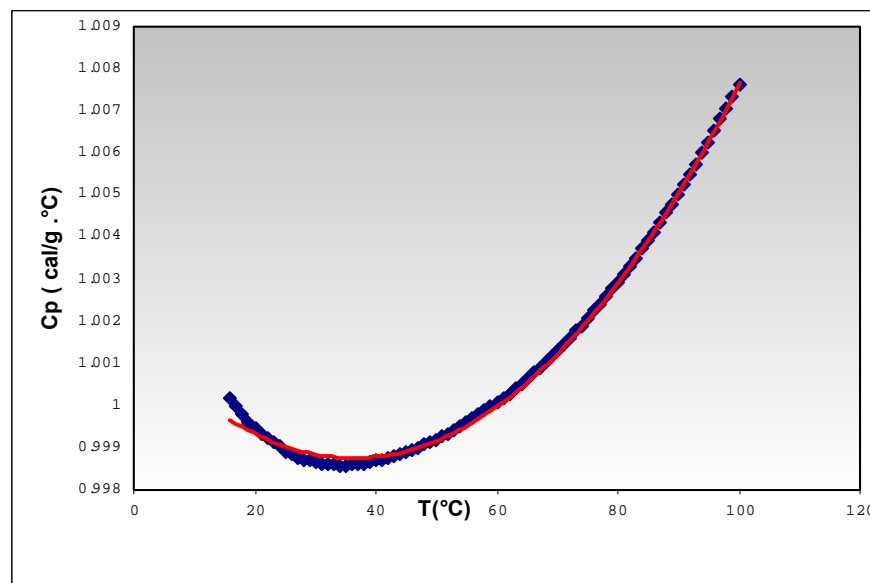


Figure V.1 : Evolution de la chaleur spécifique de l'eau en fonction de la température

Sur la base de cette interpolation l'équation obtenue, avec un coefficient de corrélation de 0.997, est :

$$C_p(T) = 2 \cdot 10^{-6} T^2 - 0.0002 \cdot T + 1.0017 \quad (V.2)$$

T : température en °C ;

C_p : chaleur spécifique en cal/g.°C.

Pour le cas de la vapeur d'eau, la courbe obtenue est la suivante :

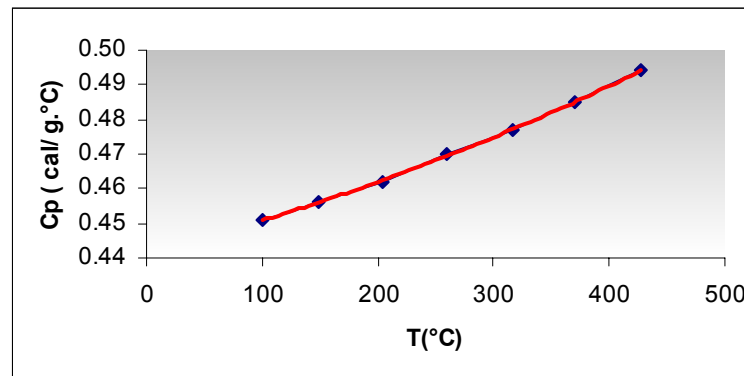


Figure V.2 : Evolution de la chaleur spécifique de la vapeur d'eau en fonction de la température

L'équation de la courbe de tendance, avec un coefficient de corrélation de 0.999, est:

$$C_p(T) = 9 \cdot 10^{-8} T^2 + 8 \cdot 10^{-5} T + 0.4417 \quad (\text{V.3})$$

Donc, à l'aide de ses équations nous pouvons calculer la chaleur spécifique moyenne, dans un intervalle donné de température, en utilisant la relation suivante :

$$C_{p\text{moy}}[T_1, T_2] = \frac{1}{(T_2 - T_1)} \int_{T_1}^{T_2} C_p dT \quad (\text{V.4})$$

Généralement l'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles se fait à des températures de l'ordre de 100°C, mais il arrive d'utiliser des vapeurs légèrement surchauffées afin d'éviter les condensations excessives occasionnées par les pertes thermiques et les pertes de charges, lors de l'écoulement de la vapeur dans l'extracteur. Pour ces raisons les calculs ont été menés pour les deux cas limites à savoir des températures de vapeur d'eau à la sortie de l'extracteur de 100 et 110°C.

V.2.1. Cas du petit extracteur

V.2.1.1. Pour une température d'entrée à 110°C

V.2.1.1.1. Les données

- **A l'intérieur de serpentin :**
 - Nature du fluide : eau de refroidissement
 - Température d'entrée du fluide : $t_1 = 16^\circ\text{C}$.
 - Chaleur spécifique à la température d'entrée : $C_{p\text{eau}} = 1.00019 \text{ cal/g}\cdot^\circ\text{C}$;
 - Densité du fluide à la température d'entrée : 0.897;

- Débit massique : $W_{\text{eau}} = 143.598 \text{ g/s}$.

▪ **A l'extérieur de serpentin :**

- Nature du fluide : vapeur de tête (vapeur d'eau) ;
- Température d'entrée : $T_1 = 110 \text{ °C}$;
- Pression d'entrée $P = 1 \text{ atm}$;
- Température de sortie : $T_2 = 20 \text{ °C}$;
- Débit massique : $W_{\text{vap}} = 0.2899 \text{ g/s}$.

V.2.1.1.2. Calculs

1. Estimation des chaleurs spécifiques moyennes

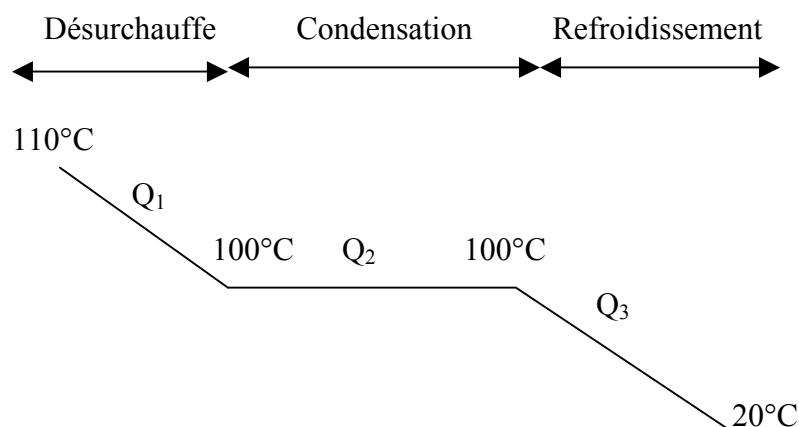
Les chaleurs spécifiques moyennes dans les intervalle de température 20-100°C et , 100- 110°C, sont déterminées au moyen de la relation V.4, et elles sont de :

- $C_p \text{ moy } [20, 100\text{°C}] = 0.9979 \text{ cal/g.°C}$
- $C_p \text{ moy } [100, 110\text{°C}] = 0.451 \text{ cal/g.°C}$

2. Estimation des différentes quantités de chaleur échangées

La condensation de la vapeur a lieu en trois étapes :

1. La désurchauffe de la vapeur de 110°C à 100°C.
2. Condensation à température constante : à $T' = 100\text{°C}$.
3. Refroidissement du condensât de 100°C à 20°C.



FigureV.3: Profil d'évolution de la température dans le condenseur pour une vapeur à 110°C

2.1. Chaleur de désurchauffe

$$Q_1 = W_{\text{vap}} * C_p \text{ moy} * (T_1 - T') = 0.2899 * 0.451 * 10$$

$$Q_1 = 1.307 \text{ cal/s}$$

2.2. Chaleur de condensation

Q_2 correspond à une chaleur de vaporisation de l'eau à 100°C et sous la pression atmosphérique. Selon le tableau 3.276 [48] $\Delta H_{\text{vap}} = 539.12 \text{ cal/g}$.

$$Q_2 = W_{\text{vap}} * \Delta H_{\text{vap}} = 0.2899 * 539.12 = 156.29 \text{ cal/s.}$$

$$Q_2 = 156.29 \text{ cal/s}$$

2.3. Chaleur de refroidissement

$$Q_3 = W_{\text{vap}} * C_p \text{ moy} * (T' - T_2) = 0.2899 * 0.9979 * (100 - 20) = 23.14 \text{ cal/s}$$

$$Q_3 = 23.14 \text{ cal/s}$$

2.4. Chaleur totale échangée

$$Q = Q_1 + Q_2 + Q_3 = 180.737 \text{ cal/s.}$$

$$Q = 180.737 \text{ cal/s}$$

3. Estimation de la température de sortie de l'eau de refroidissement t_2

$$t_2 = t_1 + \frac{Q}{C_{p \text{ eau}} * W_{\text{eau}}}$$

$$t_2 = 17.26 \text{ °C}$$

4. Détermination des températures moyennes DTLM

L'échangeur de chaleur utilisé fonctionne à contre courant, donc les températures d'entrée et celle de sortie de chaque courant sont réparti comme suit :

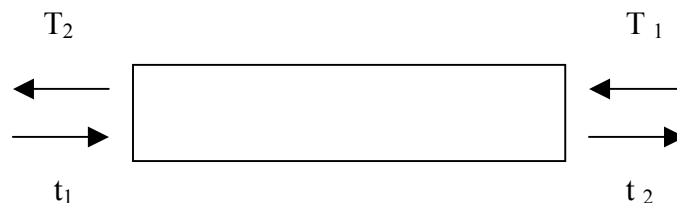


Figure V.4 : distribution des températures à l'entrée et sortie de condenseur

$$\Delta t = T_2 - t_1$$

$$\Delta T = T_1 - t_2$$

La DTLM est donnée par l'expression suivante :

$$DTLM = \frac{\Delta T - \Delta t}{\ln \frac{\Delta T}{\Delta t}} \quad (V.5)$$

4.1 Zone de la désurchauffe

$$t'_1 = t_1 + \frac{Q_1}{C_{p \text{ eau}} * W_{\text{eau}}} = 16.009 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta t = 84 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta T = 93.991 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$DTLM_1 = 88.9 \text{ } ^\circ\text{C}$$

4.2. Zone de la condensation

$$t'_2 = t'_1 + \frac{Q_2}{C_{Peau} * W_{\text{eau}}} = 17.097 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta t = 83.991 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta T = 82.903 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$DTLM_2 = 83.44 \text{ } ^\circ\text{C}$$

4.3. Zone de refroidissement

$$t_2 = 17.528 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta t = 2.903 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta T = 82.742 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$DTLM_3 = 23.83 \text{ } ^\circ\text{C}$$

5. Détermination de la surface d'échange nécessaire

A partir du tableau 10.14 de [51] nous avons :

- Pour la zone de désurchauffe des vapeurs : $U_1 = 417 \text{ kcal /hr.m}^2.\text{ } ^\circ\text{C}$

A partir du tableau 10.14 de [49] nous avons :

- Pour la zone de condensation : $U_2 = 480 \text{ kcal /hr.m}^2.\text{ } ^\circ\text{C}$.
- Pour la zone de refroidissement de condensât : $U_3 = 340 \text{ kcal /hr.m}^2.\text{ } ^\circ\text{C}$.

La surface d'échange est donnée par :

$$A = \frac{Q_1}{U_1 * DTLM_1} + \frac{Q_2}{U_2 * DTLM_2} + \frac{Q_3}{U_3 * DTLM_3} \quad (V.6)$$

$$A = 0.0244 \text{ m}^2$$

V.2.1.2. Pour une température d'entrée à 100°C

V.2.1.2.1. Les données

- **A l'intérieur de serpentin**
 - Nature du fluide : eau de refroidissement
 - Température d'entrée du fluide : $t_1 = 16^\circ\text{C}$.
 - Chaleur spécifique à la température d'entrée : $C_{p_{\text{eau}}} = 1.00019 \text{ cal/g} \cdot ^\circ\text{C}$;
 - Densité du fluide à la température d'entrée : 0.897;
 - Débit massique : $W_{\text{eau}} = 143.598 \text{ g/s}$.

- **A l'extérieur de serpentin**
 - Nature du fluide : vapeur de tête (vapeur d'eau)
 - Température d'entrée : $T_1 = 100^\circ\text{C}$
 - Pression d'entrée $P = 1 \text{ atm}$
 - Température de sortie : $T_2 = 20^\circ\text{C}$
 - Débit massique : $W_{\text{vap}} = 0.2899 \text{ g/s}$

V.2.1.2.2. Calculs

1. Estimation des différentes quantités de chaleur échangées

La condensation de la vapeur a lieu en deux étapes :

1. Condensation à température constante : à $T = 100^\circ\text{C}$
2. Refroidissement du condensât de 100°C à 20°C .

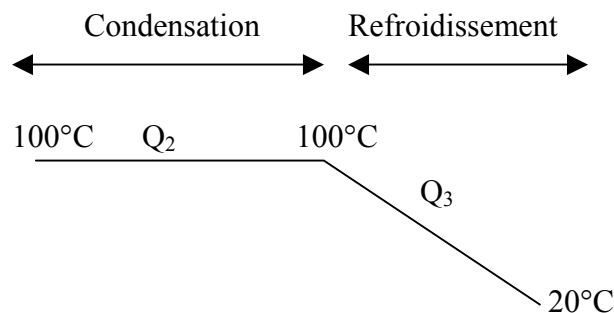


Figure V.5 : Profil d'évolution de la température dans le condenseur pour une vapeur à 100°C

1.1. Chaleur de condensation

$$Q_2 = 156.29 \text{ cal/s.}$$

$$Q_2 = 156.29 \text{ cal/s}$$

1.2. Chaleur de refroidissement

$$Q_3 = 23.14 \text{ cal/s}$$

$$Q_3 = 23.14 \text{ cal/s}$$

1.3. Chaleur totale échangée

$$Q = Q_2 + Q_3 = 179.43 \text{ cal/s.}$$

$$Q = 179.43 \text{ cal/s}$$

2. Estimation de la température de sortie de l'eau de refroidissement t_2

$$t_2 = t_1 + \frac{Q}{C_{Peau} * W_{eau}} ; \quad t_2 = 17.249 \text{ } ^\circ\text{C}$$

3. Détermination des températures moyennes DTLM**3.1. Zone de la condensation**

$$t'_2 = 17.088 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$DTLM_2 = 83.45 \text{ } ^\circ\text{C}$$

(voir étape V.2.1.1.2, (4) même chapitre)

3.2. Zone de refroidissement

$$t_2 = 17.249 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$DTLM_3 = 23.85 \text{ } ^\circ\text{C}$$

(voir étape V.2.1.1.2, (4) même chapitre)

4. Détermination de la surface d'échange nécessaire

$$A = \frac{Q_2}{U_2 * DTLM_2} + \frac{Q_3}{U_3 * DTLM_3} \quad (\text{V.7})$$

$$A = 0.0243 \text{ m}^2$$

V.2.2. Cas du grand extracteur

V.2.2.1. Pour une température d'entrée à 110 °C

V.2.2.1.1. Les données

- **A l'intérieur de serpentin**
 - Nature du fluide : eau de refroidissement
 - Température d'entrée de fluide : $t_1 = 16^\circ\text{C}$
 - Débit massique : $W_{\text{eau}} = 143.598 \text{ g/s}$.

- **A l'extérieur de serpentin**
 - Nature du fluide : vapeur de tête (vapeur d'eau)
 - Température d'entrée : $T_1 = 110^\circ\text{C}$
 - Pression d'entrée $P = 1 \text{ atm}$
 - Température de sortie : $T_2 = 20^\circ\text{C}$
 - Débit massique : $W_{\text{vap}} = 0.2550 \text{ g/s}$

V.2.2.1.2. Calculs

1. Estimation des différentes quantités de chaleur échangées

1.1. Chaleur de désurchauffe

$$Q_1 = W_{\text{vap}} * C_{p \text{ moy}} * (T_1 - T') = 0.2550 * 0.451 * 10 = 1.15 \text{ cal/s}$$

$$Q_1 = 1.15 \text{ cal/s}$$

1.2. Chaleur de condensation

$$Q_2 = W_{\text{vap}} * \Delta H_{\text{vap}} = 137.47 \text{ cal/s.}$$

$$Q_2 = 137.47 \text{ cal/s}$$

1.3. Chaleur de refroidissement

$$Q_3 = W_{\text{vap}} * C_{p \text{ moy}} * (T' - T_2) = 0.2550 * 0.9979 * (100-20) = 20.36 \text{ cal/s}$$

$$Q_3 = 20.36 \text{ cal/s}$$

1.4. Chaleur totale échangée

$$Q = Q_1 + Q_2 + Q_3 = 158.98 \text{ cal/s.}$$

$$Q = 158.98 \text{ cal/s}$$

2. Estimation de la température de sortie de l'eau de refroidissement t_2

$$t_2 = t_1 + \frac{Q}{C_{Peau} * W_{eau}} ; t_2 = 17.107 \text{ °C}$$

3. Détermination des températures moyennes DTLM

3.1. Zone de la désurchauffe

$$t'_1 = 16.008 \text{ °C}$$

$$DTLM_1 = 88.90 \text{ °C}$$

3.2. Zone de la condensation

$$t'_2 = 16.965 \text{ °C}$$

$$DTLM_2 = 83.51 \text{ °C}$$

3.3. Zone de refroidissement

$$t_2 = 17.107 \text{ °C}$$

$$DTLM_3 = 24.146 \text{ °C}$$

4. Détermination de la surface d'échange nécessaire

La surface est donnée par la relation (V.6):

$$A = 0.02138 \text{ m}^2 \quad (\text{voir étape V.2.1.1.2 (5), même chapitre})$$

V.2.2.2. Pour une température d'entrée à 100 °C

V.2.2.2.1. Les données

- **A l'intérieur de serpentin**
 - Nature du fluide : eau de refroidissement
 - Température d'entrée de fluide : $t_1 = 16 \text{ °C}$
 - Débit massique : $W_{eau} = 143.598 \text{ g/s}$.

- **A l'extérieur de serpentin**
 - Nature du fluide : vapeur de tête (vapeur d'eau)
 - Température d'entrée : $T_1 = 100 \text{ °C}$
 - Pression d'entrée $P = 1 \text{ atm}$

- Température de sortie : $T_2 = 20^\circ\text{C}$
- Débit massique : $W_{\text{vap}} = 0.2550 \text{ g/s}$

V.2.2.2.2. Calculs

1. Estimation des différentes quantités de chaleur échangées

1.1. Chaleur de condensation

$$Q_2 = 137.47 \text{ cal/s}$$

$$Q_2 = 137.47 \text{ cal/s}$$

1.2. Chaleur de refroidissement

$$Q_3 = 20.36 \text{ cal/s}$$

$$Q_3 = 20.36 \text{ cal/s}$$

1.3. Chaleur totale échangée

$$Q = Q_2 + Q_3 = 157.83 \text{ cal/s}$$

$$Q = 157.83 \text{ cal/s}$$

2. Estimation de la température de sortie de l'eau de refroidissement t_2

$$t_2 = t_1 + \frac{Q}{C_{\text{Peau}} * W_{\text{eau}}} ; t_2 = 17.099^\circ\text{C}$$

3. Détermination des températures moyennes DTLM

3.1. Zone de condensation

$$t'_2 = 16.957^\circ\text{C}$$

$$\text{DTLM}_2 = 83.52^\circ\text{C}$$

3.2. Zone de refroidissement

$$t_2 = 17.099^\circ\text{C}$$

$$\text{DTLM}_3 = 24.467^\circ\text{C}$$

4. Détermination de la surface d'échange nécessaire

La surface est donnée par la relation (V.7):

$$A = 0.02115 \text{ m}^2$$

V.2.3. Résultats et discussions

La surface d'échange totale de l'échangeur utilisé est de : 0.7313 m²

Dans le tableau V.1 nous avons reporté les valeurs des surfaces d'échange, calculées dans chaque cas, et le rapport entre ces surfaces et la surface offerte par l'échangeur utilisé exprimé en %.

Tableau V.1 : Résultats obtenus pour le calcul de la surface d'échange nécessaire

	Température (°C)	Surface (m ²)	Rapport (%)
Grand extracteur	110	0.0214	2.93
	100	0.0212	2.90
Petit extracteur	110	0.0244	3.33
	100	0.0243	3.32

Les résultats de tableau V.1 montrent que le condenseur est largement surdimensionné, nous utilisons moins de 5% de la surface totale dont on dispose. Cependant, nous avons constaté lors de l'extraction d'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. qu'il y a des pertes en constituants volatils à travers l'ouverture à l'atmosphère.

En effet, le fonctionnement de l'installation a révélé que la surface extérieure du condenseur est chaude sur toute sa longueur, ce qui peut s'expliquer par le fait que les vapeurs circulant du côté des parois du condenseur ne sont pas bien condensées, seules les vapeurs circulant au voisinage immédiat du serpentin le sont. Donc malgré que le condenseur soit surdimensionné, il ne s'est pas avéré performant et nous préconisons de faire circuler les vapeurs à l'intérieur du serpentin, et l'eau de refroidissement à l'extérieur de ce dernier.

V.3. LA CHAUDIERE

Lors des manipulations, nous avons remarqué que les condensations de vapeur d'eau deviennent minimales lorsque la calotte et les rubans chauffants sont utilisés. Ainsi nous avons supposé que le débit massique de vapeur produite par la chaudière est égal au débit massique du distillat et ce, malgré les éventuelles pertes de matière au niveau du condenseur.

V.3.1. Les données

- Le débit massique de vapeur d'eau produite par la chaudière: $W_{ch}=0.2878\text{g/s}$;
- Température de l'eau d'alimentation : $T'_1 = 16^\circ\text{C}$;
- Température de l'eau à la saturation : $T' = 100^\circ\text{C}$;

- Température de la vapeur surchauffée : $T'_2 = 110^\circ\text{C}$;
- C_p moy [16°C , 100°C] = $0.9980 \text{ cal/g} \cdot ^\circ\text{C}$.

V.3.2. Calculs

V.3.2.1. Calcul des puissances nécessaires

Cette puissance correspond à la quantité de chaleur nécessaire pour produire une vapeur d'eau surchauffée à une température de 110°C , sous une pression atmosphérique, à partir d'une eau à 16°C .

La production de la vapeur d'eau surchauffée se divise en trois étapes :

1. Echauffement de l'eau de 16°C à 100°C ;
2. Vaporisation de l'eau à 100°C ;
3. Surchauffe de la vapeur produite de 100°C à 110°C .

Dans ce qui suit nous supposons que le débit massique est constant.

1. Echauffement de l'eau de 16°C à 100°C , Q'_1

$$Q'_1 = 0.2878 * 0.9980 * (100-16) = 24.13 \text{ cal/s}$$

$$Q'_1 = 24.13 \text{ cal/s}$$

2. Vaporisation de l'eau à 100°C , Q'_2

$$Q'_2 = 0.2878 * 539.12 = 155.16 \text{ cal/s}$$

$$Q'_2 = 155.16 \text{ cal/s}$$

3. Surchauffe de la vapeur de 100°C à 110°C , Q'_3

$$Q'_3 = 0.2878 * 0.451 * (110-100) = 1.298 \text{ cal/s}$$

$$Q'_3 = 1.298 \text{ cal/s}$$

Donc la puissance utile est la somme en valeur absolue des quantités de chaleur nécessaires et elle est de : 180.59 cal/s .

Le tableau V.2 ci-après résume les résultats obtenus pour le calcul des puissances nécessaires, puissance utile, et le rendement maximal de la chaudière utilisée. Le rendement maximal correspond à un débit maximal de distillât qui est celui obtenu avec le petit extracteur.

Tableau V.2 : Eléments de calcul de la chaudière

PUISSANCE NECESSAIRE A	[cal/s]	
L'échauffement de l'eau		24.13
La vaporisation		155.16
La surchauffe		1.298
PUISSANCE UTILE	[cal/s]	180.59
PUISSANCE INTRODUITE	[cal/s]	358.85
RENDEMENT	[%]	50.32

V.3.3. Résultats et discussions

Le rendement des chaudières électriques est généralement de 99% [41], alors que celui calculé est de 50,32%, ceci est dû au fait que le débit de vapeur réellement produit par la chaudière n'est pas identique à celui mesuré à la sortie de condenseur, ceci peut être expliqué par le long parcours de la vapeur depuis la chaudière jusqu'à la sortie de condenseur. Et les condensations qui en résultent.

En outre, l'apport énergétique de la calotte sphérique et celui des rubans chauffants nous a permis de diminuer les pertes en terme de vapeur produite, mais pas de les éliminés totalement. Cependant un film d'eau de condensation circulant à contre courant de la vapeur ascendante est observé lors de nos manipulations.

Un calcul rigoureux revient à placer le condenseur directement à la sortie de la chaudière pour pouvoir rapprocher le plus possible le débit réellement produit.

Ajoutant à cela qu'une des résistances de la chaudière ne fonctionne pas correctement, elle peut être défectueuse, alors que dans le calcul de rendement nous avons supposé que les trois résistances de 500W chacune fonctionnent correctement.

V.4. LE DECANTEUR

V.4.1. Les données

- Température de distillat $T_2=20^\circ\text{C}$.
- Viscosité cinématique de l'eau à 20°C , $\nu : 1,005 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$.
- Accélération de l'apesanteur : $g = 9,89 \text{ m/s}^2$.
- La masse volumique de l'eau : $\rho_1 = 0,998 \text{ g/cm}^3$.
- La section du décanteur est de : $S=0,0183 \text{ m}^2$.

V.4.2. Calculs

V.4.2.1. Mesure de la masse volumique de l'huile essentielle

Masse du pycnomètre vide : 6,6808 g.

Masse du pycnomètre rempli d'eau : 11,9915 g.

Masse du pycnomètre et l'huile essentielle : 11,4890 g.

La masse volumique de l'huile essentielle est de : $\rho_2 = 0,9054 \text{ g/cm}^3$.

V.4.2.2. Calcul de la vitesse de passage de l'émulsion dans le décanteur v_p

1. Pour le petit extracteur :

$$D = 17,43 \text{ ml/mn.}$$

$$v_p = D/S.$$

$$v_p = 1,58 * 10^{-5} \text{ m/s.}$$

2. Pour Le grand extracteur :

$$D = 15,33 \text{ ml/mn.}$$

$$v_p = D/S.$$

$$v_p = 1,39 * 10^{-5} \text{ m/s}$$

V.4.2.3. Estimation du diamètre minimal des gouttelettes

On suppose que le régime est laminaire, la vitesse d'ascension est donnée par la loi de Stokes (II.5), la limite de décantation est atteinte lorsque $v_s = v_d$ (voir chapitre II)

$$v_p = \frac{d_{\min}^2 * (\rho_1 - \rho_2) * g}{18 * \eta}$$

$$D' \text{ où } d_{\min} = \sqrt{\frac{18 * \eta * v_p}{(\rho_1 - \rho_2) * g}}$$

▪ Cas du petit extracteur : $d_{\min} = 0,0176 \text{ mm}$

Pour qu'il y ait décantation : $v_s > v_p$ d'où $d > d_{\min}$

Donc : $d > 0,0176 \text{ mm}$

▪ Cas du grand extracteur : $d_{\min} = 0,0165 \text{ mm}$

Pour qu'il y ait décantation : $v_s > v_p$ d'où $d > d_{\min}$ donc : $d > 0,0165 \text{ mm}$

Nous supposons un diamètre de gouttelettes de 0,1 mm, cas des fines gouttelettes. La vitesse d'ascension sera alors égale à $v_s = 5,073 \cdot 10^{-4}$ m/s.

Vérifions qu'on se situe effectivement dans le domaine de Stokes:

$$Re_p = \frac{d \cdot v \cdot \rho}{\eta} ; Re_p = 5,047 \cdot 10^{-2}$$

Donc on est bien dans le régime supposé.

L'efficacité du décanteur, d'après l'équation (II.11), serait alors :

- **Cas du petit extracteur : K=0,968**
- **Cas du grand extracteur : K=0,972**

Nous constatons que dans les deux cas que l'efficacité du décanteur est proche de l'unité.

V.4.3. Résultats et discussions

D'après les calculs, nous avons une bonne séparation, ce qui est en accord avec les observations lors des manipulations. Cependant la décantation se faisait à l'intérieur du tube (8) prévu pour assurer le reflux. Comme amélioration du système de décantation nous pensons à la solution qui consisterait à connecter le tube (8) à la partie inférieure du décanteur pour avoir un flux de distillat ascendant alors que dans notre cas il s'agit d'un flux descendant.

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Dans le cadre de ce travail nous avons réalisé une installation d'extraction solide/fluide qui répond à des besoins de recherche et qui peut servir comme montage pédagogique dans les travaux pratiques d'opérations unitaires ou de transferts thermique et de matière.

Nous avons utilisé les éléments d'anciennes installations à l'arrêt, aux quels nous avons donné une seconde vie. Après avoir effectué l'inventaire du matériel disponible, nous avons imaginé et conçu un schéma de l'installation, permettant de mettre en œuvre les procédés d'entraînement à la vapeur d'eau, d'hydrodistillation et d'extraction par solvant.

La mise en œuvre de l'installation réalisée a concerné l'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. Les essais menés nous ont permis de vérifier le bon fonctionnement de l'installation et de formuler quelques recommandations pour l'améliorer.

Ainsi conçue la chaudière n'a pas une puissance de chauffe suffisante pour nous permettre de faire varier, dans une large gamme, le débit de vapeur d'eau. Par ailleurs, et étant donné le choc thermique sur le verre du ballon chaudière, provoque par le retour des eaux de distillation provenant du décanteur, système de cohobage, nous recommandons une chaudière qui permet une production de vapeur plus importante, et construite d'un matériau moins fragile que le verre.

Nous avons constaté que le condenseur est largement surdimensionné, plus de 95% de la surface d'échange n'est pas utilisée, cependant nous avons constaté des pertes au niveau de l'ouverture à l'atmosphère, il y a que les vapeurs qui sont en contact direct avec le serpentín qui se condensent. Nous recommandons de faire passer les vapeurs à l'intérieur du serpentín et le liquide caloporteur à l'extérieur de celui-ci. Cependant il faut prévoir une ouverture à l'atmosphère entre le condenseur et le décanteur.

Nous avons constaté une bonne séparation des deux phases, mais elle se fait dans le tube. Comme amélioration du décanteur, nous pensons à la solution qui consisterait à l'alimenter par sa partie inférieure en flux de distillat ascendant.

Ces améliorations sont indispensables pour rendre l'installation plus performante et éviter les différents problèmes rencontrés.

Nous avons utilisé deux extracteurs, qu'on peut facilement isoler par un jeu de vannes. Le grand extracteur peut servir à l'entraînement à la vapeur d'eau, comme il peut-être utilisé pour l'extraction par solvant. Et ce, en introduisant le solvant du haut de la colonne et en récupérant le solvant et l'extrait en bas de colonne, grâce au robinet prévu à cet effet. Une fois l'extraction terminée, on fait passer un courant de vapeur dans l'extracteur afin de récupérer par entraînement le solvant restant sur le lit de solide.

Ce travail a le mérite d'avoir mis en place une nouvelle installation et de l'avoir testé, ce qui constitue un acquis pour le département.

La mise en œuvre de l'extraction par solvant et de l'hydrodiffusion, ainsi que l'optimisation des paramètres expérimentalement accessibles de ces procédés, pourraient faire l'objet de travaux futurs.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **C. JEANNON, Y. POURCELOT et A. VERNEY,**
"Génie chimique, Génie pharmaceutique", *PROB. PHARM.*, vol. 28 n°8, 1973.
- [2] **J.LEYBROS et P. FREMEAUX,**
"Extraction solide-liquide", *Techniques de l'ingénieur*, J2780, p2, 1993.
- [3] **NORME AFNOR,**
"Huiles Essentielles", pp38-40, 1992.
- [4] **P. BAUD,**
"Traité de chimie industrielle, Tome III : Industries organiques ", Ed. MASSON & C^{IE}, Paris, pp704-713, 1951.
- [5] **P. CARRE,**
"Précis de technologie et de chimie industrielle, Tome III : Les industries des produits organiques ", Ed. J.B BAILLIERE et FILS, Paris, pp385-391, 1939.
- [6] **H. TATU,**
"Industrie moderne des parfums", Ed. J.B BAILLIERE. & fils, 1932.
- [7] **J.BLAKEWAY et M.SEEN SALERNO,**
"La mousse de chêne, une base de la parfumerie", *Pour la science*, Mai 1987.
- [8] **R. GAUTHIER et M.GOURAI,**
"Plantes médicinales et phytothérapie", Tome XIII, pp95-108, 1989.
- [9] **E. BOCCHIO,**
"Natural essentials oils", *Parfums Cosmét. Arômes*, pp61 – 63, 1985.
- [10] **M.ROMDHANE et C.TIZAOUI,**
"The kinetic modeling of a steam distillation unit for the extraction of aniseed (*Pimpinella anisum*) essential oil", *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. 80, pp759-766, 2005.
- [11] **A. KUBÁTOVÁ, B. JANSEN, J.F.VAUDOISOT et S.B. HAWTHORNE,**
"Thermodynamic and kinetic model for the extraction of essential oil from savory and polycyclic aromatic hydrocarbons from soil with hot (subcritical) water and supercritical CO₂", *Journal of Chromatography A*. 975, pp175-188, 2002.
- [12] **F. PERINEAU, L.GANOU et G.VILAREM,**
"Studying Production of Lovage Essential Oils in a Hydrodistillation Pilot Unit Equipped with a Cohobation System", *J. Chem. Tech. Biotechnol*, 53, pp165-171, 1992.
- [13] **R.B BIRD, W.E. STEWART et E.N. LIGHTFOOT,**
"Fenómenos de transporte", Ediciones REPLA, S.A. México, 1987.
- [14] **I. RODRÍGUEZ, V. GERBAUD et X. JOULIA,**
"Feasibility of heterogeneous Batch Distillation Processes", *AIChE Journal*, 48(6), pp1168-1178, 2002.

- [15] **C. R. SHOVE et E. R. GILLILAND,**
"Elements of Fractional Distillation", Ed. McGRAW-HILL, New York, 1950.
- [16] **B. SANKARIKUTTY et C.S. NARAYANAN,**
"Isolation and Production. Encyclopaedia of Food Science", Food Technology and Nutrition, Academic Press, pp2185-2189, 1993.
- [17] **K.TOULGOAT,**
"Etude des mécanismes de formation des émulsions thermiques. Potentialités de séparation par ultrafiltration", Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, France, 1996.
- [18] **H. R. DOWNES,**
"Progress in essential oils, The chemistry of living cells", Ed. Longmans, 1955.
- [19] **T.J. MARSHALL et J.W. HOLMES,**
"Plants and soil water in soils physics", Cambridge University press, pp283-303. London, 1979.
- [20] **L.GANOU,**
"Contribution a l'étude des mécanismes fondamentaux de l'hydrodistillation des huiles essentielle", Thèse de Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 1993.
- [21] **N.N.GOKHALE et Y.MASADA,**
"International Congress essential oils", 7, p242, 1977.
- [22] **C. VON RECHENBERG,**
"Theorie der gewining and trennung der ätherischen öl durch destillation", Selbot-Verlag
Von Shimmel, p432, 1910.
- [23] **G.D. BAGCHI et G.N. SRIVASTAVA,**
"Fruits and Seed. Spices and Flavoring (Flavouring) crops/fruits and seeds ", Ed. Elsevier Science Ltd, pp5465-5477, 2003.
- [24] **K.P. SVOBODA et R.I. GREENAWAY,**
"Investigation of volatile oil glands of *Satureja Hortensis L.* (Summer savory) and phytochemical comparison of different varieties", The International Journal of Aromatherapy. 13(4), pp196-202, 2003.
- [25] **J.Q Cu,**
"Extraction de compositions odorants végétales par divers solvants organiques", Thèse de doctorat, Institut Nationale Polytechnique, Toulouse, France, 1990.
- [26] **S. MIALL,**
"A new dictionary of chemistry ", Ed. Longmans Green, London, 1940.
- [27] **E. GUENTHER,**
"The essential oils, volume one, history-origin in plants production analysis", Ed E.krieger, Florida, pp87-201, 1972.

- [28] **M. HAMON et G. MAHUZIER**,
"Chimie analytique, Tome II : Méthodes de séparation", Ed. MASSON, Paris, p107,
1999.
- [29] **J. VIDAL**,
"Thermodynamique méthodes appliquées au raffinage et au génie chimique", Société des
éditions Technip & IFP, Paris, pp386, 228, 1973.
- [30] **D.L. PAVIDA. G.M. LAMPMAN et G.S. KRIZ**,
"Introduction to organic laboratory techniques", Ed. W.B. Saunders Co. Philadelphia,
USA. pp567-573, 1976.
- [31] **S. MARTINEZ, A. MARCO**,
"Application de la coalescence sur lit fibreux à la séparation des huiles essentielles en
parfumerie", Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France,
1981.
- [32] **E.F.K. DENNY**,
"Field distillation for herbaceous oils", Ed. Denny Mc Kenzie Associates, Lilydale,
Tasmania , Australia, 1991.
- [33] **M.H. BOELENS, F. VALVERDE, L. SEQUEIROS et R. JIMENEZ**,
"Parfum. Flavor", pp15 – 11, 1990.
- [34] **Y.R.NAVES**,
"Les parfums naturels", Ed. MASSON et Cie, Paris, pp1-43, 1974.
- [35] **R. Hubert**,
"Epices et Aromates", Ed. TEC & DOC, Lavoisier, Paris, 1992.
- [36] **P.F.PAUL et W.S.WISE**,
"The principles of gas extraction", Ed. Mills & boon ltd, London, England, 1971.
- [37] **T. BERNARD, F. PERINAUX, R.BRAVO et A.GASET**,
"Information chimie", N°298, pp179-184, 1988.
- [38] **C. BHUPESH, G. MONOBU et H. TSUTOMU**,
"Extraction of ginger oil with supercritical carbon dioxide: experimental and modeling",
Journal of American Chemical Society, N°35, pp607-612, 1996.
- [39] **LEVISALLES et M. JOZEFOWICZ**,
"Chimie organique, Tome III : Composés organiques complexes", Ed. Flammarion
science, Paris, 1974.
- [40] **A. RIOU et J.P. DEPAUW**,
"Différents types de chaudières industrielles", Techniques de l'ingénieur, B1480, pp2-
24, 1990.

- [41] **J. PARISOT**,
"Chaudières: Principes de conception et de calcul", Techniques de l'ingénieur, B1460, pp2-10, 1993.
- [42] **A. BONTEMPS, A. GARRIGUE, C. GOUBIER, J. HUETZ et C. MARVILLET**,
"Echangeurs de chaleur : Description des échangeur", Techniques de l'ingénieur, B2341, pp2-15, 1995.
- [43] **E. KOLLER**,
"Aide-mémoire de l'ingénieur", Ed. DUNOD, Paris, pp58-59, 2001.
- [44] **P. MAFART et E. BELIARD**,
"Génie industriel alimentaire, Tome II : Techniques séparatives ", Ed. Techniques et documentation - LAVOISIER, Paris, pp77-82, 1992.
- [45] **E. GUEORGUIEV**,
"Technologie de produits aromatiques naturels et synthétiques", Ed. ZEMZDAT, Plovdiv, Bulgarie, pp 81-83, 1995.
- [46] **ZEMANSKY**,
"Heat and thermodynamics", 4^{ème} édition, Ed. McGraw & Hill, New-York, 1957.
- [47] **O. BENSELMA et N. LAZLI**,
"Extraction et étude analytique de l'huile essentielle de la sauge (*Salvia officinalis* L) ",
Projet de fin d'étude en cours, ENP, Alger, 2007.
- [48] **P. TRAMBOUZE**,
"Réacteurs chimiques", Techniques de l'ingénieur, J4020, p25, 1993.
- [49] **H. PERRY et H. CHILTON**,
"Chemical Engineers' Handbook ", Ed. McGRAW-HILL, 5^{ème} édition, New-York, pp39, 126, 206, 1973.
- [50] **LANGE'S Hand book of chemistry**, Ed. McGRAW-HILL, pp1680, 1528,1572,
6^{ème} édition, New -York, 1967.
- [51] **H. PERRY et H. CHILTON**,
"Chemical Engineers' Handbook", Ed. McGRAW-HILL, 6^{ème} édition, New-York, pp46, 47, 1984.

ANNEXE

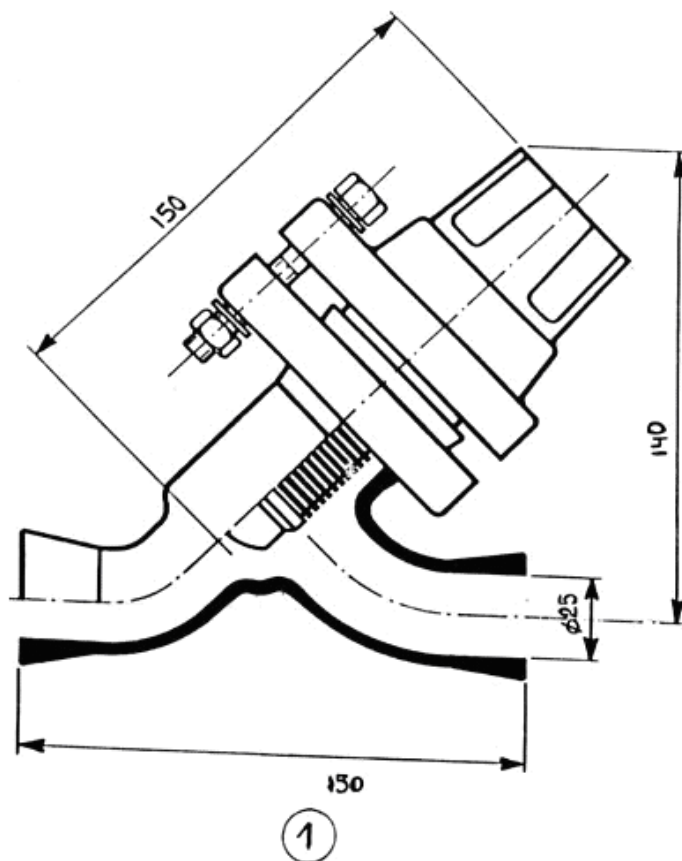


Figure 1 : Robinet de passage direct

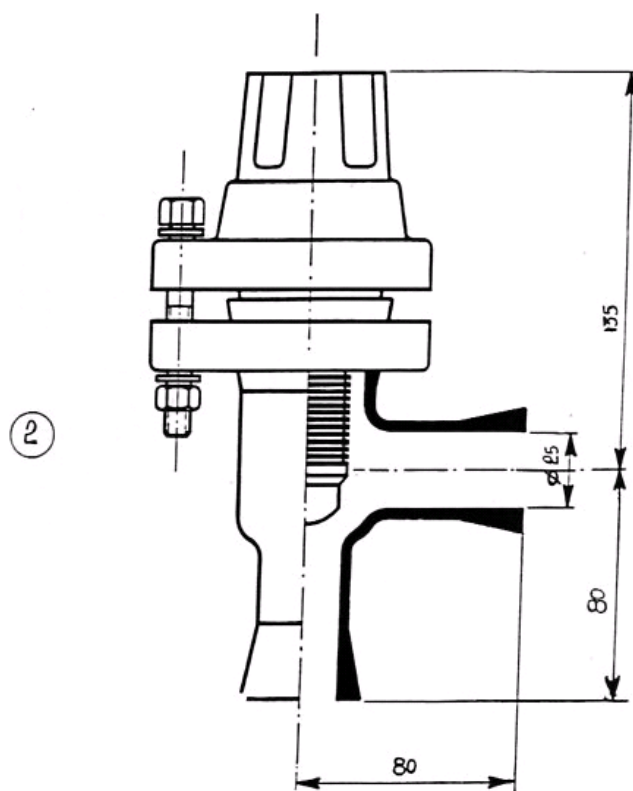
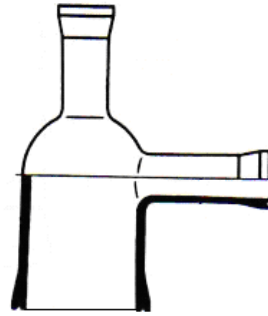


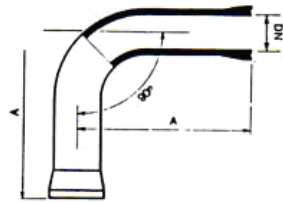
Figure 2 : Robinet de passage d'équerre



(4) RÉDUCTION

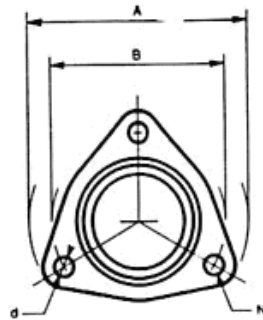


CLOCHE A TUBULURE

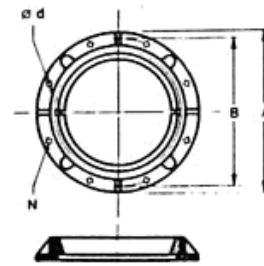


DN	15	25	50
A	62,5	75	125

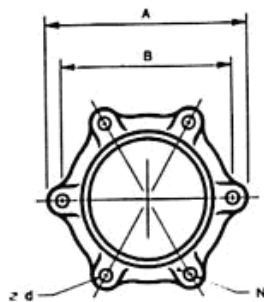
(5) COUDES A 90°



DN 15 - 25 - 40 - 50



DN 100 - 225



DN 80

DN	15	25	40	50	80	100	225
A	64	92	105	116	155	210	334
B	50	70	86	98	133,4	180	310
N	3	3	3	3	6	6	8
Ø d	6	8	8	8	8	8	8

Figure 3: Brides standard « epoxy »