

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية
الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE de L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



DEPARTEMENT GENIE CHIMIQUE

مدرسة وطنية المتعددة التخصصات
Ecole Nationale Polytechnique

Projet de fin d'études

En vue d'obtention du diplôme d'ingénieur d'état

Sujet :

Extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.
par différents procédés.

Proposé et dirigé par :
M^{me} S. Charchari
M E.H Benyoussef

Etudié par :
Melle I. Chafaa

Promotion juin 2006

Dédicace

A la mémoire de mon père.

A ma mère pour ces sacrifices à mon égard.

A mon frère unique Abdelmoumène pour ces encouragements.

A mon oncle Slimane.

A mes oncles : Mohamed, Mahmoud et Abd el aziz, et leurs familles.

A toutes mes tantes.

A mes cousins.

A la famille Bouziane.

A mes amies : Souad, Kaïssa et Faïza.

A tout ceux qui me sont chers ;

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

✧ Ibtissem ✧

Remerciements

Je tiens à exprimer ma sincère reconnaissance, ainsi que mon respect, à M^{me} S. Charchari et M^r E.H Benyoussef pour m'avoir confié ce sujet ; mais aussi pour l'aide précieuse, l'intérêt et le suivi régulier, sans lesquels ce travail n'aurait pu aboutir.

Je voudrais également exprimer ma reconnaissance ainsi que mon respect à Monsieur C.E Chitour, Professeur à l'ENP, pour m'avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury.

Tous mes remerciements s'adressent également à M^{me} Derriche, Maître de conférence à l'ENP, pour avoir accepté de faire partie de ce jury.

Je tiens à remercier ma mère pour ces sacrifices, la compréhension et de soutien qu'elle m'apporte depuis toujours.

Je remercie ainsi mon frère Abdel Moumen pour son soutien et ses encouragements.

Enfin ne pouvant citer toutes celles et ceux qui m'ont été d'un apport petit ou grand, à l'occasion de ce travail, je leur adresse ici, mes remerciements les plus sincères.

Résumé:

Ce travail a porté sur l'extraction de l'huile essentielle de la sauge par trois procédés : l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodistillation et l'hydrodiffusion. L'étude de l'influence de la variation de la masse de la matière végétale traitée sur le rendement en huile essentielle de la sauge par entraînement à la vapeur d'eau a permis l'optimisation du fonctionnement du système.

L'analyse de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau, par CG-SM a permis d'identifier les constituants majoritaires

Mots clé : Extraction, huile essentielle, sauge, *Salvia officinalis* L., entraînement à la vapeur d'eau, hydrodistillation, hydrodiffusion, rendement en huile essentielle, optimisation, analyse.

Abstract:

This work consists of sage essential oil extraction by the different processes: water distillation, steam distillation. And the study how the mass of vegetable water influence on oil yield has permitted the system fonctionnement optimisation.

The analysis of the essential oil permitted to identify the principal compounds of sage essential oil.

Key word: sage, essential oil extraction, water distillation, steam distillation, fonctionnement optimisation, analysis.

ملخص:

يستهدف هذا العمل استخلاص الزيوت الأساسية لنبته المريمية ، التي تستعمل لعلاج عدة أمراض منها تنقية الدم و كذلك في مرحلة النقاهاة، كمادات للقروح الجلدية، للغم و الكآبة؛ باستعمال ثلاث طرق مختلفة. ثم قمنا بدراسة تأثير تغيير كتلة النبتة المعالجة بواسطة بخار الماء على المردود مما سمح لنا باستحسان عملية الاستخراج .

تحليل الزيت الأساسي المستخرج بواسطة بخار الماء مكننا من التعرف على المكونات الأساسية لهذه الزيت.

الكلمات الافتتاحية: المريمية ، إستخلاص، الزيوت الأساسية، تحليل، السحب ببخار الماء ، إستحسان.

Liste des abréviations

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

t : Temps d'extraction.

tR : Temps de rétention.

AFNOR : Association Française de Normalisation.

D : Débit de vapeur d'eau.

D_{sp} : Débit spécifique.

H : Taux d'humidité.

M_h : Masse de la matière végétale humide.

M_s : Masse de la matière végétale sèche.

Rh : Rendement par rapport à la matière végétale humide.

Rs : Rendement par rapport à la matière végétale sèche.

V : Volume du distillat.

Sommaire

I- La matière végétale	2
I-1 Description	2
I-2 Historique	3
I-3 Culture et récolte	3
II- Les huiles essentielles	5
II-1 Définitions	5
II-2 Localisation des huiles essentielles	5
II-3 Modes d'obtention des huiles essentielles	6
II-4 Composition des huiles essentielles	8
II-4-1 Les terpènes et terpénoïdes	8
II-4-1-1 Classifications	8
II-4-1-2 Les constituants terpéniques des huiles essentielles	9
II-4-1-2-a Les monoterpènes	9
II-4-1-2-b Les sesquiterpènes	10
II-4-2 Composés aromatiques	10
II-4-3 Composés d'origines variées	10
II-5 Variation de la composition des huiles essentielles	11
II-5-1 Facteurs extrinsèques	11
II-5-1-1 Origine géographique	11
II-5-1-2 Facteurs écologiques	11
II-5-1-2-a Facteurs climatiques	11
II-5-1-2-b Facteurs pédologiques	12
II-5-2 Facteurs intrinsèques	12
II-5-2-1 Origine botanique	12
II-5-2-2 Les chimiotypes	12
II-5-2-3 Organe du végétal producteurs	12
II-5-2-4 Cycle biologique	13
II-5-2-5 Conservation du matériel végétal	13
II-5-3 Facteurs technologiques	13
II-6 Composition de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L.	14
III- Extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau	16

III-1 Principe	16
III-2 Théorie	16
III-3 Définitions	18
III-3-1 Le rendement en huile essentielle	18
III-3-2 La durée d'extraction	18
III-3-3 Les courbes de distillation	18
III-3-3-1 Les courbes de distillation totales	19
III-3-3-2 Les histogrammes	19
III-3-4 La température du distillat	19
III-4 Avantages et inconvénients du procédé	19
IV- Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation	21
IV-1 Principe	21
IV-2 Théorie	21
V- Extraction des huiles essentielles par hydrodiffusion	22
V-1 Principe	22
V-2 Théorie	22
VI- Les appareils de laboratoire utilisés pour l'extraction des huiles essentielles	23
VII- Partie expérimentale	25
VII-1 La matière végétale utilisée	25
VII-2 La vapeur d'eau	25
VII-3 Extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par différents procédés à l'échelle laboratoire	26
VII-3-1 Extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodistillation	26
VII-3-1-1 Appareillage	26
VII-3-1-2 Protocole expérimental	28
VII-3-1-3 Débit du distillat	28
VII-3-1-4 Evaluation du rendement en huile essentielle en fonction du temps lors de l'hydrodistillation	29
VII-3-2 Extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodiffusion	32
VII-3-2-1 Appareillage	32
VII-3-2-2 Protocole expérimental	34
VII-3-2-3 Débit du distillat	34
VII-3-2-4 Cinétique d'extraction	37
VII-3-3 Extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par entraînement à la	

vapeur d'eau.....	38
VII-3-3-1 Appareillage	38
VII-3-3-2 Protocole expérimental	40
VII-3-3-3 Détermination du débit du distillat	40
VII-3-3-4 Cinétique d'extraction	42
VII-3-3-5 Etude de l'influence de la quantité de matière végétale traitée lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau	44
VII-3-3-5-1 Protocole expérimental	44
VII-3-4 Comparaison entre les rendements en huile essentielle extraite par les trois procédés	47
VIII- Partie analytique	48
Analyse de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par CPG-SM.....	48
VIII-1 La spectrométrie de masse	48
VIII-2 Principe du couplage CPG-SM	48
VIII-3 Conditions analytiques	49
VIII-4 Résultats et discussions	49

Liste des figures

Figure1 : <i>Salvia officinalis</i> L. [1]	2
Figure 2 : Les appareils d'extraction des huiles essentielles à l'échelle laboratoire.....	23
Figure 3 : Dispositif expérimental utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de la sauge par hydrodistillation.....	27
Figure 4 : Variation du débit de vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodistillation, en fonction du temps.....	29
Figure 5 : Evolution du rendement en huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodistillation pendant 2H, au cours du temps.....	30
Figure 6 : Evolution du rendement en huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. obtenue par hydrodistillation au cours du temps.....	31
Figure 7 : Dispositif expérimental utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodiffusion.....	33
Figure 8 : Variations du débit de la vapeur d'eau en fonction de temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodiffusion.....	36
Figure 9 : Evolution du rendement en huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodiffusion, en fonction du temps.....	38
Figure 10 : Dispositif expérimental utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par entraînement à la vapeur d'eau.....	39
Figure 11 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, en fonction du temps.....	42

- Figure 12 :** Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur d'eau.....43
- Figure 13 :** Variation du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. en fonction de la masse de la matière végétale traitée.....45
- Figure14 :** Variation du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. extraite par entraînement à la vapeur d'eau, en fonction du débit spécifique.....46
- Figure 15 :** Chromatogramme obtenu par couplage CG-SM pour l'analyse de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. extraite par entraînement à la vapeur d'eau.50

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique des huiles essentielles de <i>Salvia officinalis</i> L. provenant d'Albanie, de Dalmatie et d'Espagne.....	14
Tableau 2 : Variation du débit de vapeur produite en fonction du temps.....	26
Tableau 3 : Les variations du débit de vapeur d'eau en fonction du temps lors de l'extraction de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. par hydrodistillation.	28
Tableau 4 : Evolution du rendement lors de l'extraction de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation.....	31
Tableau 5 : Variation du débit de vapeur traversant l'extracteur vide dans le dispositif d'hydrodiffusion.....	35
Tableau 6 : Variations du débit de la vapeur d'eau en fonction de temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de <i>salvia officinalis</i> L. par hydrodiffusion.....	36
Tableau 7 : Evolution du rendement en huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. obtenue par hydrodiffusion, au cours du temps.....	37
Tableau 8 : Débit de vapeur dans le dispositif expérimental d'entraînement à la vapeur d'eau (extracteur vide).....	40
Tableau 9 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, en fonction du temps.....	41
Tableau 10 : Evolution du rendement en huile essentielle de <i>salvia officinalis</i> L. par entraînement à la vapeur d'eau, au cours du temps.....	43
Tableau 11 : Variation du rendement en huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. en fonction de la masse de la matière végétale traitée.....	44

Tableau 12 : Rendements en huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. extraite par les trois procédés.....	47
Tableau 13 : Constituants majoritaires de l'huile essentielle de <i>Salvia officinalis</i> L. analysée par CPG-SM, extraite par entraînement à la vapeur d'eau.	51

Introduction

Utilisés depuis l'antiquité pour leurs vertus médicinales et pour leur parfum, les huiles essentielles trouvent, de nos jours des applications diverses dans les industries pharmaceutique, agroalimentaire, des cosmétiques et des parfums.

Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés à l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

Les essais d'extraction ont été réalisés à l'échelle de laboratoire, dans un appareillage, conçu et réalisé au Département Génie Chimique de l'E.N.P. Cet appareillage a permis de mettre en œuvre les trois procédés d'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L., en l'occurrence, l'hydrodistillation, entraînement à la vapeur d'eau et l'hydrodiffusion.

Une série d'essais réalisés a concerné la production de la vapeur d'eau par le ballon chaudière, et nous a conduit à fixer la puissance de chauffe de manière à assurer une production convenable de vapeur, et d'éviter l'engorgement dans l'extracteur.

Au cours de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par les trois procédés, nous avons suivi l'évolution en fonction du temps, du débit de vapeur et celle du rendement en huile essentielle. Des essais répétitifs nous ont permis, en outre, d'évaluer la productibilité des résultats.

Par ailleurs, nous avons étudié l'influence de la masse de la matière végétale traitée par entraînement à la vapeur d'eau, sur le rendement en huile essentielle, et déterminé le débit spécifique permettant d'atteindre le rendement maximal.

Enfin, nous avons analysé par CG-SM l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau en vue d'identifier ses principaux constituants.

I- La matière végétale

I-1 Description

Les sauges de nom scientifique : *Salvia* sont des plantes de la famille des Lamiacées qui comprend plus de 900 espèces, annuelles, bisannuelles, vivaces ou arbustives. Une dizaine d'entre elles sont indigènes en Europe, la saugue des prés par exemple [1].

Salvia officinalis L, objet de cette étude est un sous-arbrisseau à racine ligneuse, brunâtre, fibreuse. La tige, de 20 à 30 centimètres, est très rameuse. Les feuilles, opposées, pétiolées, ovales, rugueuses, blanchâtres, persistent l'hiver grâce au revêtement de poils laineux qui les protège. Les fleurs, bleu rose lilas, visibles de mai à août, sont grandes, groupées à la base des feuilles supérieures l'ensemble forme de grands épis [2].

La figure 1 représente l'espèce végétale utilisée pour l'extraction des huiles essentielles.



Figure1 : *Salvia officinalis* L. [1]

Son nom est déjà une sorte de diplôme d'efficacité puisque *salvia* vient du latin *salvare* qui signifie «sauver», «guérir»; mais elle a aussi à son actif le plus beau palmarès de citations à l'ordre de la santé qu'on puisse imaginer. [2].

I-2 Historique

Pendant tout le Moyen Age, elle entre obligatoirement dans la composition des préparations aux noms évocateurs qui tiennent la vedette en pharmacopée : eau d'arquebuse, eau céleste; eau impériale, etc. et un axiome proclame : «Pourquoi mourrait-on lorsqu'on cultive la Sauge, si ce n'est qu'aucune plante des jardins n'est assez forte contre la mort » [2].

Plus tard encore, les traités médicaux lui accordent une place considérable. On y lit des phrases comme celles-ci : «Le désir de la Sauge est de rendre l'homme immortel», «Elle a tant de vertus qu'elle passe dans l'esprit de plusieurs pour une plante universelle et propre à tous maux» ; et certains d'entre eux publient cette recette de la dernière chance : «Lorsqu'un bébé, abandonné du médecin, est perdu et que personne ne comprend la maladie qui va l'emporter, préparer une décoction de Sauge et la lui faire prendre par petites cuillerées toutes les 5 minutes ; on assistera à la résurrection de l'enfant.». Enfin, plus près de nous, l'abbé Kneipp fait cette recommandation : «Aucun propriétaire de jardins n'oubliera, en le cultivant, d'y planter un pied de Sauge...» [2].

I-3 Culture et récolte

Commune en Europe, plus spécialement dans les régions méridionales, la Sauge aime les terres chaudes, légères, rocailleuses. Malgré ses poils laineux, elle craint les gelées. Sa multiplication s'effectue par semis au début du printemps et repiquage deux mois plus tard, puis replantation définitive à l'automne. On peut également en faire des boutures ou diviser les touffes. La récolte des feuilles se fait au printemps et à l'automne, plusieurs coupes peuvent être réalisées [2].

Parmi les différentes espèces de la sauge on peut citer:

Salvia aegyptiaca L., *Salvia aethiopsis* L., la sauge d'Éthiopie, *Salvia Africana* L. *Salvia albocaerulea* Linden , *Salvia algeriensis* Desf. *Salvia amarissima* Ortega, *Salvia amplexicaulis* Lam. *Salvia apiana* Jeps. *Salvia argentea* L. *Salvia aurea* L. *Salvia austriaca* Jacq. *Salvia axillaris* Moc. & Sessé ex Benth. *Salvia azurea* Lam. *Salvia bertolonii* Vis.

Salvia biflora Ruiz & Pav. Salvia bowleyana Dunn Salvia broussonetii Benth. Salvia buehneri Hedge Salvia bulleyana Diels Salvia campanulata Wall. ex Benth. Salvia canariensis L. Salvia officinalis L.

II- Les huiles essentielles

Au début du 17^e siècle, Paracelse étudia l'extraction de l'âme des végétaux sous forme de quintessence à laquelle le nom d'esprit a été donné. Puis, on lui attribua le nom « d'essence » et finalement « d'huile essentielle » [3].

Le terme « huile » provient du fait que les substances volatiles contenues dans le végétal sont visqueuses et hydrophobes. Elles ont la propriété de se solubiliser dans les huiles et les graisses. La dénomination «essentielle » reflète le caractère principal des plantes à dégager des odeurs agréables.

II-1 Définitions

Les huiles essentielles existent en grandes parties dans le règne végétal. On les appelle couramment : essences, essences végétales, huiles ou essences aromatiques, parfums, huiles volatiles.

D'après Naves [4], aucune des définitions des huiles essentielles n'a le mérite de la clarté, ni celui de la précision. Cet auteur définit les huiles essentielles comme des mélanges de divers produits issus d'une espèce végétale. Ces mélanges passant avec une certaine proportion d'eau lors d'une distillation effectuée dans un courant de vapeur d'eau. Cette définition est restrictive car elle ne tient pas compte des produits obtenus par expression à froid (à la température ordinaire) du péricarpe ou zeste de fruit de citrus.

Quand à la norme AFNOR [5], elle définit les huiles essentielles comme étant «des produits obtenus soit à partir de matières premières naturelles par distillation à l'eau ou à la vapeur d'eau, soit à partir des fruits de citrus par des procédés mécaniques et qui sont séparés de la phase aqueuse par des procédés physiques ».

L'huile essentielle est l'extrait obtenu par distillation. Dans les plantes aromatiques l'essence assure un rôle de réserves énergétiques et de système de défense. Ce sont les plantes sauvages qui poussent dans des conditions arides et sous un fort ensoleillement qui en auront le plus besoin et qui donneront donc les huiles essentielles de meilleure qualité [6].

II-2 Localisation des huiles essentielles

En principe, toutes les parties d'une plante contiennent ces huiles essentielles, mais elles sont souvent majoritairement dans l'une d'elles, elles sont souvent plus concentrées dans les brindilles, les fleurs et les graines. Dans une même plante, ces huiles peuvent exister à la fois dans différents organes.

Les huiles essentielles se retrouvent dans des glandes minuscules situées dans différentes parties de la plante aromatique: dans les feuilles comme pour le basilic, eucalyptus, dans les fleurs comme chez la rose, dans les fruits comme chez le citron, mandarine, dans les graines comme pour la coriandre, dans l'écorce comme pour la cannelle et pour certaines plantes c'est dans les racines.

Elles sont sécrétées au sein du cytoplasme de certaines cellules où elles se rassemblent de petites gouttelettes comme la plupart des substances lipophiles. Ensuite elles sont stockées dans des cavités résultant de la fusion de plusieurs cellules [7].

La synthèse et l'accumulation des huiles essentielles s'accompagnent de structures histologiques spéciales, différenciées et variables suivant les familles botaniques. On peut citer par exemple :

- Les poils sécréteurs externes des Lamiaceae situées sur les épidermes inférieurs des feuilles.
- Les poils sécréteurs internes des Myrtacées inclus dans différents organes du végétal, ou encore dans les rhizomes.
- Les poches sécrétrices des Myrtacées ou de Rutacées.
- Les cellules sécrétrices isolées des Lauraceae.
- Les canaux sécréteurs des Apiaceae et des Conifères.
- Les cellules sécrétrices modifiées en sacs ou en tubes huileux.

Ces réservoirs d'huiles se forment, soit par schizogonie (division et séparation), soit par lysogénie (fragmentation et désintégration).

Les cellules sécrétrices sont souvent localisées sur la surface de la plante ce qu'on appelle localisation exogène ou à proximité de la surface de la plante ou à l'intérieur ce qu'on appelle localisation endogène. En effet, lorsque la température est assez élevée, les essences traversent la paroi cellulaire et la cuticule sous forme de vapeur vers l'extérieur d'où le dégagement des parfums des fleurs [8].

II-3- Modes d'obtention des huiles essentielles

Depuis la nuit des temps les hommes cherchent à capturer les odeurs des plantes, écorces, racines, graines, tiges, fleurs, fruits et feuilles. La méthode la plus ancienne consistait tout simplement à recueillir des plantes fraîches et séchées que l'on faisait brûler pour les offrir aux dieux. L'extraction s'est ensuite améliorée par la mise au point de nouveaux procédés d'extraction [9].

Les techniques modernes sont, en gros, les mêmes qu'il y a 100 ou 200 ans.

L'extraction des Huiles Essentielles est certainement la phase la plus délicate, et la plus importante du processus d'élaboration. Elle a pour but de capter la quintessence de la plante aromatique.

Les huiles essentielles sont extraites de la matière végétale par différents procédés. Le choix de la technique dépend de la localisation histologique de l'essence dans le végétal et de son utilisation dans les diverses industries [10].

Plusieurs procédés sont utilisés pour l'extraction des huiles essentielles soit à l'échelle laboratoire, soit à l'échelle pilote ou semi pilote ; parmi ces procédés on peut citer :

- Entraînement à la vapeur d'eau.
- Hydrodistillation.
- Hydrodiffusion.
- L'expression.

Dans le cadre de ce travail on s'intéresse aux procédés suivants :

- entraînement à la vapeur d'eau.
- hydrodistillation.
- hydrodiffusion.

La mise en œuvre de l'extraction à la vapeur d'eau se fait soit en immergeant la plante dans l'eau bouillante, le procédé est alors appelé hydrodistillation, soit en faisant passer un courant de vapeur d'eau à travers la matière végétale, le procédé est appelé entraînement à la vapeur d'eau ou hydrodiffusion selon le sens de passage de la vapeur d'eau, soit en combinant l'entraînement à la vapeur d'eau avec l'hydrodistillation, on réalise alors la distillation mixte.

L'huile essentielle emprisonnée dans les glandes de la plante diffuse à travers les tissus végétaux vers la surface de celle-ci, puis est entraînée par la vapeur d'eau.

La distillation mixte est un processus couplant l'entraînement à la vapeur d'eau et l'hydrodistillation. Au cours de l'extraction la matière végétale baignant dans l'eau bouillante est traversée par un courant de vapeur d'eau. Les divers phénomènes d'extraction se trouvent combinés. Il semble que ce procédé a pour principal avantage de diminuer les réactions secondaires subies par les huiles essentielles sous l'action de l'eau acide.

II-4 Composition des huiles essentielles

La composition chimique des huiles essentielles est généralement très complexe d'un double point de vue, à la fois par le nombre élevé de constituants présents et surtout par la diversité considérable de leurs structures.

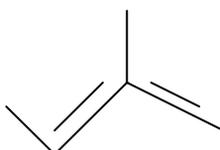
Elles comprennent deux classes de composés caractérisés par des origines biogénétiques bien distinctes. Le groupe des terpénoïdes, d'une part et le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane d'autre part et de leurs dérivés [6].

II-4-1 Les terpènes ou terpénoïdes

Les terpènes constituent une classe de composés d'origine naturelle présent surtout dans le règne végétal. Ce sont des hydrocarbures de structure très diverses : acycliques, monocycliques, bi cycliques... portant parfois différentes fonctions [11].

II-4-1-1 Classification

Les molécules de la famille des terpènes sont considérées comme formées de l'assemblage de deux ou plusieurs unités isopréniques [12], (2-méthyl buta-1,3-diène) unité composée de cinq carbones disposés comme suit :



Il répondent à la formule brute : $(C_5H_8)_n$.

Une classification de ces composés a pu être établie, selon la valeur de n (nombre d'unités isopréniques) [13].

n=1 Les hémiterpéniques en C_5 .

n=2 Les monoterpènes en C_{10} .

n=3 Les sesquiterpènes en C_{15} .

n=4 Les diterpènes en C_{20} .

n=5 Les sesterpènes en C_{25} .

n= 6 Les triterpènes en C_{30} .

n=8 Les tetraterpènes en C_{40} .

n>40 Les polyterpènes.

Les unités isopréniques s'associent entre elles pour conduire à une chaîne hydrocarbonée insaturée qui sera modifiée secondairement par oxydation par réduction ou par élimination de carbone, ce qui explique la multiplicité des isoprénoïdes.

II-4-1-2 Constituants terpéniques des huiles essentielles

Les huiles essentielles contiennent principalement des terpènes. Elles renferment surtout des monoterpènes (C_{10}), quelques sesquiterpènes (C_{15}), et rarement des diterpènes (C_{20}) [6].

II-4-1-2-a- Les monoterpènes

Les monoterpènes présentent des variations fonctionnelles les plus diverses : hydrocarbures, alcools, cétones, etc....

Les hydrocarbures

Les carbures sont presque toujours présent à plus de 90% de l'huile essentielle : exemple de citrus et térébenthine, ils peuvent être :

- * Acycliques (mycène, ocimène,...).
- * Mono cyclique (α et γ terpinène,..).
- * Bi cycliques (α - et β - pinène, 3 carène, camphène, sabinène,...).

Les alcools

Les alcools eux aussi peuvent être :

- * Acycliques : géraniol, linalol, citronellol...
- * Mono cycliques : menthol, α terpinéol...
- * Bi cycliques : bornéol, fenchol,...

Les aldéhydes et les cétones

Les dérivés carbonylés sont le plus souvent acycliques : géraniol, néral, citronellal, tagétone,... Ils peuvent être monocycliques (menthone, carvone, pulégone,...), bi cycliques (camphre, fenchone, thuyone,...).

Les esters

On trouve des esters acycliques : acétates ou propionates de linalyle, acétates de citronellyle, acétates de géranyle,... et monocycliques : acétates de menthyle, ou d' α -terpényle,...

Dérivés phénoliques et éthers

Dans ce cas on peut citer : le thymol, le carvacrol, l'eugénol, le 1,8 cinéole (eucalyptol),...

II-4-1-2-b Les sesquiterpènes

De même que les monoterpènes les sesquiterpènes sont de fonctions très diverses : les carbures, les alcools et les cétones sont les plus fréquents.

II-4-2 Composés aromatiques

Les composés « phénylpropanoïde » sont moins fréquents que les terpénoïdes. Ce sont très souvent des allyles et propénylphénols [11].

On trouve parfois des aldéhydes aromatiques caractéristiques de certaines huiles essentielles de la famille des Apiaceae (anis, fenouil, persil, etc.).

Certaines huiles essentielles contiennent des composés en C₆-C₃ comme le cinnamaldéhyde ou comme l'estragole (essence de basilic).

Dans d'autres essences, les acides benzoïque et cinnamique sont présents. On rencontre également des aldéhydes phénols comme l'aldéhyde protocatéchétique ou l'aldéhyde salicylique de la reine des prés.

Les aldéhydes aromatiques et les phénols sont à l'origine des arômes caractéristiques des condiments tels que les clous de girofle (eugénol) et la cannelle (cinnamaldéhyde).

II-4-3 Composés d'origines variées

A l'intérieur de ce groupe on distingue divers hydrocarbures aliphatiques, généralement de faible masse moléculaire, entraînable à l'entraînement à la vapeur d'eau, de chaîne linéaire ou ramifiée, saturés ou non et portant différentes fonctions [11]. On peut citer entre autres :

- L'heptane est la paraffine dans l'essence de camomille [14].
- Des acides en C₃ à C₁₀.
- Des alcools comme le oct-1ène-3-ol de l'essence de lavande,...

- Des aldéhydes comme l'octanal et le décanal des citrus ou le trans-2-hexanal,...
- Des esters acycliques principalement présents dans les fruits.
- Des lactones comme la déca lactone.
- Des composés azotés ou soufrés comme l'isosulfocyanate.

II-5 Variation de la composition des huiles essentielles

La teneur et la composition d'une huile essentielle varient en fonction d'un grand nombre de paramètres d'origine extrinsèque et intrinsèque et d'ordre technologique. On se contentera d'un bref aperçu sur les facteurs susceptibles d'influer sur la quantité et la qualité d'une essence.

II-5-1 Facteurs extrinsèques

Ce sont des paramètres qui touchent particulièrement les conditions écologiques (climatiques, pédologiques,...).

II-5-1-1 Origine géographique

Les rendements des huiles essentielles ainsi que leur composition diffèrent suivant l'origine géographique de la plante.

Ainsi, les feuilles d'un même espèce de Romarin poussant dans divers pays fournissent une essence dont le rendement d'extraction est de 0.43 à 0.73% pour l'Espagne, 0.38 à 0.80% pour la France, 1.00 à 5.00% pour la Turquie, 1.5 à 2.10% pour la Yougoslavie, etc. [15].

II-5-1 -2 Facteur écologiques

Les caractéristiques écologiques exercent une influence directe sur la qualité et la quantité d'une huile essentielle [16].

II-5-1 -2-a Facteurs climatiques

La durée d'exposition au soleil, les températures nocturnes et diurnes, l'humidité, le régime des vents, la pluviométrie, etc.... sont des paramètres responsables des modifications de la proportion de l'essence et de sa composition chimique.

On observe chez les espèces à structures histologiques superficielles comme les poils sécréteurs des Lamiaceae un effet accentué de ces divers facteurs.

Un exemple qui illustre bien le phénomène de température est celui de la menthe poivrée où la formation du menthol est favorisé par les nuits froides. Les jours longs et les nuits tempérées au contraire conduisent à une quantité plus grande d'huile essentielle riche en menthofuranne [17].

II-5-1 -2-b Facteurs pédologiques

La nature du sol (calcaire, siliceux,..), les aspects cultureux comme la densité de culture, l'apport d'engrais, le nombre de récolte par an et l'alimentation en eau affectant d'une manière déterminante la qualité des huiles essentielles et leur rendement.

II-5-2 Facteurs intrinsèques

Ce sont des variables qui dépendent de la plante elle-même (génétique, localisation, maturité,..).

II-5-2-1 Origine botanique

Le rendement et la composition d'une huile essentielle sont fonction respectivement de la famille et de l'espèce productrice.

II-5-2-2 Les chimiotypes

Les chimiotypes ou les races chimiques existent chez de nombreuses plantes aromatiques et fournissent des essences différentes par leur composition. L'un des exemples le plus démonstratif qu'on peut citer est celui du thym (*thymus vulgaris* L.). Cette espèce a sept chimiotypes différents : thym à thymol, carvacrol, géraniol, linalol, α - terpinéol, mycéol, thyanol [16].

II-5-2-3 Organes du végétal producteurs

Le rendement des huiles essentielles, ainsi que leurs contenus dépendent du nombre de glandes sécrétrices existant et de leur localisation au niveau des différents organes de la plante. La teneur en huile essentielle est plus importante dans les fleurs que dans les feuilles [18].

Les fleurs, les rameaux et l'écorce des hespéridés fournissent trois huiles essentielles différentes en quantité et en qualité [19].

La racine, les feuilles et l'écorce du cannellier de Ceylan produisent des essences diverses. On pourrait citer ainsi de très nombreux exemples.

I-5-2-4 Cycle biologique

La composition en huile essentielle d'une plante donnée varie avec son âge et les différents stades de son développement au fil des saisons.

Par exemple, au début de la période de floraison, la menthe poivrée (*mentha piperita*) comporte une forte proportion de menthone et de néo menthol qui diminue par la suite du fait de leurs conversions en menthol et en un composé non volatil le glucoside de néo menthyle. On observe des variations très significatives chez la coriandre où la teneur en linalol est 50% plus élevée dans le fruit mûr que dans le fruit vert, etc. [6].

II-5-2-5 Conservation du matériel végétal

La période de récolte, le séchage ainsi que le stockage du matériel végétal peuvent entraîner de profondes modifications sur l'essence [16].

A titre d'exemple, on peut citer les mousses de chêne qui après stockage durant au moins quatre mois, développent différents principes actifs. En effet, elles contiennent des molécules sans odeur contenant deux cycles benzéniques diversement substitués et reliés entre eux par le groupement ester appelées despides. Elles se dégradent en produits odorants par hydrolyse, alcoolyse, fermentation bactérienne au cours de temps [20].

II-5-3 Facteurs technologiques

Le mode d'extraction d'une huile essentielle marque de son empreinte le rendement et la composition chimique de celle-ci. En effet, l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur d'eau ne conduisent pas à la même quantité et qualité d'essence.

La durée et la vitesse de la distillation, ainsi que la masse du végétal à traiter ont une grande influence.

Lors de l'hydrodistillation d'une plante aromatique, l'eau, l'acidité et la température peuvent induire des réactions chimiques d'altération (hydrolyse, élimination, cyclisation, réarrangement et autres...) sur les composés terpéniques thermosensibles de l'essence [21]. Ces réactions engendrent la présence d'artefacts dans les huiles essentielles (exemple de l'azulène dans la camomille).

En plus des facteurs suscités, il en existe encore d'autres comme les hybridations, les mutations, les affections causées par les parasites, etc.

Ces multiples et divers paramètres sont liés entre eux et constituent un ensemble qui interfère au niveau du produit obtenu [7].

II-6- Composition de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

La composition de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. a fait l'objet de plusieurs travaux.

A titre d'exemple, nous représentons dans le tableau 1 la composition chimique de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. d'origines géographiques différentes étudié par le couplage de deux techniques d'analyse CPG-SM.

Tableau 1 : Composition chimique des huiles essentielles de *Salvia officinalis* L. provenant d'Albanie, de Dalmatie et d'Espagne [22,23].

Composé	Albanie	Dalmatie	Espagne
α -thuyène	0.1692	0.12	—
α -pinène	3.396	3.98	4.01
Camphène	4.896	3.19	4.34
β -pinène	1.08	0.97	3.90
Sabinène	0.096	0.0097	—
Myrcène	0.5448	0.725	1.26
α -terpinène	0.084	0.14	—
Limonène	1.464	1.255	2.14
Cis- β -ocimène	0.036	0.021	—
γ -terpinène	0.108	0.184	0.55
Trans- β -ocimène	0.018	0.011	—
Terpinolène	0.108	0.12	—
p-cymène	0.80	1.12	0.78
1-8 cinéol	8.20	12.00	9.65
α -thuyone	23.40	37.15	30.15
β -thuyone	3.45	14.20	4.10
Camphre	22.45	12.30	13.8
Linalol	0.51	0.40	—
Acétate de linalyle	Trace	Trace	—

Acétates de bornyle	3.50	0.86	1.73
Beta-caryophyllène (+terpinèn-4-ol)	6.50	2.20	6.71
α -humulène	6.90	3.87	5.04
Bornéol (+ α -terpénol + acétate terpényl)	5.30	1.87	3.25
p-cymène-8-ol	0.13	0.05	—
Oxyde humulène	0.80	0.48	—
C ₁₅ H ₂₆ O	1.46	1.08	—
Miscellaneous	4.60	1.60	—
Esalvène	—	—	0.15
delta-cadinène	—	—	0.39
Viridiflorol	—	—	2.60
Manool	—	—	0.67

On constate la prédominance de α -thuyone (23.14-30.15%), camphre (13.8-22.45%), 1,8-cinéol (8.2-9.65%) dans la composition de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. provenant d'Albanie, d'Espagne. Et la prédominance de α -thuyone (37.15%), β -thuyone (14.2%), camphre (12.3%), 1,8-cinéol (12%) dans la composition de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. provenant de Dalmatie.

De toute évidence *Salvia officinalis* L. provenant d'Espagne et de Dalmatie appartient à un même chimiotype : α -thuyone, camphre, 1,8-cinéol.

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

La distillation à la vapeur d'eau est le plus ancien des procédés d'extraction des huiles essentielles à partir des végétaux. Il est basé sur le fait que la plupart des composés odorants volatils sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau du fait de leurs points d'ébullition relativement bas et leur caractère hydrophobe [24].

III-1 Principe

Le principe de la distillation à la vapeur d'eau appelé aussi entraînement à la vapeur d'eau, consiste à déposer la matière végétale sur une grille perforée placée à une certaine distance du fond de l'alambic, afin qu'elle soit à l'abri de l'eau de condensation.

La vapeur produite par un générateur de vapeur, surchauffée ayant une pression supérieure à la pression atmosphérique est introduite au dessous de la grille. En traversant la matière végétale, elle entraîne l'huile essentielle.

Les eaux condensées accumulées au fond de l'alambic sont périodiquement évacuées afin d'éviter leur contact avec la matière végétale à traiter.

Le mélange des vapeurs d'huile et d'eau est refroidi et condensé. L'huile récupérée par décantation est dite huile primaire [25].

III-2 Théorie

Les phénomènes régissant l'entraînement la vapeur d'eau sont complexes et peu connus à ce jour. Tous les travaux semblent se référer à la théorie de Von Rochenberg [26] reprise par Guenther [27], dans son ouvrage sur les huiles essentielles.

Selon Von Rochenberg et Guenther, le mode de récupération des huiles essentielles à partir des cellules végétales, au cours de l'entraînement à la vapeur d'eau, suit deux processus : l'osmose ou la diffusion libre.

Le terme diffusion désigne un déplacement des différentes substances jusqu'à l'équilibre du système, déplacement qui serait dû au mouvement des molécules à l'intérieur des tissus de la plante, sous l'effet de la chaleur.

Le échange de vapeurs (eau ou huile essentielle) à travers les tissus de la plante dépendent de la perméabilité de ces derniers. Des études microscopiques semblent prouver que les parois cellulaires sont imperméables et emprisonnent les huiles essentielles, aux températures ordinaires. Seule une faible quantité de composés volatils arrive à s'échapper.

Au cours de l'entraînement à la vapeur, les conditions de température et de pression augmentent considérablement le mouvement des molécules dans la plante.

Toujours d'après Von Rochenberg, à la température d'ébullition de l'eau, une partie des composés volatils de l'huile sont solubilisés dans l'eau qui aurait pénétrée dans les tissus de la plante. La solution aqueuse ainsi obtenue diffuse jusqu'à la surface de la plante.

Une étude plus récente [28] faite sur des graines confirme l'existence de deux étapes : osmose dans le cas d'un matériel végétal intact, les parois cellulaires ralentissent la cinétique d'extraction, et diffusion libre dans le cas d'un matériel broyé, le broyage détruisant toute barrière entre l'huile essentielle et la vapeur d'eau.

Les composés de l'essence contenue dans les glandes : terpènes, produits oxygénés, sesquiterpènes,... ont leurs tensions de vapeur propres, à la température du milieu, et leurs solubilités propres dans la vapeur d'eau condensée dans les glandes. La vitesse d'entraînement de ces composés dépendra de l'état du végétal.

Si les cellules sont intactes (matériel végétal non découpé), le mouvement des molécules est ralenti par la présence des parois cellulaires ; aussi les constituants distilleront dans l'ordre de leurs solubilités dans l'eau chaude. Dans ce cas, le phénomène prédominant est l'osmose, la plus grande partie de l'huile n'arrive à la surface qu'après une étape de diffusion à travers les parois cellulaires, étape qui régirait donc la vitesse d'extraction.

Lorsque le matériel végétal est finement découpé, les parois cellulaires sont détruites et l'entraînement de l'huile se fait exclusivement par diffusion libre. Dans ce cas, les constituants de l'huile distillent dans l'ordre de leurs volatilités. Le processus de distillation est accéléré et la durée totale d'extraction peut ainsi être considérablement réduite ; Le recours au découpage est donc conseillé ; il diminue le chemin de l'essence, à travers le tissu de la plante, jusqu'à la surface et évite les phénomènes de diffusion à cinétique lente.

D'autre part, 'après Garner, il semblerait que, pour un matériel végétal intact, les composés polaires soient entraînés plus vite que les composés apolaires. Ainsi, les hydrocarbures monoterpéniques sortiraient après les alcools monoterpéniques. Or, la considération des températures d'ébullition n'explique pas cet ordre de sortie. Seule la théorie de Guenther trouverait une interprétation de ce phénomène. En effet, pour les composés oxygénés plus solubles dans l'eau, la vitesse de diffusion est plus grande. En revanche, la cinétique d'extraction des composés volatils moins solubles dans l'eau est ralentie. Ces résultats prouveraient que les composés de l'huile se solubilisent dans la vapeur d'eau à l'intérieur de la plante [27].

III-3 Définitions

III-3-1 Le rendement en huile essentielle

On définit le rendement en huile essentielle comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle (m_{HE}) obtenue et la masse de matière végétale sèche (M_s) ou humide (M_h), exprimées dans la même unité de masse.

Le rendement en huile essentielle, exprimé en pourcentage, est donné respectivement par les relations suivantes :

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

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

Où :

R_s : Rendement par rapport à la matière végétale séchée.

R_h : Rendement par rapport à la matière végétale humide.

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

M_s : masse de la matière végétale séchée.

M_h : masse de la matière végétale humide.

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

III-3-2 La durée d'extraction

C'est un paramètre important de l'entraînement à la vapeur d'eau. Il fournit des informations sur la localisation de l'huile essentielle à l'intérieur de la plante.

Ainsi les plantes dans lesquelles l'huile essentielle est située dans des glandes exogènes auront un temps d'extraction relativement court, tandis que les plantes dans lesquelles l'huile essentielle est située dans les glandes endogènes auront un temps d'extraction plus long.

III-3-3 Les courbes de distillation

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

III-3-3-1 Les courbes de distillation totales

Ce sont généralement les courbes donnant la variation de la masse de l'huile essentielle (mHE) ou de son rendement (R) en fonction du temps (t). Elles possèdent deux parties essentielles, la première partie concernant la distillation de l'huile essentielle située à la surface de la matière végétale, où la vitesse de d'extraction est élevée et constante, jusqu'à l'épuisement de l'huile essentielle superficielle ; la seconde partie est caractérisée par un pallier où la vitesse de distillation, relativement lente, est régit par des phénomènes de diffusion à travers le tissus endogènes de la plante.

III-3-3-2 Les histogrammes

Ce sont des courbes périodiques, donnant la variation de la quantité d'huile essentielle recueillie pendant des intervalles réguliers de temps. Elles fournissent des informations concernant la cinétique du processus et la composition de l'huile essentielle. Suivant que l'huile essentielle est riche en monoterpènes, dérivés oxygénés ou sesquiterpènes, le maximum de l'histogramme sera situé au début, au milieu ou à la fin de celui-ci [29].

III-3-4 La température du distillat

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

Il faut donc tenir compte et choisir un compromis entre ces deux paramètres, qui sont liés à la nature de l'huile essentielle à extraire [29].

III-4 Avantages et inconvénients du procédé

La distillation par entraînement à la vapeur d'eau est incontestablement la méthode la plus employée pour l'extraction des essences végétales, car elle présente les avantages suivants :

- Elle ne demande qu'une main d'œuvre minime.
- Elle fournit directement une essence très pure.
- Elle donne en général d'excellents rendements.

Cependant on ne peut pas l'appliquer dans tous les cas, car :

- Certaines substances odorantes sont altérées à la température d'ébullition de l'eau.
- Certains constituants des essences qui sont solubles dans l'eau [11], ne se retrouveront pas dans l'essence, ou tout au moins n'y seront que partiellement représentés. Il en résultera que l'essence obtenue par distillation à la vapeur d'eau n'aura pas toujours exactement l'odeur de la matière première.

IV- Extraction des huiles essentielles par hydrodistillation

L'hydrodistillation est le procédé d'extraction des huiles essentielles le plus utilisé pour l'extraction des huiles essentielles soit à l'échelle laboratoire ou à l'échelle industrielle.

IV-1 Principe

Au cours de l'hydrodistillation, la matière végétale est en contact direct avec l'eau, le mélange est porté à l'ébullition. Les huiles essentielles entraînées par la vapeur d'eau sont ensuite condensés et récupérés par décantation.

IV-2 Théorie

La matière végétale est mise dans ce cas, en contact direct avec l'eau bouillante. Ce procédé est particulièrement brutal, puisque la plante est immergée, pendant la durée d'extraction, dans l'eau maintenue à 100°C. Les conditions expérimentales sévères engendrent des réactions de décomposition de certains composés terpéniques (hydrolyse, élimination, cyclisation, réarrangement). Ces réactions dépendent de l'acidité de l'eau dans laquelle la plante est immergée, or, en milieu aqueux le matériel végétal développe un pH entre 4 et 7 [28]. En présence d'eau et à température élevée, les esters réagissent avec l'eau et forment les alcools et acides correspondants. Ainsi donc, le pH des eaux de distillation est un paramètre important à maîtriser [31, 32].

Dans les huiles riches en acétates de linalyle (lavande, bigaradier, sauge scarlée,...), Crabalona et Naves [33] ont observé l'apparition de composés terpéniques tels que le limonène, le mycène, le terpinolène, des alcools et des esters qui ne doivent leur origine qu'à la dégradation de l'acétates de linalyle, au cours de l'hydrodistillation. Plusieurs autres travaux ont prouvé l'altération de certains composés terpéniques, en milieu acide [34, 35].

L'étude de ces deux paramètres, que sont le pH et le temps d'hydrodistillation, ne doit donc pas être menée de façon indépendante, car le rôle néfaste de l'acidité sera d'autant plus important que les composés sont entraînés lentement.

V- Extraction des huiles essentielles par hydrodiffusion

V-1 Principe

L'hydrodiffusion est un procédé d'extraction des huiles essentielles, basé sur le même principe que celui de l'entraînement à la vapeur d'eau. La seule différence est que dans le cas de l'hydrodiffusion la vapeur d'eau descendante entraîne les huiles essentielles ; le mélange vapeur d'eau- huiles essentielles est ensuite condensé dans un réfrigérant et récupéré dans un récipient [26].

V-2Théorie

Les phénomènes régissant le procédé d'hydrodiffusion sont les mêmes que ceux de l'entraînement à la vapeur d'eau.

VI- Les appareils de laboratoire utilisés pour l'extraction des huiles essentielles

Plusieurs appareils sont utilisés à l'échelle laboratoire pour l'extraction des huiles essentielles. La figure 2 présente quelques un [29].

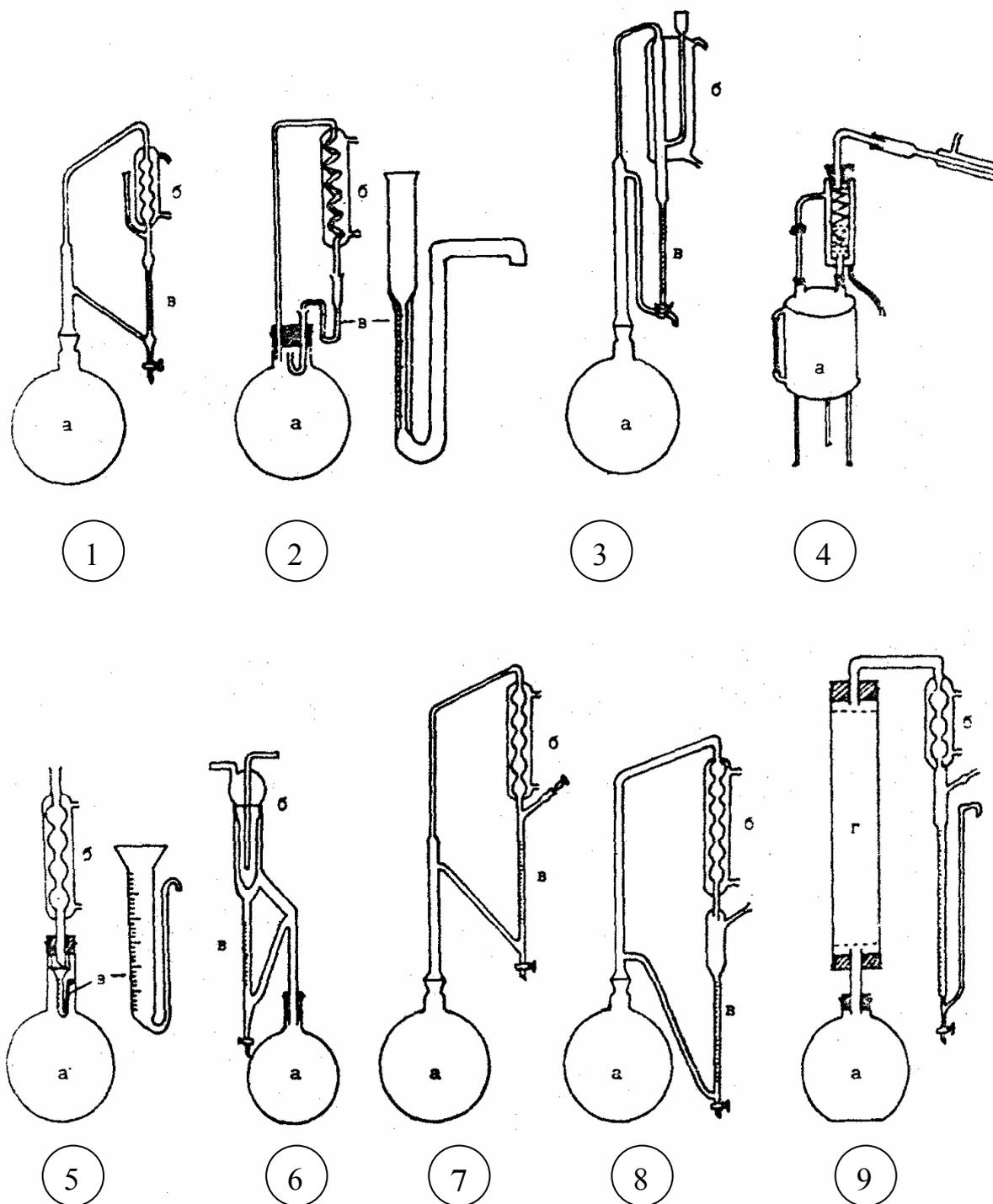


Figure 2 : Les appareils d'extraction des huiles essentielles à l'échelle laboratoire.

- 1- Imrelk.
- 2- Iranov et coll.
- 3- Dering.
- 4- Reich.
- 5- Hinsberg.
- 6- Cleavenger.
- 7- Appareil de pharmacopée britannique.
- 8- Appareil de pharmacopée tchèque.
- 9- Raytchev et Irintchev.

Ces appareils sont utilisés pour déterminer la teneur en huile essentielle dans la matière végétale à l'échelle laboratoire. La plupart sont utilisés pour l'hydrodistillation, à l'exception de 4 et 9 où le procédé utilisé est l'entraînement à la vapeur d'eau.

Les appareils d'hydrodistillation permettent la détermination de la quantité totale de l'huile essentielle (primaire et secondaire) car en même temps que l'hydrodistillation a lieu la cohobation (ré distillation des eaux contenant de l'huile solubilisée : huile secondaire).

Les appareils d'entraînement à la vapeur d'eau (4 et 9) permettent la détermination de la quantité en huile essentielle primaire uniquement. La récupération de l'huile secondaire s'effectue par extraction des eaux de distillation ou par cohobation.

La partie expérimentale

VII-1- La matière végétale utilisée

La matière végétale utilisée provient d'un lot cultivé à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. Elle a été identifiée à l'herbarium de l'Institut Nationale Agronomique comme étant *Salvia officinalis* L.

Les parties de la plante utilisées pour l'extraction des huiles essentielles sont les sommités aériennes non fleuries constituées des tiges et des feuilles. Elle a été cueillie en période de floraison en Mai, dans la matinée, juste avant l'extraction.

Le taux d'humidité H est déterminé par distillation azéotropique au xylène dans un appareil de DEAN et STARK. Dans le cas de la matière végétale utilisée pour l'extraction des huiles essentielles par les trois procédés (hydrodistillation, hydrodiffusion, entraînement à la vapeur d'eau), il a été évalué à 50% ; et pour la matière végétale utilisée pour l'étude de l'influence de la masse de la matière végétale traitée sur le rendement en huile essentielle obtenue par l'entraînement la vapeur d'eau il a été 66%.

VII-2- La vapeur d'eau

La vapeur nécessaire à nos essais d'extraction est produite dans un système constitué d'un ballon de quatre litres et d'un chauffe ballon à puissance variable.

La puissance de chauffe a été fixée à $\frac{3}{4}$ de la puissance maximale en se basant sur les résultats d'une étude antérieure [36].

Pour l'évaluation du débit de vapeurs, nous portons l'eau à ébullition et le débit de vapeur est mesuré après condensation de ces derniers.

Les volumes du distillat récupérés pour des intervalles de temps sont consignés dans le tableau ci-dessous. Ces valeurs nous ont permis de calculer le débit de vapeur produite.

Tableau 2 : Variation du débit de vapeur produite en fonction du temps.

Volume du distillat V (ml)	Temps t (min)	Débit de vapeur d'eau D (ml/min)
10	1.17	8.95
20	2.31	8.33
30	3.40	9.23
40	4.67	7.89
50	5.90	8.11
60	7.21	7.60
80	9.68	8.11
90	10.96	7.80
100	12.2	8.11

Les résultats du tableau 2 montrent une faible variation du débit autour d'une valeur moyenne de 8.2 ml/min ; avec un écart maximal de 12.5%

VII-3- Extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par différents procédés à l'échelle laboratoire

Nous avons réalisé l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par trois procédés :

- * hydrodistillation.
- * hydrodiffusion.
- * entraînement à la vapeur d'eau.

VII-3-1- Extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation

VII-3-1-1 Appareillage

L'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation à l'échelle laboratoire a été réalisée en utilisant le dispositif expérimental schématisé par la figure 3.

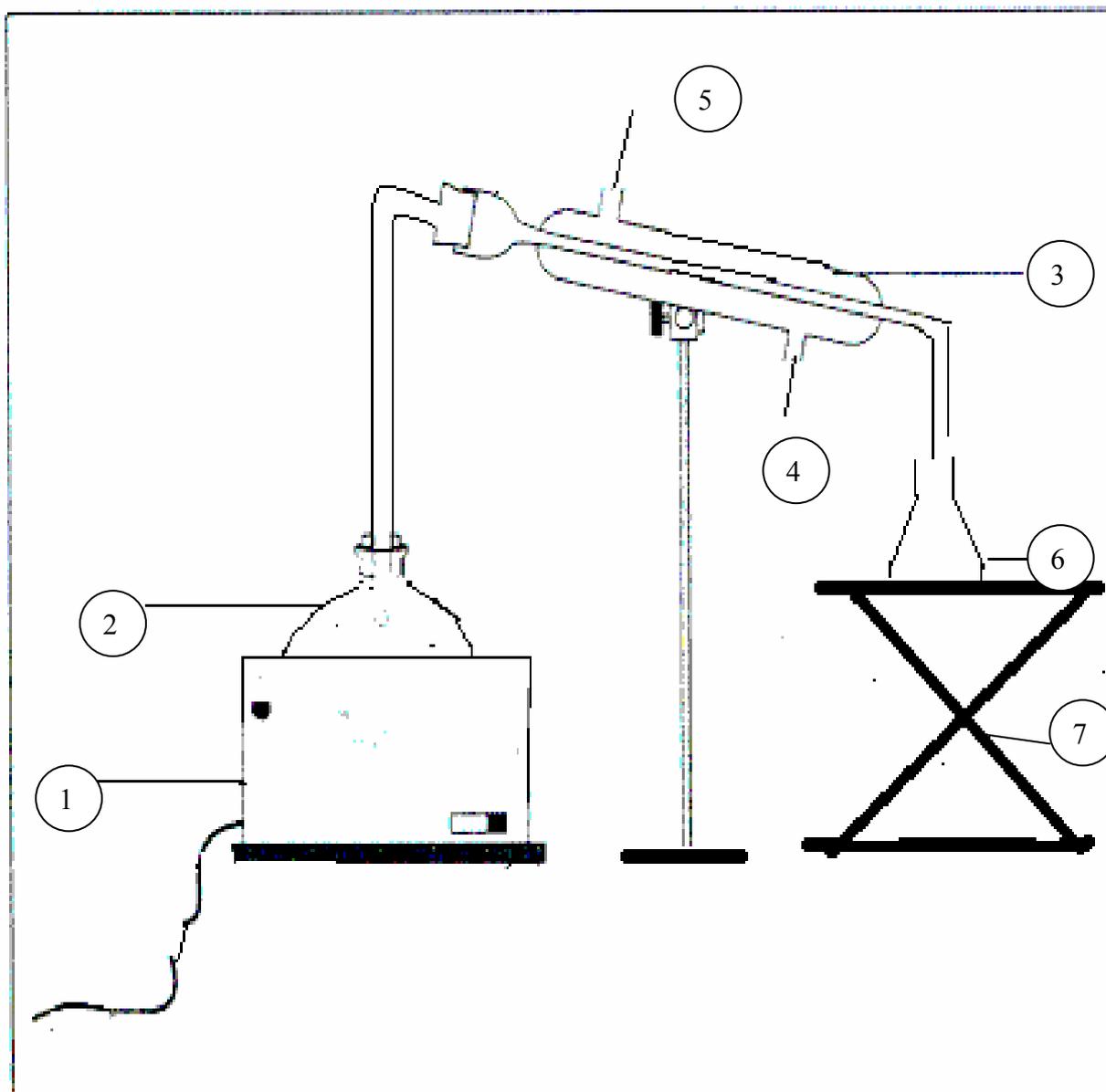


Figure 3: Dispositif expérimental utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de la sauge par hydrodistillation.

1-chauffe ballon.

2- ballon contenant d'eau bouillante et de la matière végétale.

3- réfrigérant

4- entrée de l'eau

5- sortie de l'eau

6- récipient de recette.

7- support élévateur.

VII-3-1-2 Protocole expérimental

L'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation a été réalisée le selon le protocole expérimental suivant :

La matière végétale est introduite dans un ballon de capacité 4 litres rempli d'eau, à 2/3, et surmonté d'un réfrigérant.

L'eau est portée à l'ébullition et les vapeurs d'eau et d'huile sont refroidies, condensées dans le réfrigérant et le distillat est recueilli dans la recette. Il est constitué de deux phases :

- la phase aqueuse, la plus abondante, est constituée d'eau dans laquelle sont dissoute très peu d'espèces odorantes.

- la phase organique (l'huile essentielle) est constituée des espèces odorantes.

L'huile essentielle est récupérée par extraction du distillat à l'éther diéthylique qui est réalisée dans une ampoule à décanter.

VII-3-1-3 Débit du distillat

Les variations du débit de vapeur d'eau en fonction du temps lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinnalis* L. par hydrodistillation pendant 1heures sont données dans le tableau 3.

Tableau 3 : Les variations du débit de vapeur d'eau en fonction du temps lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinnalis* L. par hydrodistillation.

Temps t (min)	Débit du distillat D (ml/min)		Débit du distillat D (ml/min)		Débit du distillat Moyen D(ml/min)
	[1° essai Mh=45.26g]	[2° essai Mh=45.51 g]	[3°essaiMh=44.87 g]		
5	7.30	7.00	7.80		7.36
10	8.00	7.80	8.20		8.00
15	8.00	8.00	—		8.00
20	8.20	8.00	8.10		8.10
30	8.40	7.80	8.63		8.27
45	8.24	8.00	8.57		8.27
60	8.40	8.00	8.66		8.35
90	—	—	8.33		8.33
122	—	—	8.28		8.28
			Moyenne :		8.10 ml/min

La figure 4 représente les variations du débit de vapeur d'eau en fonction du temps lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation pour trois essais répétitifs.

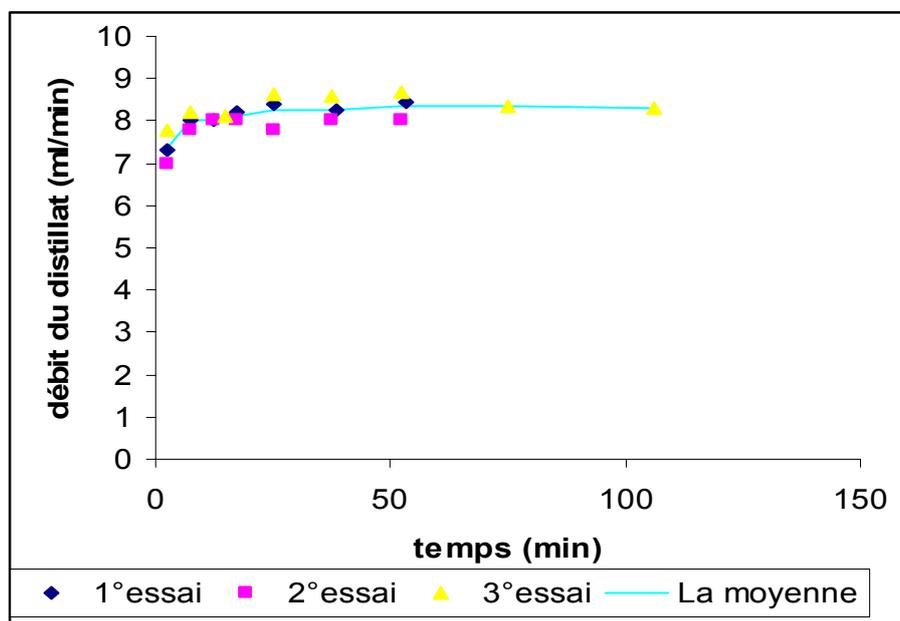


Figure 4 : Variation du débit de vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation, en fonction du temps.

Nous constatons que le débit de la vapeur d'eau reste globalement constant lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation, à l'exception des débits mesurés au début de processus qui sont légèrement inférieurs par rapport à la moyenne. Ceci serait dû au régime thermique transitoire.

Par ailleurs, la valeur moyenne du débit du distillat lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation est du même ordre de grandeur que le débit de vapeur d'eau produite. Ceci nous conduit à dire que la présence de la matière végétale n'a pas d'influence sur le débit de vapeur.

VII-3-1-4 Evaluation du rendement en huile essentielle en fonction du temps lors de l'hydrodistillation

Nous avons extrait l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation en suivant le protocole décrit précédemment.

Dans un premier temps, nous avons fixé la durée d'extraction à 2 heures. L'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'hydrodistillation est représentée sur la figure 5 suivante :

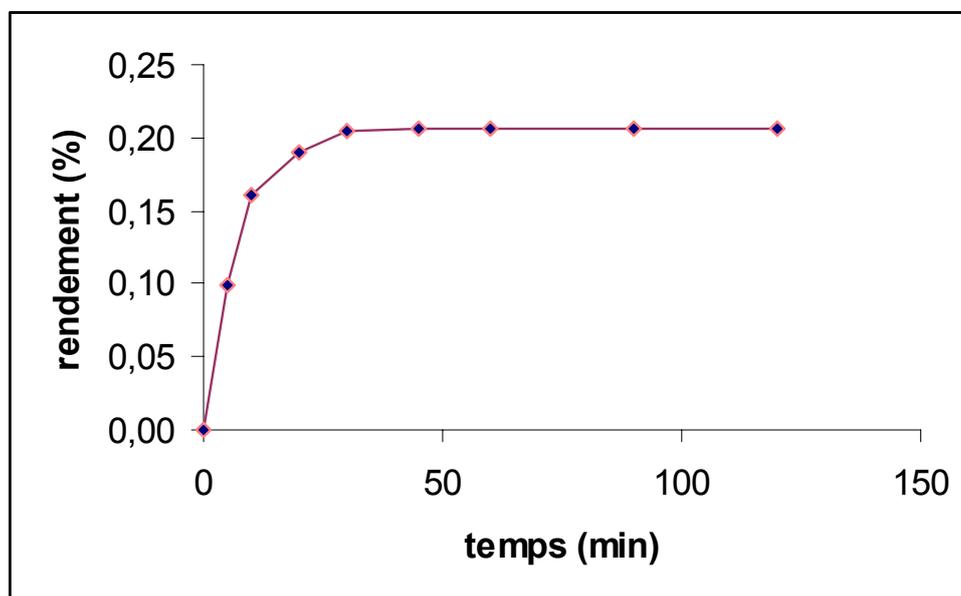


Figure 5 : Evolution du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation pendant 2h, au cours du temps.

Nous constatons une évolution rapide du rendement durant les dix premières minutes d'hydrodistillation, où environ 76% de l'huile essentielle sont récupérés, suivie d'une évolution plus lente, traduit par la partie curviligne du graphe jusqu'à 1 h où un palier est atteint. Ce qui signifie que la totalité de l'huile essentielle est récupéré au terme d'1 heure. Cette évolution nous a conduit à suivre la cinétique d'extraction sur une durée d'1h, avec des intervalles de temps plus courts. L'erreur expérimentale a été déterminée statistiquement sur la base des résultats de 3 essais répétitifs et évaluée comme étant le plus grand écart entre les valeurs expérimentales et leur moyenne.

Le tableau 4 et la figure 6 donnent l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'hydrodistillation pour l'ensemble des essais menées.

Tableau 4 : Evolution du rendement lors de l'extraction de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation.

Temps d'extraction t (min)	Rs [1°essai (M _h =45.26g)]	Rs [2°essai (M _h =45.51g)]	Rs [3°essai (M _h =44.97g)]
0	0.00	0.00	0.00
5	0.06	0.08	0.10
10	0.10	0.15	0.16
15	0.14	0.18	—
20	0.17	0.19	0.19
30	0.19	0.20	0.20
45	0.19	0.20	0.21
60	0.19	0.20	0.21
90	—	—	0.21
120	—	—	0.21

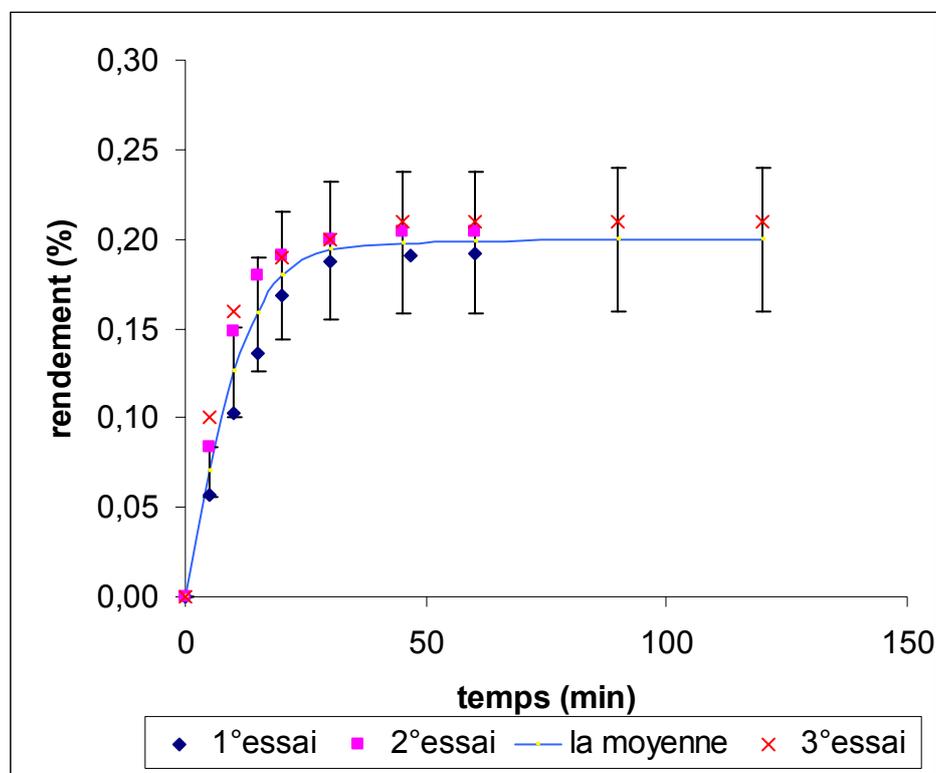


Figure 6: Evolution du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. obtenue par hydrodistillation au cours du temps.

L'examen de ces courbes montre que le rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. obtenue par hydrodistillation est de l'ordre de 0.2%, avec une récupération de 96% de l'huile au terme d'1/2 heure. Cette durée d'épuisement de la matière végétale relativement courte laisse supposer que l'huile essentielle est localisée dans des sites exogènes facilement accessibles à la vapeur, ce qui est en accord avec les études histologiques apportées dans la bibliographie [36].

L'erreur expérimentale maximale est évaluée à 15%.

VII-3-2 Extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodiffusion

VII-3-2-1- Appareillage

L'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodiffusion a été réalisée à l'échelle laboratoire en utilisant le dispositif expérimental, conçu, réalisé et mis en œuvre au sein du département Génie Chimique de l'ENP dans le cadre des activités de recherche de l'équipe de valorisation des espèces végétales [36], et schématisé sur la figure7.

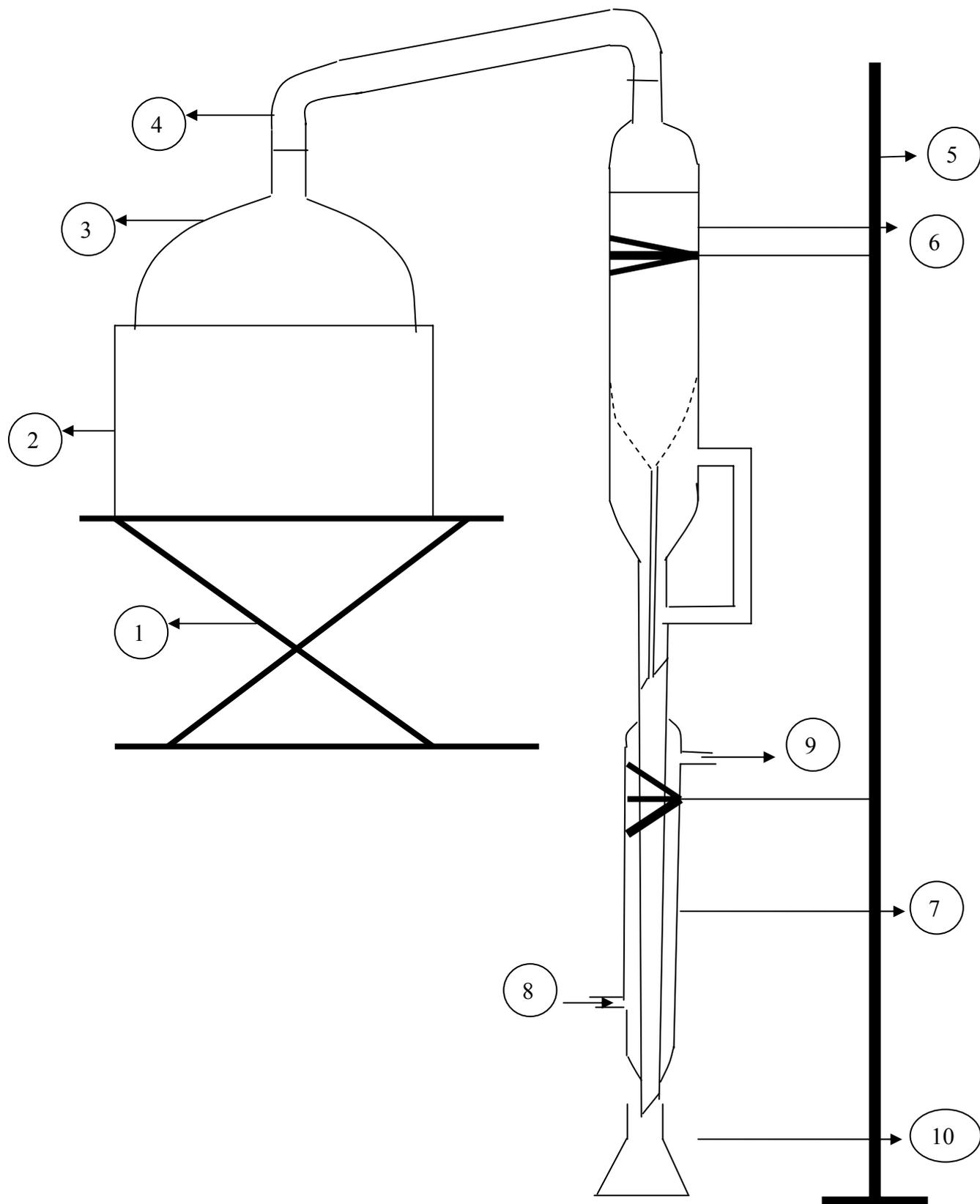


Figure 7 : Dispositif expérimental utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodiffusion.

- 1- support élévateur.
- 2- chauffe ballon.
- 3- ballon.
- 4- coude.
- 5- support.
- 6- extracteur rempli de la matière végétale.
- 7- réfrigérant.
- 8- entrée de l'eau de réfrigération.
- 9- sortie de l'eau de réfrigération.
- 10- récipient de récupération.

VII-3-2-2- Protocole expérimental

La matière végétale est déposée dans l'extracteur, surmonté d'un coude la reliant à un ballon de capacité 4 litres rempli à 2/3 de l'eau servant à produire de la vapeur d'eau. L'huile essentielle est entraînée par la vapeur d'eau descendante à travers l'extracteur. Ces vapeurs se condensent dans un réfrigérant placé en amont de l'extracteur.

Le distillat récupéré à des intervalles de temps différents est formé de deux phases :

- la phase aqueuse, la plus abondante, est constituée d'eau dans laquelle sont dissoute très peu d'espèces odorantes.
- la phase organique (l'huile essentielle) est constituée des espèces odorantes.

L'huile essentielle est récupérée par extraction à l'éther diéthylique qui est réalisée dans l'ampoule à décanter.

VII-3-2-3- Débit du distillat

Dans un premier temps, nous avons fait circuler la vapeur d'eau à travers le système sans matière végétale (extracteur vide). Et nous avons mesuré le débit du distillat, les résultats de ces mesures sont donnés dans le tableau 5 suivant :

Tableau 5 : Variation du débit de vapeur traversant l'extracteur vide dans le dispositif d'hydrodiffusion.

Temps t (min)	Volume du distillat V (ml)	Débit du distillat D (ml/min)
5	38.5	7.7
10	39.0	7.8
15	39.0	7.8
20	40.0	8.0
30	81.0	8.1
46	135.0	8.43
60	119.0	8.5

Le tableau 5 montre que le débit de vapeur est pratiquement constant de l'ordre de 8.1ml/min à 5% près.

$$D = (8.1 \pm 0.4) \text{ ml/min}$$

Par ailleurs, nous remarquons que ce débit de vapeur est comparable au débit de vapeur produite par le ballon chaudière. Ceci permet de conclure que la totalité de vapeur d'eau produite traverse l'extracteur, et que les condensations de la vapeur dans les différentes jonctions reliant le ballon chaudière à l'extracteur sont faibles de l'ordre de 1%.

Dans un second temps, nous avons suivi l'évolution du débit du distillat lors de l'extraction par hydrodiffusion de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L.

Les résultats de ces mesures sont donnés dans le tableau 6 et figure 8 suivants :

Tableau 6 : Variations du débit de la vapeur d'eau en fonction de temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de *salvia officinalis* L. par hydrodiffusion.

t(min)	D (ml/min) [1° essai Mh= 45.04g]	D (ml/min) [2° essai Mh= 45.15g]
5	5.6	5.80
10	8.0	7.60
15	8.4	7.80
20	8.4	8.00
30	8.4	8.25
45	8.4	8.33
60	8.4	8.39

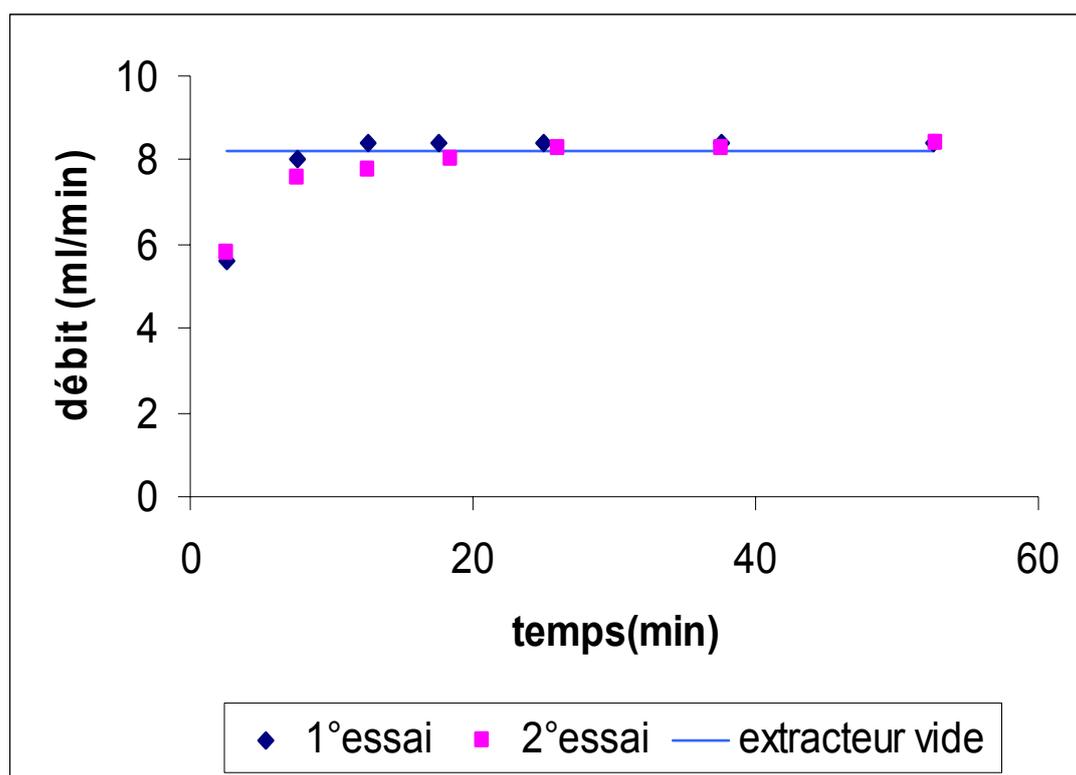


Figure 8 : Variations du débit de la vapeur d'eau en fonction de temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodiffusion.

Nous constatons que le débit de vapeur est constant à l'exception de la première valeur où on est encore en régime thermique transitoire.

VII-3-2-4- Cinétique de l'extraction

Nous avons procédé à l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodiffusion suivant le protocole décrit précédemment.

La durée d'extraction a été fixée à 1 heure.

De la même manière que précédemment nous avons suivi l'évolution du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. au cours de temps lors de l'hydrodiffusion.

L'ensemble de nos expériences nous a conduit aux résultats donnés dans le tableau 7.

Tableau 7 : Evolution du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. obtenue par hydrodiffusion, au cours du temps.

Temps t(min)	Rendement en huile essentielle Rs [1°essai (M _h =45.04g)]	Rendement en huile essentielle Rs [2°essai (M _h =45.15g)]
0	0.00	0.00
5	0.19	0.16
10	0.23	0.20
15	0.24	0.10
20	0.25	0.23
30	0.25	0.23
45	0.26	0.23
60	0.26	0.24

La représentation graphique des résultats conduit aux courbes de la figure 9.

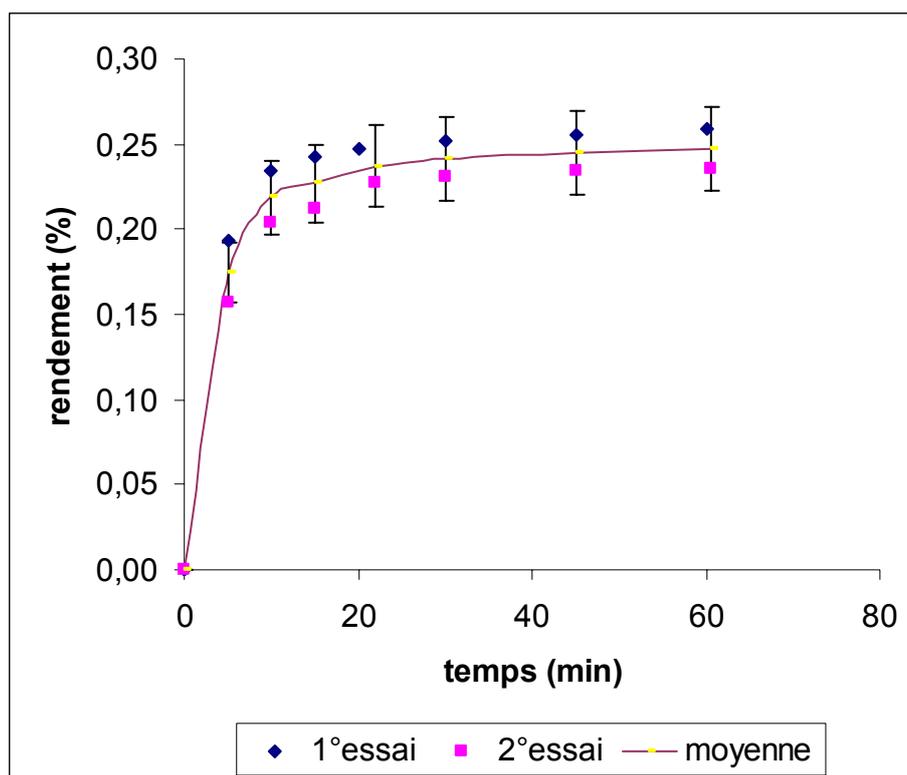


Figure 9 : Evolution du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par hydrodiffusion, en fonction du temps.

L'examen des courbes montre que le rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. obtenue par hydrodiffusion est de l'ordre de 0.26%, avec une récupération de 96 % en terme d'une demi heure.

En outre, les résultats des deux essais sont reproductibles, l'erreur expérimentale maximale étant de 5%. Notons que l'hydrodiffusion a donné un rendement en huile essentielle supérieur de 25% par rapport à celui obtenu par hydrodistillation. Malgré cette différence de rendement les allures des courbes cinétiques sont semblables.

VII-3-3 Extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur d'eau

VII-3-3-1 Appareillage

Nous avons procédé à l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, à l'aide de l'appareillage schématisé sur la figure 10.

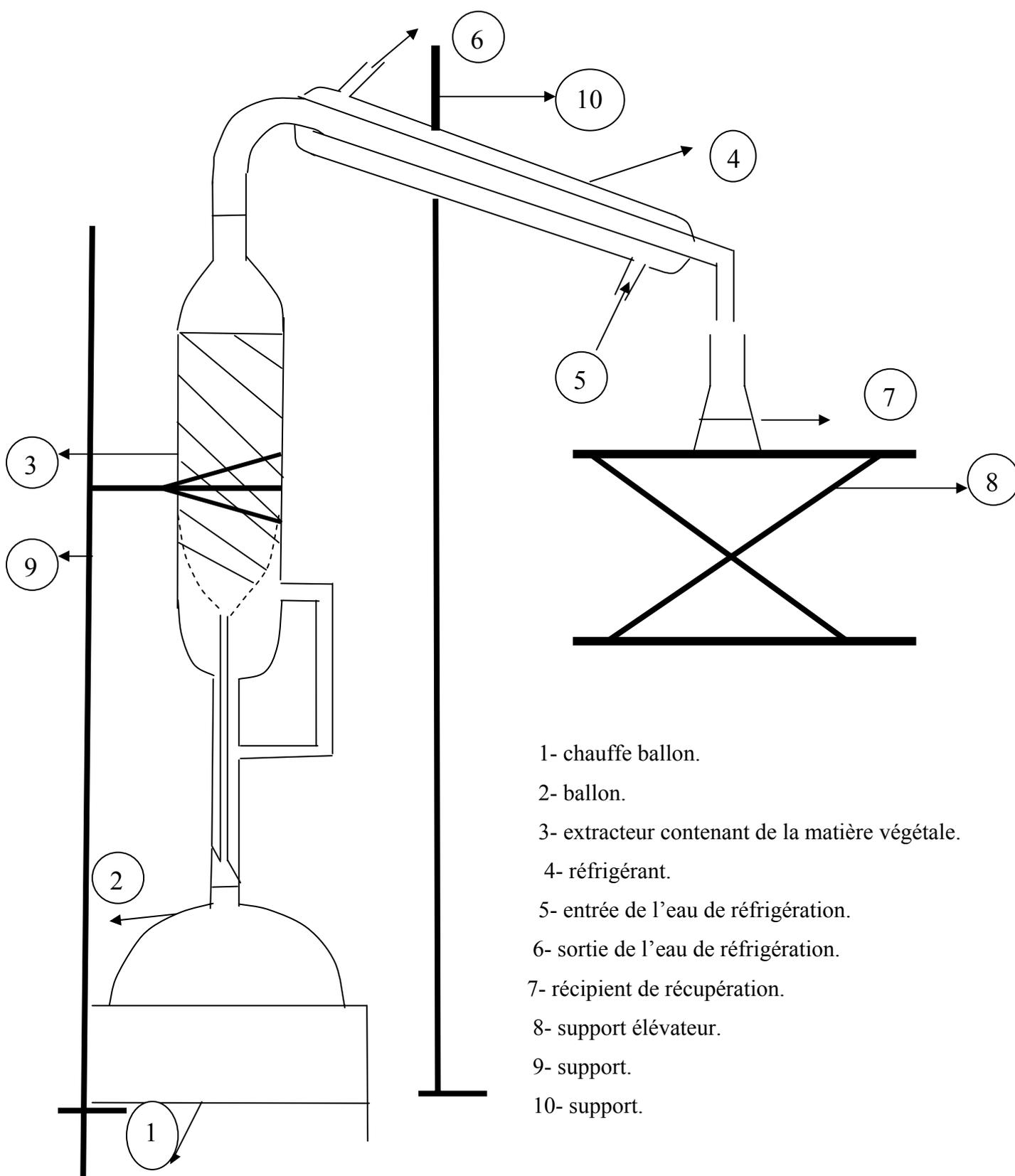


Figure 10 : Dispositif expérimental utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur d'eau.

VII-3-3-2 Protocole expérimental

Le montage comprend un ballon d'une capacité de 4 litres rempli à 2/3 d'eau, et surmonté de l'extracteur contenant de la matière végétale. La vapeur se dégageant du ballon traverse ainsi la matière végétale et entraîne l'huile essentielle. Les vapeurs d'eau et d'huile se condensent à la sortie d'extracteur dans un réfrigérant. Le distillat est récupéré dans des récipients de recette à des intervalles de temps différents pendant la durée d'extraction qui était d'1h.

L'étape suivante consiste à séparer l'huile essentielle de l'eau. Pour cela une extraction à l'éther diéthylique est réalisée dans l'ampoule à décanter.

VII-3-3-3 détermination du débit de vapeur

Comme précédemment nous avons procédé aux mesures du débit des vapeurs traversant le dispositif expérimental en absence de matière végétale.

Les résultats de ces mesures sont donnés dans le tableau 8 suivant :

Tableau 8 : Débit de vapeur dans le dispositif expérimental d'entraînement à la vapeur d'eau (extracteur vide).

Volume du distillat V (ml)	Temps t (min)	D (ml/min)
5	0.65	7.69
10	1.43	6.38
20	2.95	6.60
30	4.50	6.45
40	6.08	6.31
50	7.71	6.12
60	9.25	6.52
80	12.41	6.31
100	16.10	6.00

Nous constatons de faibles variations du débit de vapeur d'eau au tour d'une valeur moyenne de 6.5 ml/min avec un écart maximal de 18%.

Lors de ce procédé, contrairement aux précédents, il apparaît que la quantité de vapeur traversant l'extracteur est inférieure de 20% à la quantité de vapeur produite. Ce résultat nous

laisse supposer que cette diminution de quantité de vapeur serait du uniquement, dans les conditions de nos expériences (température ambiante de $20 \pm 1^\circ\text{C}$), à la géométrie de la plaque perforée de l'extracteur qui joue le rôle de support de matière végétale et du distributeur de vapeur.

Par ailleurs, nous avons mesuré le débit de vapeur au cours de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur d'eau.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 9 et la figure 11 suivants :

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

Temps t(min)	Débit du distillat	Débit du distillat	Débit moyen
	D [1°essai (ml/min) $M_h=45.5\text{g}$]	D [2°essai (ml/min) $M_h=44.94\text{g}$]	D (ml/min)
5	5.2	5.4	5.30
10	5.5	5.5	5.50
15	5.6	5.4	5.50
20	5.6	5.5	5.55
30	5.7	5.2	5.45
45	5.5	5.3	5.40
60	5.9	5.5	5.70

Le débit de vapeur moyen passant à travers l'extracteur est 5.5 ml/min.

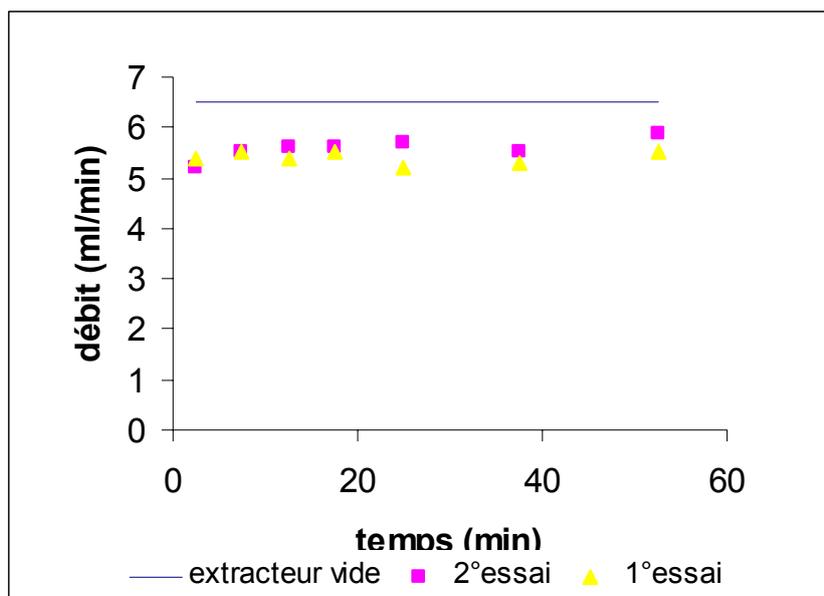


Figure 11 : Variations du débit de la vapeur d'eau lors de l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau, en fonction du temps.

Nous constatons que le débit de vapeur traversant l'extracteur lors de l'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. est constant de l'ordre de 5.5ml/min avec un écart maximal de 3.63%.

En outre, nous observons une diminution de 15.4% entre l'extracteur plein et chargé de matière végétale. Cette différence serait due à notre avis à la condensation de la vapeur sur le lit de matière végétale.

VII-3-3-4 Cinétique d'extraction

Nous avons suivi l'évolution du rendement en huile essentielle au cours du temps, pour cela deux essais répétitifs ont été réalisés, et les résultats sont donnés dans le tableau 10.

Tableau 10 : Evolution du rendement en huile essentielle de *salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur d'eau, au cours du temps.

t(min)	Rs [1°essai (Mh=45.5g)]	Rs [2°essai (Mh=44.94g)]
0	0.00	0.00
5	0.16	0.19
10	0.19	0.20
15	0.23	0.21
20	0.24	0.24
30	0.26	0.25
45	0.27	0.25
60	0.27	0.25

La représentation graphique de ces résultats conduit aux courbes données par la figure12.

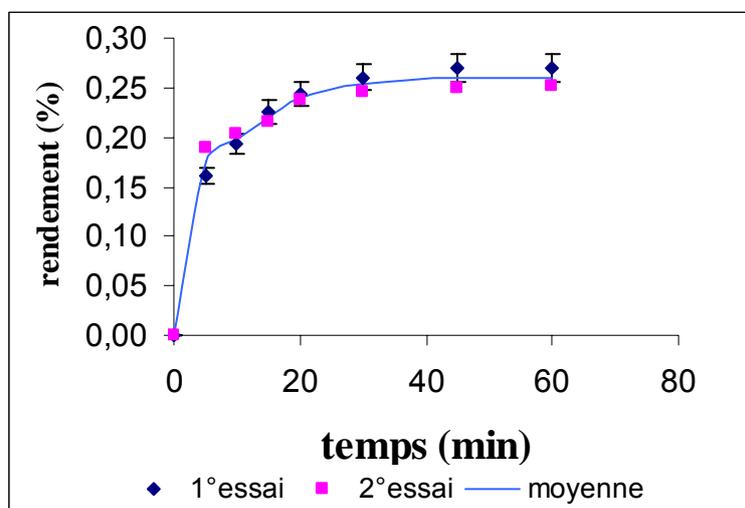


Figure 12 : Evolution du rendement au cours du temps, lors de l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par entraînement à la vapeur d'eau.

Les résultats obtenus montrent que les procédés d'entraînement à la vapeur d'eau et hydrodiffusion conduisent à des rendements comparables avec les allures de courbes cinétiques identiques. Par conséquent, sachant que les quantités de vapeurs qui entrent en contact avec la matière végétale dans les deux procédés sont différentes, ce paramètre n'est pas limitant dans les procédés d'extraction étudiés.

VII-3-3-5 Etude de l'influence de la quantité de matière végétale traitée lors de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau

VII-3-3-5-1- Protocole expérimental

Dans le cadre de cette étude, le débit de vapeur passant à travers l'extracteur a été fixé à 5.5 ml/min, la durée d'extraction à 1 heure. Nous avons fait varier la masse de la matière végétale traitée de taux d'humidité de 66%, entre 10 et 50 g (correspondant à la masse maximale de matière végétale que l'on peut introduire dans l'extracteur sans tassement), et on a procédé à l'extraction de l'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau suivant le procédé décrit précédemment.

Les résultats sont donnés dans le tableau 11.

Tableau 11 : Variation du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. en fonction de la masse de la matière végétale traitée.

M_h (g)	m_{HE} (g)	R_s (%)
10.05	0.0171	0.25
20.09	0.0400	0.30
30.06	0.0761	0.36
40.05	0.0696	0.26
50.02	0.1107	0.34

Le rendement est calculé par rapport à la matière végétale séchée.

La représentation graphique de l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la masse de la matière végétale pour un débit de 5.5 ml/min est donnée par la figure 13.

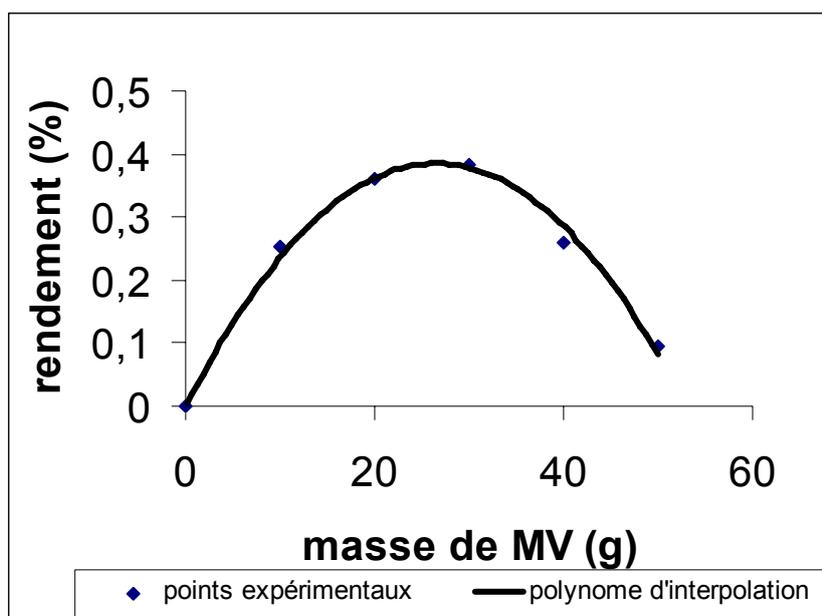


Figure 13 : Variation du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. en fonction de la masse de la matière végétale traitée.

Les résultats obtenus montrent que la variation du rendement en huile essentielle en fonction de la masse de matière végétale pour un débit de vapeur constant présente un maximum aux environs de 30g. Nous avons corrélé cette évolution moyennant un polynôme d'interpolation de second degré avec un coefficient de corrélation proche de l'unité (0.99).

L'équation donnant le rendement en huile essentielle en fonction de la masse de la matière végétale pour un débit de vapeur d'eau constant s'écrit comme suit :

$$R_s (\%) = -0.0005 M_h^2 + 0.029 M_h \dots\dots\dots (3)$$

Cette fonction présente un maximum, ou la dérivé s'annule pour une masse de matière végétale de 29g. Ce qui correspond à un rendement de 0.42 %.

Ces résultats montrent que l'on peut pratiquement doubler le rendement en huile essentielle en opérant dans ces conditions.

Afin de pouvoir transposer les résultats de cette étude à une autre échelle, nous avons présenté la variation du rendement en huile essentielle en fonction du débit spécifique de vapeur.

Ce dernier est défini comme étant le débit massique de vapeur rapporté à l'unité masse de la matière végétale, exprimé en g/g. min. Il est déterminé par l'expression suivante

$$D_{sp} = \frac{D}{M_h} \dots \dots \dots (4)$$

Où :

D_{sp} : débit spécifique (g/ g. min)

D : débit de la vapeur d'eau (g/min)

M_h : masse de la matière végétale humide.

Sur la figure 14, est donnée l'évolution du rendement en fonction du débit spécifique.

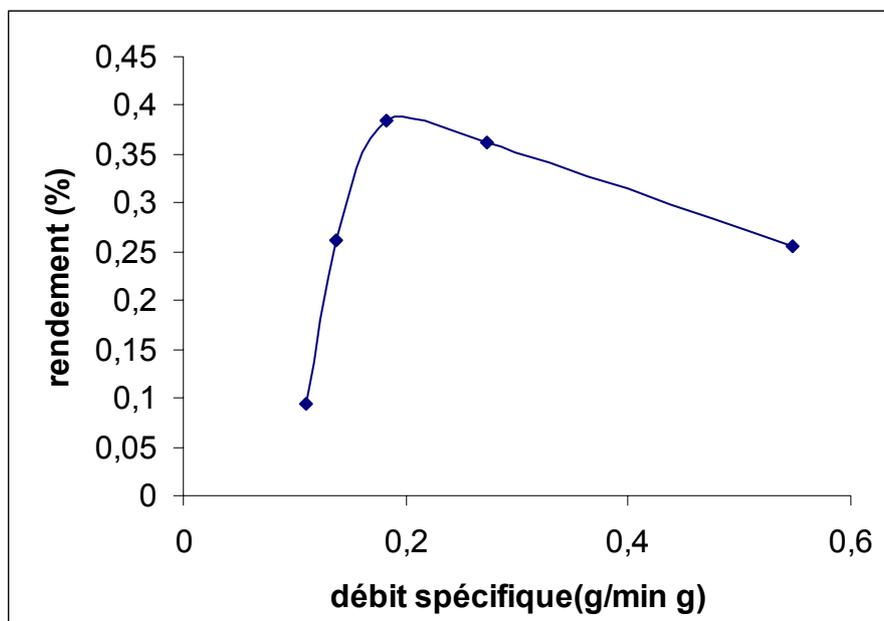


Figure14 : Variation du rendement en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. extraite par entraînement à la vapeur d'eau, en fonction du débit spécifique.

Cette courbe présente un maximum du rendement pour un débit spécifique de 0.2g/g min, avec une partie ascendante en forme d'arc parabolique, et une partie décroissante d'allure linéaire. Ceci n'a pas été observé dans le cas de l'évolution du rendement, en fonction de la masse de la matière végétale, qui présente une symétrie par rapport au maximum.

Ces constatations et ces résultats obtenus nous conduisent à conclure que quelque soit la capacité de l'extracteur utilisé, il serait avantageux d'opérer avec un débit spécifique de 0.2 g/g min.

VII-3-4- Comparaison entre les rendements en huile essentielle extraite par les trois procédés

Le tableau 12 regroupe les rendements en huile essentielle obtenu par les trois procédés étudiés.

Tableau 12 : Rendements en huile essentielle de *Salvia officinalis* L. extraite par les trois procédés.

Procédé d'extraction	Rs (%)
Entraînement à la vapeur d'eau	0.26
Hydrodiffusion	0.25
Hydrodistillation	0.20

Nous constatons que le rendement obtenu par hydrodistillation (0.20%) est inférieur à celui obtenu soit par entraînement à la vapeur d'eau (0.26%), soit par hydrodiffusion (0.25%) ; ceci peut être dû à la solubilisation de certains constituants de l'huile essentielle dans l'eau bouillante, et probablement à des réactions secondaires telles que l'élimination, hydrolyse, cyclisation ou réarrangement sous l'action des conditions expérimentales sévères.

La partie analytique

Les techniques d'analyse ont pour but entre autre de déterminer la composition et la teneur des constituants d'un mélange. Elles existent depuis longtemps, mais ont considérablement progressé depuis le développement de l'informatique et l'électronique.

Analyse de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

A cause de l'utilisation des huiles essentielles dans l'industrie pharmaceutique, et agroalimentaire, cosmétique et des parfums, leurs analyse est particulièrement importante.

Le couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectrométrie de masse est un des plus puissants outils d'identification de l'instrumentation analytique.

VIII- 1- La spectrométrie de masse

La spectrométrie de masse est une technique de détection extrêmement sensible qui permet de déterminer des structures moléculaires. Elle permet de déterminer la masse moléculaire, de corréler le spectre d'un composé avec sa structure, d'expliquer des mécanismes de rupture des liaisons, de trouver les facteurs rendant plus ou moins probable la formation de l'un ou l'autre des fragments ioniques [37].

Par spectrométrie de masse, on peut réaliser des analyses qualitatives et quantitatives. Des limites de détections inférieures au nano gramme et même au pico gramme (10^{-12}) sont souvent atteintes. Le spectromètre de masse est souvent couplé avec un système de chromatographie en phase gazeuse, et cette association d'une méthode séparative et une méthode d'identification, permet d'étudier des mélanges complexes à l'état de traces (quelques nano grammes de mélange) [37].

VIII- 2- Principe du couplage de spectromètre de masse à un chromatographe

Si on dispose d'un couplage CG-SM, c'est-à-dire d'un chromatographe en phase gazeuse couplé avec un spectromètre de masse, on injecte dans le chromatographe un mélange de produits. Les produits, séparés dans la colonne, sont analysés l'un après l'autre par le spectromètre de masse [37].

Le spectromètre de masse fonctionne alors comme un détecteur du chromatographe [37].

Les spectres de masse étant relativement reproductibles, l'identification du produit peut se faire par une banque de données ; mais il est plus sûr d'analyser scientifiquement le spectre de masse [37].

VIII- 3- Conditions analytiques

L'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. est analysée en utilisant la chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de masse, dans les conditions opératoires suivantes :

Colonne capillaire de longueur 60m et 0.25 mm de diamètre.

Phase stationnaire STABILWAX, épaisseur du film 0.25 μ m.

Gaz vecteur : Hélium.

Détecteur : MSD.

Débit de gaz vecteur : 0.5ml/min

Température de colonne : 60 à 220°C à raison de 3°C/min et à 220°C pendant 80 min.

Température de l'injecteur : 220°C.

Quantité injectée : 1 μ l.

Mode d'injection : Split 1/25.

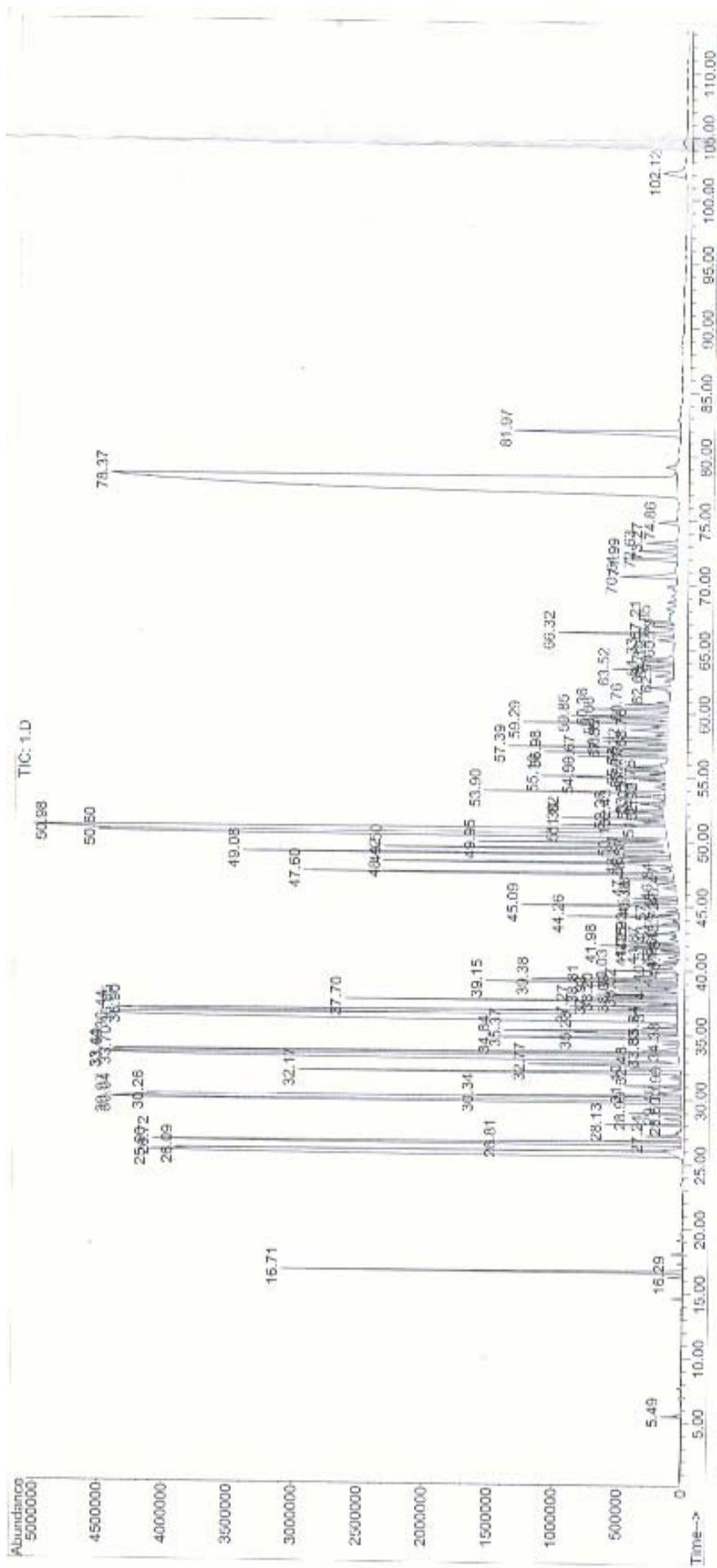
Température de la source : 230°C.

Energie d'ionisation : 70eV.

Vide : 35mtorr.

VIII- 4- Résultats et discussion

Le chromatogramme obtenu par CG-SM est représenté par la figure 15.



Page: 1

ENVDEP.M Mon Jun 05 10:57:02 2006

Figure 15: Chromatogramme obtenu par couplage CG-SM de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. extraite par entraînement à la vapeur d'eau

En analysant l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par couplage CG-SM, environ 66% des constituants ont été identifiés.

Les constituants de l'huile essentielle présents à plus de 1% sont regroupés dans le tableau 12.

Tableau 13 : Constituants majoritaires de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. analysée par CPG-SM, extraite par entraînement à la vapeur d'eau.

Nom du composé	Temps de rétention t_R (min)	Teneur relative (%)
Manool	78.37	17.76
Viridiflorol	50.90	11.21
Caryophylène	33.70	9.74
α - humulène	35.37	7.68
Camphre	30.04	7.37
α - thuyone	25.90	5.91
Bornéol	36.85	4.47
β -thuyone	26.09	2.93
Oxyde de caryophylène	47.60	1.50
1,8- cinéol	16.71	1.25
Germacrène D	37.70	1.09

Nous constatons la prédominance de Manool (17.75%), Viridiflorol (11.21%), Caryophylène (9.74%), du Camphre (7.37%), et d' α -thuyone (5.90%).

Cette composition est différente des compositions rapportées dans la bibliographie ce qui suggère qu'on est probablement en présence d'un nouveau chimiotype de *Salvia officinalis* L.

L'analyse doit être complétée par l'identification des constituants minoritaires qui sont souvent à l'origine des propriétés olfactives ou thérapeutiques particulières des huiles essentielles.

Conclusion

Ce travail a porté sur l'extraction de l'huile essentielle de *Salvia officinalis* L. par différents procédés à l'échelle laboratoire, à savoir, l'hydrodistillation, entraînement à la vapeur d'eau et hydrodiffusion.

Les essais réalisés, relatifs à la production de la vapeur d'eau par le ballon chaudière, ont permis de fixer la puissance de chauffage à $\frac{3}{4}$ de la puissance maximale. Dans ces conditions la quantité de vapeur produite est suffisante et l'engorgement dans l'extracteur est évité.

Durant l'extraction de l'huile essentielle, quelque soit le procédé, le débit de vapeur reste constant après l'établissement du régime thermique permanent au terme de 10 minutes.

Si dans le cas d'hydrodistillation, et d'hydrodiffusion le débit de vapeur traversant le dispositif d'extraction est égal à celui de la vapeur produite, une diminution de débit de 15.4% a été constaté lors de l'entraînement à la vapeur d'eau. Nous avons attribué cette diminution à la présence de la plaque perforée dans l'extracteur, jouant le rôle de support de la matière végétale et de distributeur de vapeur.

La détermination de l'évolution du rendement en huile essentielle, en fonction du temps, pour les trois procédés, a permis de tracer les courbes cinétiques, et de comparer les rendements obtenus.

L'allure identique des courbes cinétiques relatives à l'entraînement à la vapeur d'eau et à l'hydrodiffusion, malgré le débit de vapeur différent entrant en contact avec la matière végétale nous a permis de constater que ce paramètre n'est pas limitant pour ces deux procédés.

Par ailleurs, les rendements en huile essentielle obtenus par ces deux procédés sont de même ordre de grandeur 0.26 et 0.25% respectivement, et supérieurs à celui de l'hydrodistillation (0.2%) pour laquelle le contact permanent de la matière végétale avec l'eau à température élevée donnerait lieu à une dégradation thermique de certains constituants de l'huile essentielle.

L'étude de l'influence de la masse de la matière végétale sur le rendement en huile essentielle a montré que ce dernier présente un maximum de 0.42% pour une masse de 29g de matière végétale. Les résultats de cette étude ont permis de déterminer le débit spécifique de 0.2 g/g. min correspondant au rendement maximal. Ce résultat est intéressant dans la mesure qu'il permettrait une transposition d'échelle.

Enfin, l'analyse par GC-SM de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau a permis l'identification de 11 constituants présents à plus de 1%, et représentent 66.44% de l'huile essentielle.

Cette étude mérite d'être poursuivie et approfondie aussi bien concernant l'optimisation des procédés, que l'analyse de l'huile essentielle.

En effet, il serait intéressant d'effectuer une identification plus poussée des constituants des huiles essentielles obtenus par les trois procédés et de comparer leurs compositions.

Bibliographie

- 1- France Wikipédia : www.fr.Wikipédia.org/wiki/sauge.
- 2- le site internet: <http://www.larodz.chez-alice.fr/plantes/sauge.htm>
- 3-R.R. Paris, H. Moyse, Matières médicinales, Masson, Paris 1976.
- 4- Y-R NAVES
"Qu'est ce une huile essentielle ? ", industrie chimique belge, parfums, 1964, p11, cosmétiques et savons, 1966, p200.
- 5-AFNOR (Association Française de Normalisation) Huiles essentielles. Recueil des normes françaises, 5^e édition, AFNOR. Paris, 1996, T2, p4.
- 6- J.BRUNETON, Eléments de phytochimie et de pharmacologie. ED. Lavoisier. Techniques et documentation, Paris, 1997, p405.
- 7- G.RICHTER, Métabolismes des végétaux. Physiologie et biochimie. Presses polytechniques et universitaires. Romandes, 1993, p292.
- 8-le site internet : http://www.bivea.fr/info_bivea/pranarom/principe_extraction_huiles_essentielles.php
- 9-le site internet: http://www.mondebio.com/huiles_essentielles.php
- 10- le site internet: http://www.bivea.fr/info_bivea/pranarom/principe_extraction_huiles_essentielles.php
- 11- D.EL ABED et N.KAMBOUCHE, Huiles essentielles, ED Dar el Gherb, Algérie, 2003.

12- N.L. Allinger, M, P, Gava, C.r Dejogle, C.R.jonhson, N.A Lebel, et C.L Stevens, Chimie organique, Ediscience MC Graw. Hill, Paris, 1975, 813.

13- I.L .Finar, Organic chemistry. Ed Longman Scientific and technical, 1994, Vol II, pp 354-356.

14- P. Pellerin, Perfume, Flavor, 1991,16 (07-08), 37-39.

15-F.Vernou, et H.Richard, Quelques épices et aromates et leurs huiles essentielles. APRIA.1979, 2, 10, 151-166.

16- J. Garnero, Phytochemistry,1985, 13, 5.

17- R.O.J Clarck, et R.C.Menery, Environmental and cultural factors affecting de yield and composition of peppermint oil (*Mentha pepireta*), XIII congrés international des huiles essentielles, France, N° special 1980.

18-E.Werker, E.Putivesky et U. Ravid, Annals of botany, 1985, 55, 793-801.

19- J.Garnero, Journée de demopharmacie , France, 1976, 22-23 Mai,1-23.

20- M.Seu Saberno, et J.Bla Beway, La mousse de chêne, une base de la parfumerie pour la science, Ed Française de scientific American, 1987, Mai 83.

21- Ph. Morin, C.Gunether, L.Peyron, H.Richard, Bull.soc. chim. France, 1985, n°05,921.

22-G. Vernin et J. Metzger, Analysis of sage oils by GC-Ms data bank- *Salvia officinalis*L. and *Salvia lavendulaefiola* Vah , Laboratoire de Chimie organique, Faculté des sciences et techniques de St-jérôme, Marseille, France,1986

23-le site internet : www.aroma-zone.com/aroma/fichesaugeofficinal.asp.

24- le site internet: <http://www.amabilia.com/contenu/aroma/extraction.html>

- 25- Naves.Y.R Technologies des parfums naturels ; Ed Masson, 1974.
- 26- Von Rothenberg.C, Theorie der Gewinnung und Trennung der ätherischen Öle durch Destillation ; Selbst-Verlag Von Shimmel, 1910.
- 27- C.Guenther, The essential oils ; Tome 1, Ed. KRIFGER.RE, 1972.
- 28- N.N GOKHALE, Y.MASADA, international congress essential oils VII, 1977, 242.
- 29- E. Gueorgiev. Technologie de la production des huiles essentielles ; Ed de l'Institut Supérieur à l'industrie alimentaire. Plovdiv ; Bulgarie ; 1988.
- 30- J.A. Pickett, J.Coates, F.R.Shape, Chemistry and industry 1975.
- 31- A.Koedam ; J.J.C.Sheffer ; A.B.Svendsen, Chem. Mikrobiol. Echnol.Lenensm., 6, 1979, 1.
- 32-P.Morin, H.Richard, Progress in flavor reseach, 9-11 mai 19847, 563.
- 33- L.Crabalona, France et ses parfums, 12, 1956, 27.
- 34- A.Kaedam, A.Looman, Planta Médica, 1980, 22.
- 35- A.Koedam, Aromatic plants, 1982, 229.
- 36- O. Barradj, Contribution à la réalisation et la mise en œuvre d'un extracteur d'huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau, Département Génie Chimique, Ecole Nationale Polytechniques, Alger, 2006.
- 37-le site internet : www.Unine.ch/chim/chw/pdf/chapitre16.pdf.