

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement
Supérieur et de la Recherche
Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
P0005/05B

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

Département Génie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDE

SUJET

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

ETUDE CINETIQUE DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT DE QUELQUES SUBSTRATS VEGETAUX

Dirigé par :

M^{me} R.DERRICHE

Mr E.H.BENYOUSSEF

Réalisé par :

BOUMENADE Mohamed

KERCHOUCHE Toufik

ANNÉE UNIVERSITAIRE 2004/2005

ENP 10, Avenue Hacén Badi EL -- Harrach Alger.



المخلص

يستهدف هذا البحث دراسة حر كيات الاستخلاص بالمحاليل الطيارة لبعض النباتات الحية بدلالة الزمن. بدأنا هذه الدراسة بمعينة هذه الحر كيات للنباتات التالية: الزيتون البري، أوراق الفستق، بعد ذلك وإثبات وجود الظواهر التي تؤثر على مردود الاستخلاص، تتبعنا تطور ظاهرة ترسب المستخلص بعد تقريق المحلول من المادة النباتية (الزيتون البري).
في النهاية، بعد مناقشة النتائج المحصلة عليها أكملنا هذا العمل بخاتمة عامة.
كلمات المفتاح: الاستخلاص، الزيتون البري، أوراق الفستق، المحاليل الطيارة

RESUME

Notre travail consiste à étudier la cinétique de l'extraction par solvant volatil de quelques substances végétales en fonction du temps. Nous avons commencé par la vérification de la cinétique de l'extraction pour les plantes suivantes : l'olivier sauvage, le pistachier et l'arbutus. Ensuite, afin de prouver l'existence d'un des phénomènes qui influent sur le rendement d'extraction, nous avons suivi l'évolution de la précipitation du soluté après séparation de la matière végétale de l'olivier sauvage par l'hexane.
A la fin, après discussion des résultats obtenus nous avons terminé par une conclusion générale.

Mots clés : cinétique d'extraction, olivier sauvage, pistachier, solvants volatils

SUMMARY

Our work consists on studying the kinetic of volatile solvent extraction of some plants as a function of time. First the kinetic of extraction of feral olive wood, pistachio tree and arbutus was verified, then the evolution of the solution's precipitation during the feral olive wood extraction by hexane was followed up in order to prove the existence of one of the phenomena influencing the extraction 's yield.

Finally, the obtained results are discussed and concluded with a general conclusion.

Key words: kinetic extraction, feral olive wood, pistachio tree, volatile solvent

MEMBRES DU JURY

PRESIDENT : Mme. S .CHARCHARI
Professeur à l'E.N.P

EXAMINATEURS : M^{elle}. C. BOUTEKEDJIRET
Maître de conférence à l'E.N.P

Mme. S. HADOUM
Chargée de cours à l'E.N.P

PROMOTEUR : Mr. E .H BENYOUSSEF
Maître de conférence à l'E.N.P

Mme. R .DERRICHE
Maître de conférences à l'E.N.P

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au département de génie chimique (ENP) sous la direction de Madame R. DERRICHE (Maître de conférence à ENP) et monsieur H. BENYOUSSEF (Maître de conférence à ENP), qu'ils trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude pour nous avoir accueilli au sein de leur équipe et confiée ce sujet. Ses nombreux conseils, ses suggestions d'une constante bienveillance ainsi que ses encouragements ont contribué au bon de ce travail.

Nous sommes particulièrement heureux de remercier Madame la professeur S. CHARHARI qui nous fait un grand honneur de siéger au jury de cette thèse pour laquelle il a manifesté beaucoup d'intérêt.

Nous remercions vivement Madame M^{elle} .C .BOUTTEKEDJIRET (Maître de conférence à l'E.N.P), et Mme . S . HADOUM (Chargée de cours à ENP) pour avoir accepté de juger ce travail et de Nous faire le privilège de faire partie de ce jury.

Nous voudrions que Monsieur T . AHMED . Zaid (Maître de conférence à ENP) , accepte Nos remerciements .

Dédicaces

A nos parents

A nos sœurs et nos frère

A tous ceux qui nous sont chers

Liste des principaux symboles et Abreviations

A : accumulation

C_0 : concentration initiale de la solution

ΔC : différence de concentration

C (t) : concentration au point t donnée

d : diamètre des molécules.

D_{AB} : coefficient de diffusion du soluté A dans le solvant B en cm^2/s .

E : flux entrant.

H : l'hydromodule

M_B : est la masse molaire du solvant.

M_A : masse molaire du soluté.

M_{ex} : Représente la masse extraite.

M_b : Représente la masse de matière végétale brut.

M_{cire} : la masse de cire.

M_{absolue} : la masse de l'absolue

n : nombre de moles .

N_k : nombre de KNUDSEN.

R_c : rayon du capillaire où a lieu la diffusion.

r_m : rayon des molécules diffusantes .

R : génération (+), disparition (-).

R : Rendement de l'extrait.

R_{cire} : rendement de cire.

R_{absolue} : rendement de l'absolue

S_s : surface spécifique du solide.

S : flux sortant.

s : surface.

t : temps (mn).

T : température ($^{\circ}\text{C}$).

V_A : volume molaire du soluté A à son point d'ébullition normal.

V_i : Vitesse de constituant i .

V : volume.

ε : porosité du solide.

τ : tortuosité des pores.

Ψ : facteur d'association du solvant.

η_B : viscosité du solvant en (cP).

P : masse volumique du solide.

π : facteur de corrélation du blocage mécanique.

ρ : facteur de corrélation du changement de viscosité.

λ : libre parcours moyen des molécules

Liste des figures

Figure n°1 : Pistachier lentisque

Figure n°2 : Arbousier

Figure n°3 : Origine et distribution de l'Arbousier

Figure n°4 : L'olivier sauvage

Figure n°5 : Appareillage de l'extraction par solvant volatil

Figure n°6 : représentation de vitesse de déplacement d'un constituant i

Figure n°7 : variation du rendement en concrète en fonction de temps pour l'olivier sauvage

Figure n°8 : variation du rendement en concrète en fonction de temps pour le pistachier

Figure n°9: variation du rendement en concrète en fonction de temps de l'arbousier

Figure n°10: variation des deux cinétiques (absolue et la cire) de l'olivier sauvage en fonction du temps

Figure n°11 : variation des deux cinétiques (absolue et la cire) de pistachier en fonction du temps

Figure n°12 : variation des deux cinétiques (absolue et la cire) de l'arbousier en fonction du temps

Figure n°13 : variation du rendement en concrète de l'olivier sauvage en fonction du temps (par prélèvement)

Figure n°14: variation du rendement en extrait et de la composition de l'extrait récupérée après l'avoir séparer du végétale en fonction de temps pour l'olivier sauvage ($h=0.0025\text{m}^3/\text{kg}$)

Figure n° 15 : courbe de variation de la concentration réduite de solution après séparation du végétale ($C(t)/C_0$)

Figure n° 16: courbe de comparaison entre la courbe simulé et la cinétique globale de l'olivier sauvage

listes des tableaux

Tableau n° 1 : les cas particuliers de l'équation de continuité.

Tableau n° 2 : variation du rendement en extrait de l'olivier sauvage en fonction du temps.

Tableau n° 3 : variation du rendement en extrait de pistachier en fonction du temps.

Tableau n° 4 : variation du rendement en extrait de l'arbousier en fonction du temps.

Tableau n° 5 : variation du rendement de la cire et l'absolue en fonction du temps de l'olivier sauvage.

Tableau n° 6 : variation du rendement de la cire et l'absolue en fonction du temps de pistachier.

Tableau n° 7 : variation du rendement de la cire et l'absolue en fonction du temps de l'arbousier.

Tableau n° 8 : variation du rendement en extrait de l'olivier sauvage en fonction du temps (par prélèvement).

Tableau n° 9 : variation de la concentration de l'extrait en fonction du temps (olivier sauvage).

Tableau n° 10 : variation de la concentration de la solution après séparation de la masse végétale en fonction du temps (olivier sauvage).

Tableau n° 11 : valeurs des concentrations réduites.

Tableau n° 12 : bilan de matière à 2 h et 3 h.

Sommaire

Introduction1

Partie théorique

Premier partie

cadre d'étude et monographie des espèces étudiées

Chapitre I : Forêt domaniale de Baïnem3

➤ I.1 - Aperçu climatique et étage de végétation.....3

➤ I.2 - Aperçu pédologique4

➤ I.3 - La végétation4

Chapitre II : Monographie des espèces étudiées.....5

II.1 - Le Pistachier lentisque.....5

➤ II.1.1 - Description du Genre Pistacia5

➤ II.1.2 - Systématique.....5

➤ II.1.3 - Origine et distribution6

➤ II.1.4 - Association Oleo-lentiscetum.....6

II.2 – Arbousier.....7

➤ II.2.1 - Description du Genre Arbutus.....7

➤ II.2.2 - Systématique.....7

➤ II.2.3 - Origine et distribution8

II.3 - L'olivier sauvage « Oléastre ».....8

➤ II.3.1 - Généralités.....8

➤ II.3.2 - Systématique.....9

➤ II.3.3 - Origine.....9

➤ II.3.4 - Description morphologique10

➤ II.3.5 - Adaptation climatique.....10

➤ II.3.6 - Aire de répartition.....11

➤ II.3.7 - Importance de l'oléastre.....11

➤ II.3.7.1 - Le bois.....	11
➤ II.3.7.2 - Actions physiologiques et emplois.....	11

Deuxième partie

Donnée générale sur l'extraction et de transfert de matière

Chapitre III : Les différents procédés d'extraction.....	12
III-1- La distillation	12
➤ III-1-1- Distillation a l'eau (Hydrodistillation).....	12
➤ III.1.2.distillation mixte.....	12
➤ III-1-3- Distillation à la vapeur d'eau ou entraînement à la vapeur...	13
➤ III-1-3-1- Distillation à pression normale.....	13
➤ III-1-3-2- Distillation sous pression.....	13
III.2- Extraction par solvant	14
➤ III.2.1 L'épuisement par solvant fixe	14
➤ III-2-1-1 Enfleurage.....	14
➤ III-2.1-2 Macération.....	14
➤ III-2-2-Extraction par solvant volatils.....	15
➤ III-2-2-1 Mécanisme de l'extraction par solvant s.....	15
➤ III.2.2.2-les paramètres influant le procédé d'extraction par Solvants volatils.....	16
➤ III-2-2-3 les inconvénients de l'extraction par solvants Volatils.....	18
III.3- Extraction par fluides supercritiques.....	19
➤ III.3.1- Les avantages du CO ₂ supercritique.....	19
III-4 – L'Expression à froid	19
III-5 - Extraction au Forane 113	19
III.6. production des cires.....	20
III.6.1 Généralités.....	20
III.6.2 Classification des cires.....	20
➤ III.6.2.1 Cires naturelles d'origine minérale.....	20
➤ III.6.2.2 Cires naturelles d'origine animale.....	21

➤ III.6.2.3 cires naturelles d'origine végétale	21
Chapitre IV : modélisation du transfert de matière.....	22
IV.1 Introduction.....	22
IV.2 mécanismes différentiels dans les solides poreux.....	22
➤ IV.2.1 La diffusion moléculaire ($d_p \ll \lambda$)	23
➤ IV.2.2 La diffusion de knudsen ($d_p \gg 1$)	23
➤ IV.2.3 La diffusion surfacique.....	24
IV.3. mécanisme d'extraction des végétaux	24
IV.4 Bilan de matière.....	25

Partie expérimentale

Introduction.....	27
Chapitre I : Méthodologie	28
I.1 Mode d'extraction par solvant volatil	28
➤ I.1.1. 1 ^{ère} méthode	28
➤ I.1.1.1 appareillage	28
➤ I.1.1.2. mode opératoire	28
➤ I.1.2. 2 ^{ème} méthode(par prélèvement)	31
➤ I.1.2.1. appareillage	31
➤ I.1.2.2. protocole expérimental.....	31
I.2 – calcule de rendement.....	32
I.3 - La récupération de la cire.....	32
Chapitre II : résultats et discussion.....	33
II.1 1^{ère} méthode.....	33
➤ II.1.1. l'étude de l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en concrète de l'olivier sauvage.....	33

➤ II.1.2. étude de l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en extrait de pistacia lentiscus	34
➤ II.1.3. l'étude de l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en extrait de l'Arbousier.....	36
II.1.4 la cinétique de l'absolue et la cire des trois espèces	38
➤ II.1.4.1 la cinétique de la cire de l'olivier sauvage.....	38
➤ II.1.4.2 la cinétique de la cire de pistacia lentiscus.....	39
➤ II.1.4.3 la cinétique de la cire de l'Arbousier.....	40
II.2. 2^{ème} méthode (avec prélèvement).....	42
II.3. Mode opératoire.....	44
Conclusion.....	49

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

partie théorique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

introduction générale

Introduction générale

La forêt est un ensemble complexe de ressources naturelles en continuel renouvellement susceptibles d'être utilisées de façons divers

. La forêt algérienne avec une superficie de plus de 3 millions d'hectares, renferme une végétation ligneuse très diversifiée qui peut être considérée comme une source de richesse très importante.

Les extraits végétaux occupent un rôle de premier plan ; du fait de leurs caractères de *substances naturelles* alors que les substances issues de la synthèse et de l'hémisynthèse représentaient hier encore le fond commun le plus important de formulation en cosmétique (parfumerie) et dans les arômes alimentaires. Par exemple : l'Olea Européae (l'olivier sauvage) est une plante très répandue en Algérie et largement utilisée en médecine traditionnelle. Ce choix est motivé par les raisons suivantes :

- Des travaux relatifs à cette plante sont très rares. Aussi dans le but de contribuer à la connaissance des essences (huiles essentielles et concrète) de l'oléastre de la forêt de Bainem situé à 15 Km à l'Ouest d'Alger.
- Cette plante a un grand intérêt dans le domaine de la conservation pour ces propriétés antioxydantes (l'oleuropéoside) et dans l'industrie pharmaceutique (l'europeoside), pour leur action hypoglycémiant.

Aujourd'hui ces extraits ont une utilisation dans différents secteurs d'activités tel que l'industrie alimentaire, cosmétique et pharmaceutique, d'autre part les extraits végétaux ont une valeur ajoutée considérable au niveau du marché international.

Notre étude s'est portée sur quelques espèces médicinales qui sont l'olivier sauvage, le pistachier et l'arbousier.

Les essences contenues dans les tissus végétaux peuvent être extraites aussi bien par entraînement à la vapeur que par hydrodistillation ou par épuisement dans certains solvants.

[1]

Parmi ces procédés l'extraction par solvant est de nos jours l'une des méthodes les plus utilisées. A cet effet l'étude du procédé d'extraction de ces espèces végétales dans un réacteur fermé a été mené, en suivant l'évolution du rendement global en extrait avec la variation de la durée d'extraction, et les autres paramètres opératoires tel que, la température, la vitesse d'agitation et l'hydromodule ont été fixés.

Les études cinétiques déjà menées sur certaines plantes ont montré les différences lorsque les mesures sont faites :

- par prélèvement et analyse
- par séparation et analyse

La première méthode a montré une évolution continue jusqu'à l'équilibre, et la deuxième montre que le rendement passe par un maximum. Nous allons vérifier si ce maximum est généralisable en effectuant des extractions sur trois plantes : l'olivier sauvage, le pistachier et l'arbousier et tenter d'expliquer la différence entre les deux méthodes.

Cette étude a été menée en adaptant le plant de travail suivant :

Une partie théorique qui comporte 4 chapitres

- chapitre 1 : présentation de la forêt
- chapitre 2 : monographies des espèces étudiées
- chapitre 3 : les procédés d'extraction
- chapitre 4 : le processus de transfert de matière

et une partie expérimentale.

Chapitre I : forêt domaniale

*Chapitre I : ~~forêt domaniale~~
de bainem*

I- Forêt domaniale de Baïnem

Les échantillons sur lesquels nous avons travaillé ont été récoltés dans la forêt domaniale de Baïnem et plus précisément dans la série Nord de la forêt. La forêt de Baïnem est située dans le massif de Bouzaréah à 15 Km à l'Ouest d'Alger, ses coordonnées géographiques sont $02^{\circ}56'58''$ à $02^{\circ}59'08''$ de longitudes Est et $36^{\circ}47'52''$ à $36^{\circ}48'30''$ de latitude Nord.

La superficie de la série Nord de la forêt domaniale de Baïnem est de 296 ha, elle est limitée à l'Ouest par le grand rocher, au Nord par une bande urbaine et maraîchère, à l'Est et au Sud par la tranchée Reuses. L'altitude varie de 60 m au Nord-est à 301 m au Sud. La topographie de la série est assez accentuée, entrecoupée de ravins encaissés donnant naissance à quelques oueds (Oued Fetna, Oued Djerbah, Oued Foul, Oued Mallah et Chabet Sara). [2]

I.1 - Aperçu climatique et étage de végétation

D'après NACER BEY [2], la station de récolte est caractérisée par un taux de précipitation annuelle de 666,9mm par an, avec une abondance aux mois d'Octobre à Novembre.

La température moyenne du mois le plus froid est celle de Janvier avec $8,9^{\circ}\text{C}$, et la température moyenne du mois le plus chaud est notée en mois d'Août avec $30,2^{\circ}\text{C}$.

L'étude climatique révèle que la station de Baïnem est située dans l'étage subhumide climagramme d'Emberger [3] avec un climat méditerranéen.

Notre zone d'étude appartient à l'étage thermoméditerranéen qui correspond selon [4] aux formations de l'olea-ceratonion caractérisé par :

Olea europaea, Clamerops humilis, Ceratonia siliqua et pistacia lentiscus.

I.2 - Aperçu pédologique

D'après la carte pédologique de la forêt de Baïnem établie par [5], notre station est caractérisée par la classe des sols à sesquioxydes de fer représenté par : les sols rouges fersiallitiques lessivés avec charge caillouteuse, les sols rouges fersiallitiques sans réserve calcique.

I.3 - La végétation

Les Pins et les Eucalyptus étaient les principales essences de la forêt domaniale de Baïnem, cependant ces dernières années la forêt a été réduite par des coupes volontaires pour des raisons de sécurité ; ce qui a conduit à la colonisation intensive du sous-bois constitué principalement de : l'olivier sauvage « *Olea europaea* », le lentisque « *Pistacia lentiscus* », la bruyère arborescente « *Erica arborea* », la filaire « *phillyrea angustifolia* », la ronce « *Rubus ulmifomius* ». [2]

Chapitre II: Monographie des espèces

Chapitre II étudiées

II - Monographie des espèces étudiées

Les espèces sur lesquelles notre travail a porté sont :

Pistacia lentiscus, l'olivier sauvage et l'arbousier.

II.1 - Le Pistachier lentisque (figure n 1)

II. 1. 1 - Description du Genre Pistacia

Arbrisseau résineux touffu pouvant atteindre 6 m de haut caractérisé par des pousses glabres, verruqueuses, des feuilles persistantes alternées, régulièrement paripennées, avec un rachis étroitement ailé ; 4 à 10 paires de folioles sessiles, entières oblongues lancéolées, se terminant brutalement en pointe, à dessus vert foncé luisant, pourpré en hiver, et le dessous plus pâle.

Le lentisque fleurit en Avril - Mai, et fructifie en Octobre - Novembre, le fruit est une drupe peu charnue, globosoïde de 6 mm de diamètre, rouge puis noir à maturité; elle ne possède qu'un noyau contenant une seule graine. [6]

II.1.2.Systématique

Selon EMBERGER (1960) [3], le Pistachier lentisque se classe comme suit :

Embranchement	: <i>Spermaphites</i>
S/Embranchement	: <i>Angiospermes</i>
Classe	: <i>Dicotylodones</i>
Ordre	: <i>Térébinthales</i>
Famille	: <i>Anacardiaceaes</i>
Genre	: <i>Pistacia</i>
Espèce	: <i>Pistacia lentiscus L.</i>



Figure n°1 : le pistachier

II.1.3 - Origine et distribution

Originaire du sud européen et des régions méditerranéennes, commun dans les forêts et broussailles de toute l'Algérie contient de la myricétine, substance colorante jaune. Il fournit une résine : mastic de Chio ou manne du levant, utilisée a de nombreux usages, employé en orient comme masticatoire et aussi contre les rhumatismes ou pour préparer un vernis, l'huile de ses graines est comestible. [7,8]

II.1.4 - Association Oleo-lentiscetum

Le *Pistacia lentiscus* L. se rencontre surtout sur le littoral, il est souvent associé à l'olivier (à l'état sauvage), avec lequel il forme une association botanique appelée: *Oleo-lentiscetum*. [9,10]

D'après [11], l'association à *Oleo-lentiscetum* constitue des forêts basses ou broussailles hautes, xérophiles et très thermophiles (moins de 1000 mètres d'altitude).

S'il est un groupement difficile à saisir, à cataloguer, c'est bien celui là car dans l'étage subhumide il procède de la dégradation des forêts de chêne liège, de chêne vert et accessoirement de chênes caducifoliés ; dans l'étage semi aride il dérive soit de la pinède à pin d'Alep soit de la tétraclinaie, c'est là aussi qu'il peut constituer un climat dans les variantes à hiver tempéré et à hiver chaud, distinction faite dès 1926 par MAIRE et confirmée par MOLLINIER (1954), [12]

Le groupement est doué de plasticité vis-à-vis du sol, il occupe surtout les terrains argileux. Sa distribution en Algérie correspond que partiellement à la carte de végétation [13] qui l'incorpore aux steppes hautes prédominantes arborées, arbustives ou non sous climat méditerranéen et subdésertique tempéré et tempéré froid.

Il a souvent disparu par mise en culture, occupait probablement de grandes surfaces dans les zones céréalières actuelles de l'étage semi-aride.

II.2 – Arbousier (figure n °2)

II.2.1 - Description du Genre *Arbutus*

Selon GIRRE (1980)[14], cet arbre est appelé «arbres aux fraises» (arbousier) c'est un arbrisseau buissonnant, sa hauteur varie de 2 à 10 mètres pouvant vivre 200 ans, possède un rameau à écorce brune, rugueuse, se desquamant, les bourgeons sont glanduleux pubescents sur les jeunes sujets et poilus. Quant aux feuilles, elles sont persistantes, alternées.

L'arbousier fleurit en Octobre - Décembre d'un aspect blanchâtre ou légèrement rosé en grappes rameuses pendantes, le fruit est sous forme de baies globuleuses de 1 à 2 cm, de couleur rouge à maturité, hérissée de tubercules et contenant de nombreuses graines.

II.2.2 – Systématique

Selon EMBERGER (1960) [3], l'arbousier se classe comme suit :

Embranchement	: <i>Spermaphites</i>
S/Embranchement	: <i>Angiospermes</i>
Classe	: <i>Dicotylodones</i>
Ordre	: <i>Magnolospidées</i>
Famille	: <i>Ericaceoé</i>
Genre	: <i>Arbutus</i>
Espèce	: <i>Arbutus unedo</i>

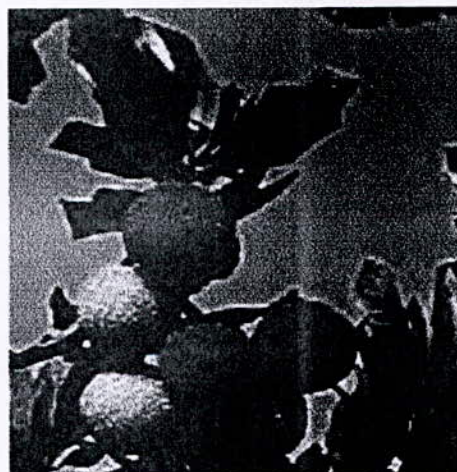


Figure n°2 :l'Arbousier

II.2.3 - Origine et distribution

L'arbousier est une plante caractéristique des maquis montagneux et des bosquets de la méditerranée, plante répandue en Europe méridionale, en Afrique et en Australie.

L'arbousier pousse sur terre siliceuse et supporte parfaitement les sols légèrement calcaires.

Dans certaines régions de la Corse et de l'Italie les fruits d'arbousier sont utilisés pour préparer par distillation une boisson alcoolique ; Les feuilles et l'écorce sont utilisées en thérapeutique comme astringents : diurétiques, antiseptiques rénaux.

[8,15]

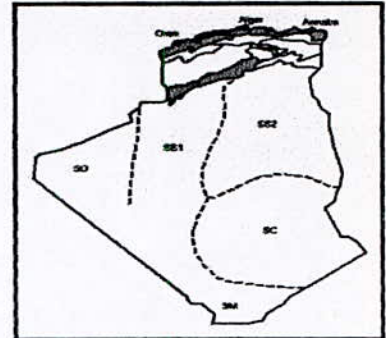


Figure n°3 : zone du distribution de l'Arbousier

II-3- L'olivier sauvage « Oléastre » (figure n°4)

II-3-1- Généralités

L'olivier (*Olea*) fait partie de la famille des oléacées, tout comme le frêne, le jasmin, et le lilas, qui sont quelques-uns des 25 genres composant cette famille. Le genre *Olea* se compose de 30 espèces différentes réparties sur les 5 continents, mais *Olea europea* est l'espèce la plus représentée et se trouve partout dans le Bassin de la Méditerranée, où la série sativa de la sous-espèce *olea euromediterranea* correspond à notre olivier cultivé (*Olea sativa*).

Certaines classifications décomposent l'espèce *Olea europea* en deux sous-espèces :

- *Olea europea* L. sativa (olivier cultivé) ;
- *Olea europea* L. Oleaster (Hoffm et Link.), Entité taxonomique couramment dénommée oléastre. Ce dernier est parfois classé comme une variété botanique ou comme une espèce à part entière *Olea Oleaster*.

Dans la nature, l'oléastre (olivier sauvage) se présente sous forme d'un buisson épineux: à fruits généralement petits, Cette forme est répandue autour de la Méditerranée. [16].

II-3-2 - Systématique

Selon EMBERGER (1960) [3], l'oléastre se classe comme suit :

Embranchement : *Spermaphites*

S/Embranchement : *Angiospermes*

Classe : *Dicorylodonnes*

Ordre : *Ligustrales*

Famille : *Oleacea*

Genre : *Olea*

Espèce : *Olea europaea L. Var.*

OleasterDC.



Figure n°4 :l'olivier sauvage

II-3-3 – Origine

Certains Botanistes attribuent l'origine des oléastres à une simple naturalisation des types cultivés par l'intermédiaire de semis de proximité. Autrement dit ils considèrent que cette espèce proviendrait de noyaux d'arbres antérieurement cultivés puis abandonnées, puis retournant à «l'Olea sauvage».

Cette hypothèse est contestée, on penche plutôt vers des échanges génétiques entre partenaires sauvages et cultivés. En effet, dans les zones climatiquement favorables à l'olivier sauvage, les formes sauvages cultivées sont «interconnectées» par l'existence de «semi spontanés». Actuellement l'oléastre est reconnu comme étant la forme sauvage de l'olivier cultivé. [16]

II-3-3.1 - Origine géographique et domestication

Selon les études archéologiques et paléobotanique, on pense que la domestication de l'olivier aurait pris naissance, comme celle de la plupart des espèces fruitières, au proche orient au quatrième millénaire avant notre ère.

Sa dissémination se serait ensuite étendue à l'occident, sur les deux rivages de la méditerranée où elle fit l'objet d'une sélection continue, source d'amélioration et de diversification.

Il s'agit là de l'origine Syro-Iranienne, qui est la plus fréquemment évoquée; de l'Est de la méditerranée l'olivier se serait propagé vers la partie occidentale sur les deux rives.

[16]

II-3-4 - Description morphologique

L'arbuste a un aspect buissonnant et épineux au ras du sol, ses branches sont disposées plus régulièrement aux rameaux plus ou moins quadrangulaires se terminant souvent en une pointe raide et piquante. Les feuilles sont simples, entières, persistantes à disposition opposée. Elles ont 4 cm de longueur et environ quatre fois moins de largeur. Le limbe est lancéolé, mucroné et glabre. Seule la nervure principale est apparente. La face supérieure de la feuille est luisante, coriace, de couleur plus verte. La face inférieure à un aspect blanc glauque ou argenté. Le pétiole est court et sans stipules Les fleurs sont petites, sans intérêt ornemental, mais produisent beaucoup de pollen. Le nombre de grains de pollen est plus élevé chez les cultivars d'huileries que chez les cultivars à fruits de table et nombreuses chez l'oléastre. Les sépales au nombre de quatre sont petits, soudés et persistants.

Les quatre pétales de couleurs jaunâtres sont aussi soudés, mais plus grands que les sépales. La fleur est munie de deux étamines dont les filets sont courts et les anthères intenses. Les inflorescences sont de type grappe.

Le fruit est une drupe d'un centimètre environs de longueur, sa forme est ovoïde ou ellipsoïdale, le péricarpe est lisse et attaché au mésocarpe. Le fruit change de couleur suivant la maturité, verdâtre, tournante, noire.

Le mésocarpe représente la partie charnue, huileuse et comestible du fruit. L'endocarpe est fusiforme et très dur.

Les fruits sont nombreux mais petits, moins charnus que ceux de l'olivier cultivé et plus luisant, ils donnent une huile fine mais peu abondante. [17]

II-3-5 - Adaptation climatique

L'oléastre est un arbre à qui le climat méditerranéen convient parfaitement : hiver doux, automne et printemps pluvieux, été chaud et sec, grande luminosité. Il lui faut une moyenne annuelle de température comprise entre 16 et 22°C. Les gelées ne lui sont nocives que si elles sont inférieures à - 7°C. [16].

II-3-6 - Aire de répartition

En Algérie l'oléastre se trouve jusqu'à 1000 m d'altitude sur le Versant Nord et 800 m sur le versant sud. Son aire de répartition se limite à la région Telliène, atteignant une ligne d'altitude de 700 à 800 m. Cet arbre est très répandu dans le bassin méditerranéen : Portugal (450 m), Espagne (1000 m), les côtes de la Méditerranée jusqu'aux Pyrénées. France (900 m exceptionnellement). Italie (700 m), Albanie (de 600 m à 700 m). Libye, la Tunisie et le Maroc (1500 m) [17].

II-3-7-Importance de l'oléastre

II-3-7.1 - Le bois

L'oléastre est considéré comme le porte greffe. Par ailleurs le bois de l'oléastre a des caractéristiques et des qualités qui font de lui un très bon bois, la forme du tronc et sa taille, font qu'il n'est pas possible de l'exploiter dans la grande industrie ; Mais il peut être utilisé pour la fabrication de quelques matériaux traditionnels et de décoration.

II-3-7.2 - Actions physiologiques et emplois

Les feuilles sont utilisées sous forme d'infusion, d'alcoolature et surtout d'extrait : (1 à 4g), rentrant dans différentes spécialités pharmaceutiques françaises et étrangères contre l'hypertension ([18, 19]).

BRUNETON (1993) [20], rapporte que la drogue est traditionnellement utilisée pour faciliter les fonctions d'élimination rénales et digestives, et utilisée pour faciliter l'élimination rénale d'eau. Le bois d'olivier noir est utilisé pour les gastro-entérites du nourrisson, et le diabète.

Chapitre III: les différents procédés

d'extraction

L'extraction des essences végétales, pratique d'origine agricole, est entrée aujourd'hui dans le domaine de la grande industrie, grâce aux perfectionnements des appareils et aux méthodes de travail qui s'appuient sur les théories de la chimie moderne (RABATE et ROLET ; 1920) [21]. L'extraction des essences végétales se fait par différentes méthodes et ce qui introduit cette diversité c'est d'abord la variété des matières et c'est ensuite la sensibilité considérable de certains parfums qui oblige à n'employer que des moyens peu violents sans intervention d'agents chimiques trop énergiques [22].

III-1- La distillation

Il est communément admis que la vapeur pénètre les tissus de la plante et vaporise toutes les substances volatiles. Dans l'industrie des huiles essentielles une terminologie distingue trois types de distillation :

- Distillation à l'eau;
- Distillation mixte ;
- Distillation à la vapeur.

III-1-1- Distillation a l'eau (Hydrodistillation)

La matière à distiller est en contact direct avec l'eau bouillante. Elle peut soit flotter, soit être complètement immergée; cela dépendra de sa densité (et/ou) de qualité de matière, de la charge. L'avantage principal de cette méthode réside dans le contact direct entre la matière et l'eau bouillante. [23]

III-1-2- Distillation mixte

Dans ce cas de distillation, la matière végétale n'est pas en contact directe avec l'eau de l'appareil distillatoire, mais plutôt avec de la vapeur. Cette dernière produite par une génératrice de vapeur traverse afin de la chauffer et arrive au niveau de la charge. Ceci peut présenter un avantage, notamment pour les huiles essentielles possédant une certaine fragilité thermique de ses constituants, puisque la vapeur arrivant au contact de la matière est totalement saturée donc humide et de surcroît n'est jamais surchauffé. [23]

III-1-3- Distillation à la vapeur d'eau ou entraînement à la vapeur

III-1-3-1- Distillation à pression normale

Technique simple et très ancienne puisqu'il y a 3000 ans les Egyptiens l'utilisaient en extraire la "quintessence" des plantes. La distillation par entraînement à la vapeur d'eau ne peut être envisagée que lorsqu'en majorité, les principes aromatiques sont volatiles ou présentent avec la vapeur d'eau des phénomènes de "pseudo solubilité" permettant un entraînement à l'ébullition c'est à dire à une température voisine de 100°C.

[23]

III-1-3-2- Distillation sous pression

Pour améliorer l'entraînement de certains constituants dits "lourds" et qui sont très importants pour l'arôme (c'est le cas des phtaliques de celui des *gingerols* du gingembre), ou peut envisager de distiller sous légère pression (quelques Kg/cm²) l'amélioration du rendement est réalisée au détriment de la qualité des produits, les constituants de l'extrait végétale supportant difficilement l'ébullition à 115°C ou 120°C.

[23]

III-2- Extraction par solvant

III-2.1- L'épuisement par solvant fixe

III-2.1.1- Enfleurage

C'est une méthode fortement développée dans la région de Grasse avant l'introduction de l'extraction au moyen de solvants volatils. Le procédé d'enfleurage utilise la propriété qu'ont les graisses d'absorber très facilement les émanations parfumées des fleurs sans interrompre complètement leur vie.

En effet, certaines fleurs continuent leurs activités au de la de leur cueillette ce phénomène fut étudié par PASSY et plus tard par HESS. Le succès de cette extraction à froid par enfleurage dépend essentiellement de la qualité de la graisse employée. Celle-ci ne doit présenter aucune odeur, mais en revanche elle doit posséder une certaine consistance (surface semi - dure) afin de faciliter l'élimination des fleurs épuisées.

[24]

III-2.1.2- Macération

L'inverse de l'enfleurage ou l'extraction se fait à température ambiante, la macération utilise les mêmes graisses mais à chaud, ce qui a pour effet d'augmenter leur pouvoir absorbant. Cette opération présente donc l'avantage d'être rapide, de sorte qu'elle s'applique préférentiellement aux fleurs qui cessent leurs activités physiologiques de développement au moment de la cueillette. L'extraction se fait par immersion de fleurs fraîchement cueillie et constamment renouvelées dans un bac de graisse chaude jusqu'à saturation de cette dernière. Un épuisement à l'alcool absolu est généralement effectué sur cette graisse saturée. Ce procédé fût longtemps utilisé pour l'obtention du parfum de rose, de violette, avant l'événement du procédé d'extraction au moyen de solvants volatils. [24]

III-2-2- Extraction par solvants volatils

Lorsque une partie importante de l'arôme ou du parfum n'est pas volatile ou peu entraînable par la vapeur d'eau on fait appel aux techniques d'extraction par solvants. Chaque solvant extrait de façon spécifique certains constituants qui sera choisi en fonction, du principe à extraire ou des législations applicables, C'est ainsi qu'ont été utilisés :

L'hexane : pour l'ensemble des produits floraux frais (rose, violette, jasmin, narcisse).

Les cétones et solvants chlorés : notamment dans le cas des épices.

Les alcools, méthanol et éthanol : pour l'extraction des cacaos, des vanilles.

L'eau : dans le cas de thés et cafés avec utilisation des solvants chlorés quant il s'agit d'éliminer des alcaloïdes, caféine et théobromine.

Les produits obtenus sont en principe plus complets sur le plan aromatique (les huiles essentielles, par contre, ils présentent certains inconvénients inhérents au procédé. [25]

III-2-2-1- Mécanisme de l'extraction par solvant

Un mécanisme, proposé par ANGELEDIS et Coll. pour l'extraction des matières Oléagineuses par solvants comporte trois étapes :

La première étape : est la dissolution de l'huile située à la surface et qui se trouve en contact direct avec le solvant.

La deuxième étape : est la diffusion de l'huile à l'intérieur des pores de la matière végétale déjà rempli par le solvant. La vitesse d'entrer du solvant dans les pores est plus importante que la vitesse de diffusion de l'huile ; par conséquent la quantité extraite dépend de la diffusion.

La troisième étape : c'est l'écoulement du solvant dans les espaces libres des pores capillaires. Ces espaces étant de dimensions très réduites, cet écoulement est l'étape la plus lente de tout le processus, c'est donc l'étape limitante de l'extraction. [26]

III.2.2.2 - Les paramètres influant le procédé d'extraction par solvant volatil

1- La durée d'extraction

La durée d'extraction dépend de la qualité et la quantité des extraits désirés. Dans le cas d'une extraction par hydrodistillation, le rendement augmente jusqu'à une durée de temps déterminée expérimentalement, suite à cela il y a apparition d'un plateau qui indique la fin de l'extraction. Le plateau fournit des informations sur la localisation de l'extrait végétale à l'intérieur de la plante. Ainsi les plantes dans lesquelles l'extrait végétale est située dans des glandes exogènes auront un temps d'extraction relativement court, tandis que les plantes dans lesquelles l'extrait végétale est située dans les glandes endogènes auront un temps d'extraction plus long.[24]

2 - La température

La température du distillat est liée à la solubilité et à l'évaporation de l'extrait végétale, dont il faut tenir compte pour le choix d'une température convenable. La récupération complète de l'extrait végétal 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'extrait végétal diminue plus rapidement que celle de l'eau, et par conséquent, la séparation est améliorée, mais les risques d'évaporation et de solubilité sont alors importants. Il faudra donc en tenir compte et choisir un compromis entre ces deux paramètres, en tenant compte d'autres facteurs comme la nature de l'extrait végétal [27]

De plus, si l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau est effectuée à une assez grande échelle (semi-pilote), il faudra tenir compte de deux autres paramètres importants qui sont : la vitesse de distillation et la quantité de vapeur d'eau. [26]

3-Hydromodule

L'hydromodule est le rapport entre le volume du solvant et la masse végétale. Plus le volume de solvant augmente, pour une masse de matière végétale constante et plus le rendement est meilleur. [28]

4-La nature de la matière végétale

Le lieu et la période de végétation, la récolte et le stockage de la matière végétale influent sur la composition de l'extrait. [29]

5-Granulométrie de la matière végétale

Plus la surface d'échange entre solvant et la plante est grande et plus le transfert de matière augmente. Il en résulte donc que le rendement en extrait croît avec le degré de division de la matière végétale. Les matières végétales doivent être finement broyées afin d'augmenter la vitesse d'extraction de la matière grasse.

Il faut signaler cependant que dans le cas des végétaux à dépôts endogènes, le broyage est recommandé ; alors que dans le cas des matières végétales à dépôts exogènes, il est à éviter car il entraîne la destruction du cuticule donc la perte de l'extrait végétale.[30]

6-Teneur en humidité de la matière végétale

Dans le cas de l'utilisation des solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du végétale.[31] la présence d'eau dans les cellules végétales diminue l'extraction des huiles essentielles. Un séchage préalable est préconisé pour certains corps (farine) car il favorise l'éclatement des structures cellulaires et facilite ainsi la sortie de l'huile.

7-La nature du solvant

Le choix du solvant est très important dans le cas d'une extraction par solvant volatil.

Un bon solvant doit répondre aux exigences suivantes :

- une sélectivité à l'égard des produits à extraire.
- Une grande capacité de dissolution et une faible viscosité.
- Une inertie chimique vis-à-vis des extraits et de l'appareillage.

- Une non corrosivité car les ions métalliques décolorent et désodorisent les extraits.
- Une ininflammabilité, non toxicité et stabilité thermique.
- Il doit être caractérisé par une température d'ébullition peu élevée a fin de diminuer la durée de la distillation lors de la récupération du solvant.

Le choix du solvant approprié est délicat car il n'existe pas de solvant qui satisfasse toutes les exigences. Aussi le choix du solvant repose sur la considération d'avantages d'importance majeure et sur l'empirisme.[32]

III.2.2.3- les inconvénients de l'extraction par solvants volatils

Toxicité potentielle du solvant mis en oeuvre : c'est le cas notamment du benzène dont les règles d'utilisation sont de plus en plus contraignantes tant du point de vue de l'utilisation sur le site d'extraction que la teneur en solvant résiduel qui est inévitable au niveau des extraits.

Action thermique sur les extraits: en principe, l'un des critères de choix réside dans sa température d'ébullition sachant que l'extrait sera soumis à cette température durant tout le cycle de concentration. Ce sera 80°C dans le cas du benzène, 65°/70°c pour l'hexane, 40°c pour le chlorure de méthylène...

Le benzène qui est de plus en plus à l'index du fait de sa toxicité présentait de gros avantages: grâce à son grand pouvoir "solvant", la qualité des extraits obtenus ne pourrait être remplacé dans des conditions identiques de "solvation" ou de solubilisation que par des produits pétroliers à haut point d'ébullition dont l'innocuité reste à démontrer. La solubilité des concrètes obtenus par extraction directe au solvant doit être adaptée au milieu dans le quel l'extrait sera utilisé.

L'ensemble de ces inconvénients, conjugués à la pression légale et l'action des consommateurs, a suscité un grand effort de recherche et développement ayant pour but d'améliorer ces techniques ou de les supplanter. [25]

III.3- Extraction par fluides supercritiques

L'adaptation des techniques d'extraction par fluides supercritiques et notamment par le CO2 supercritique en valeur. [25]

Les possibilités de cette technique sont très vastes et débordent très largement le domaine alimentaire pour s'appliquer au domaine d'extraction des plantes aromatiques, mais apparaît pour des raisons très diverses que le choix du fluide se porte souvent sur le CO₂.

III.3.1- Les avantages du CO₂ supercritique

A travers de l'analyse des inconvénients présentés par les techniques traditionnelles, nous avons pratiquement pu déterminer les caractéristiques du solvant qui doit:

- Etre naturel;
- Etre non toxique et chimiquement inerte ;
- Permettre de travailler à basses températures durant tout le cycle;
- Avoir une grande sélectivité par rapport aux produits à extraire;
- Etre éliminé facilement après extraction ;
- Etre disponible industriellement à un prix compétitif;
- Fournir un extrait le plus proche possible du produit naturel.

Il se trouve que le CO₂ présente tous ces avantages [25]

III-4 – L'Expression à froid

D'après CARREE (1953)[33], l'expression à froid est une méthode d'extraction physique, spécifique des agrumes, des arachides et de certains fruits à huiles (olives, tournesol ...etc.). Elle consiste à appliquer une forte pression à la matière végétale afin d'en extraire l'huile recherchée. Elle est suivie par différentes opérations de purification et de séparation de l'extrait végétale (décantation, filtration, centrifugation). Elle présente l'avantage de donner un produit naturel non altéré par des produits chimique résiduaire.

III-5 - Extraction au Forane 113

Le protocole opératoire de ce procédé d'extraction au forane 113 est simple dans son principe, il se compose de trois étapes :

- L'extraction classique qui permet de récupérer un mélange de concrète et d'eau, et un résidu végétal, sec et stable, et valorisable par ailleurs car le forane 113 entraîne également l'eau ;
- Le recyclage du solvant qui donne une concrète ;

- La séparation de l'extrait végétale de la concrète.

D'après BERNARD et *al.* (1988) [34], ce procédé d'extraction permet une exploitation optimale de la matière végétale, la diminution des différents rejets ainsi que la réduction de la consommation énergétique.

III.6 production des cires

III.6.1 Généralités

Le mot "cire" désigne d'une façon générale les produits naturels constitués par des esters d'acides gras et d'alcools supérieurs.

Physiquement : ceux sont des solides amorphes, opaques, fermes, onctueux, caractériser par un point de fusion élevé situé entre 34 et 90°C, une brillance, une pénétrabilité, un glissant et une consistance propre d chaque origine par exemple (d'une consistance molle et onctueuse pour la cire d'abeille à une consistance sèche et friable pour la cire de CARNAUBA).

Elles sont en général solubles dans les solvants aromatiques et chlorés, les éthers, les esters et les cétones; et partiellement solubles dans les hydrocarbures aliphatiques et les alcools.

fonctionnellement; le terme "cire" désigne de nombreuses substances synthétiques utilisées à la place des cires naturelles en tant qu'ingrédients dans certaines préparations ainsi qu'également dans des produits formulés: cires pour meubles, cires d chaussures.

chimiquement, les cires sont des substances renfermant des acides gras de poids moléculaire élevé et des alcools mono et difonctionnels supérieurs, libres mais surtout combinés entre eux par estérification (définition donnée en 1925 par Roger ROUSSEA U.)[35].

II.6.2 Classification des cires

Les cires sont largement représentées dans la nature et ont des origines Dans chacune des 3 classifications suivantes: minérale, animale et végétale.

III.6.2.1 Cires naturelles d'origine minérale

Les cires d'origine minérale sont constituées principalement par des esters gras: Ceux sont les cires de MONTAN, les cires de LIGNITE et les cires de TOURBE. Ces cires fossiles

représentent un stade évolutif dans la lente transformation qui décompose les corps végétaux en hydrocarbures.

III.6.2.2 Cires naturelles d'origine animale

De nombreuses cires sont produites par les animaux: allant du plus petit insecte au plus gros mammifère qui est le grand de baleine (le spermaceti).

La cire d'abeille ou la cire blanche:

La cire d'abeille est certainement la plus réputée et la plus ancienne de toutes les cires naturelles. Elle est préparée d partir de la cire jaune qui est la matière constitutive des parois des alvéoles construites par les abeilles. C'est un solide de couleur blanc, mat à marfuce,s lisses, insoluble dans l'eau, partiellement soluble dans l'alcool d 90°, soluble dam les l'hiles. Elle renferme

- des hydrocarbures

- des esters d'acides et d'alcools d hauts poids moléculaires - des acides libres.

La consommation mondiale annuelle est de l'ordre de 6700 tonnes dont 60% trouvent da applications en cosmétique et en pharmacie.

- Application de la cire d'abeille à l'E.N.A.D:

La cire d'abeille est utilisée comme émulsifiant. Les émulsifiants ont pour but de réduire la tension de surface entre la phase aqueuse et la phase grasse. Ils stabilisent l'émulsion liquide et produisent une dispersion fine et stable qui assure une bonne conservation microbiologique dans les crèmes cosmétiques.

III.6.2.3 cires naturelles d'origine végétale (ou cires essentielles)

De nombreuses plantes, surtout dans les pays tropicaux au désertiques, sécrètent à la surface de leurs tiges, de leurs feuilles ou de leurs baies, des cires pour réduire l'évaporation de leur humidité. La cire végétale la plus connue est la cire de CARNAUBA.[35,36]

Chapitre IV: Modélisation du transfert de matière

IV.1 Introduction

Bien que l'extraction par solvant soit simple, en réalité le mécanisme est complexe, à cause de la structure cellulaire des substances végétales. Donc, il n'est pas possible d'expliquer tout le phénomène qui prend place durant l'extraction par solvant avec une seule théorie, comme le lavage, l'élution, l'osmose, ou la diffusion. La diffusion moléculaire est un mécanisme important dans l'extraction. Pour expliquer la vitesse de diffusion durant l'extraction par solvant, des équations empiriques basées sur les données expérimentales sont souvent employées, à la place de l'équation théorique de la diffusion. Cependant, il est possible et utile d'obtenir une estimation, basée sur la seconde loi de FICK.

IV.2 mécanismes différentiels dans les solides poreux

Les fluides sont quasi-stagnants dans les pores des solides, si bien que les mécanismes qui régissent les transferts sont diffusionnels, les principaux sont :

- La diffusion moléculaire.
- La diffusion de KNUDSEN.
- La diffusion de surface ou surfacique.

Pour pouvoir distinguer entre les trois diffusions, on définit un nombre « N_k », appelé nombre de KNUDSEN, qui permet de comparer le libre parcours moyen des molécules « λ » au diamètre des pores « d_p » :

$$N_k = \lambda / d_p \quad \text{avec} \quad \lambda = 1 / \sqrt{2} * \Pi * d^{2*n} \quad (IV.1)$$

Où n : le nombre de moles ,

d : le diamètre des molécules .

Diffusion Moléculaire ($N_k < 10^{-2}$) Régime de transition ($N_k > 10$) Diffusion de Knudsen

IV.2.1 La diffusion moléculaire ($d_p \ll \lambda$)

La diffusion dans les solides poreux est affectée par la taille et la forme des pores. Quand la dimension dans les solides est importante (plusieurs fois le libre parcours moyen) et quand la concentration moléculaire est élevée, le nombre de chocs entre molécules est très supérieur au nombre de chocs molécule - paroi. Dans ces conditions, la diffusion est de type moléculaire et le coefficient de diffusion peut être calculé à l'aide de la relation (IV.3) qui utilise les corrélations en phase liquide, dont la plus répandue est celle de W L K et C H A N G [37] :

$$D_{AB} = [7.4 * 10^{-2} * (\Psi M_B)^{0.5} * T] / \eta_B * V_A \quad (IV.2)$$

Où D_{AB} est le coefficient de diffusion du soluté A dans le solvant Ben cm^2/s

M_B est la masse molaire du solvant T, la température absolue ($^{\circ}K$),

η_B , la viscosité du solvant en cP,

V_A , le volume molaire du soluté A à son point d'ébullition normal dont le calcul peut se faire à l'aide de la règle d'additivité de L E B A S S [38] ,

Ψ , facteur d'association du solvant. Il est égal à 1 pour les solvants non polaires.

A cause de leur structure complexe, on considère souvent le milieu hétérogène des solides poreux comme un milieu pseudo-homogène et nous définissons alors un coefficient de diffusion apparent « D_a » par la relation suivante:

$$D_a = \varepsilon * D_{AB} / \tau \quad (IV.3)$$

Où ε est la porosité du solide,

τ la tortuosité des pores. Avec $0,07 < \varepsilon / \tau < 0,15$.

IV.2.2 La diffusion de knudsen ($d_p \gg \lambda$)

La diffusion de KNUDSEN a lieu lorsque la probabilité de chocs entre les molécules et la paroi est supérieure à la probabilité des chocs entre molécules, le coefficient de diffusion peut être calculé par la corrélation suivante :

$$D_K = 1,94 * 10^2 [\varepsilon / S_s * \rho] * [T / M_A]^{0.5} \quad \text{(IV.4)}$$

Où S_s est la surface spécifique du solide,

ρ , la masse volumique du solide, M_A , la masse molaire du soluté.

Dans le cas du régime de transition, le coefficient de diffusion effectif D est lié aux coefficients de diffusion moléculaire et de diffusion de KNUDSEN par la relation :

$$D = 1 / [1/D_{AB} + l/D_K] \quad \text{(IV.5)}$$

IV.2.3 La diffusion surfacique

Des molécules adsorbées sur une surface solide présentent une très grande mobilité. Le transfert de matière par mouvement moléculaire sur la surface est appelé diffusion surfacique (ou de surface). La diffusion surfacique se produit dans le sens des concentrations décroissantes sur la surface [39].

IV.3 mécanisme d'extraction des végétaux

Le transfert du soluté dans la phase liquide exige un certain temps pour être complet et il est essentiel de déterminer la vitesse globale du phénomène c'est à dire la vitesse de transfert (ou d'extraction), pour définir un appareil d'extraction [39]. Dans cette optique Angélidis [40] et [41] a décrit l'extraction solide- liquide dans le cas des végétaux comme étant la succession de trois étapes que nous avons cité dans le paragraphe d'extraction par solvant volatil [42].

La corrélation suivante relie le coefficient de diffusion dans la phase liquide D_1 et celui dans la phase solide D_s :

$$D_1 = D_s (1 + \pi)(1 + 2,4 * r_m / R_c) (1 + \rho) \quad \text{(IV.6)}$$

Où π est le facteur de corrélation du blocage mécanique ;

r_m , le rayon des molécules diffusantes ;

R_c , le rayon du capillaire où a lieu la diffusion ;

ρ , le facteur de corrélation du changement de viscosité.

IV.4 Bilan de matière

Afin d'établir l'équation de continuité relative à un constituant i se déplaçant à une vitesse V_i , isolons un volume (V), limitée par une surface (S) invariante dans le temps

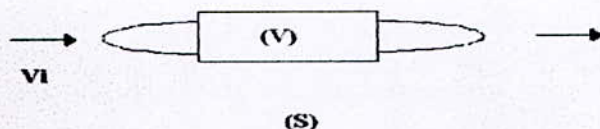


Figure n 6 : représentation de vitesse de déplacement d'un constituant i

n est le vecteur unitaire de la normale à la surface (S)
le bilan de matière s'écrit alors :

$$E - S \pm R = A \quad (\text{IV.7})$$

Où E : flux entrant ;
 S : flux sortant ;
 R : génération (+), disparition (-) ;
 A : accumulation.

Or

$$E - S = - \int_S n \cdot (C_i \cdot \vec{V}_i) dS \quad (\text{IV.8})$$

et

$$A = (\partial C_i / \partial t) \partial V \quad (\text{IV.9})$$

en remplaçant l'intégrale de surface par une intégrale de volume (théorème de GREEN- OSTROGRADSKY), l'équation (IV.8) devient :

$$- \int_S n \cdot (C_i \cdot \vec{V}_i) dS = - \int_V \text{div} (C_i \cdot \vec{V}_i) dV \quad (\text{IV.10})$$

En supposant qu'il n'y ait pas de réaction chimique ($R=0$), l'équation (IV.7) devient :

$$- \text{div} (C_i \cdot \vec{V}_i) = (\partial C_i / \partial t) \quad (\text{IV.11})$$

le produit n'est autre que le flux de transfert qui s'écrit :

$$\vec{N}_i = (C_i \cdot \vec{V}_i) - D_i \text{grad} (C_i) \quad (\text{IV.12})$$

→

V_i est la vitesse moyenne du constituant i .

Par combinaison on trouve :

L'équation générale de continuité est de la forme suivante

$$-\text{div} (C_i * \vec{V}_i - D_i \text{grad } C_i) + \partial C_i / \partial t = 0. \quad (\text{IV.13})$$

Le tableau n.1 présente plusieurs cas particuliers, correspondant à des conditions opératoires différentes.

Tableau n 1 : les cas particuliers de l'équation de continuité

Cas particuliers	Equation de continuité
D_i Constant	$\partial C_i / \partial t = \text{div} (C_i * \vec{V}_i) - D_i \nabla^2 C_i$
D_i, \vec{V} Constants	$\partial C_i / \partial t = -\vec{V} \text{grad } C_i - D_i \nabla^2 C_i$
Terme de transport (convection) négligeable	$\partial C_i / \partial t = \text{div} (D_i \nabla C_i)$
Terme de transport négligeable et D_i constant	$\partial C_i / \partial t = D_i \nabla^2 C_i$
Régime permanent	$\text{div} (\vec{N}_i) = 0$

partie expérimentale

introduction

L'évolution de la quantité extraite par solvant en fonction de temps a déjà montré que lorsque les essais sont effectués sur différents échantillons ; ensuite on procède par séparation de la matière végétale et évaporation de solvant ; la quantité extraite passe par un maximum.

Lorsque l'étude se fait par prélèvement, l'évolution montre que la quantité extraite tend vers un palier qui peut s'expliquer par le fait que lors de l'extraction le système solide – liquide tend vers un équilibre (théorie de transfert de matière).

Pour expliquer cette différence, nous allons mener plusieurs séries d'expériences pour essayer en partie de comprendre les phénomènes mis en compétition. Nous pouvons suggérer les phénomènes d'adsorption sur l'extracteur et sur la matière végétale, les phénomènes de précipitation des cires, qui peuvent avoir lieu au cours de l'opération d'extraction, de filtration, de séparation ...

En fait le problème paraît très complexe, le bilan de matière sera difficilement bouclé pour expliquer nous choisissons alors de travailler sur une seule plante : l'olivier sauvage

Chapitre I: Méthodologie

I.1. Mode d'extraction par solvant volatil

Pour mener cette étude nous proposons de suivre l'étude cinétique de l'extraction par deux méthodes différentes :

I.1.1. 1^{ère} méthode

Cette méthode consiste à mettre en contact la masse végétale donnée avec un volume de solvant, on soumet l'ensemble à une agitation vigoureuse pour minimiser les autres facteurs intervenant dans l'extraction et on laisse le transfert de matière solide - liquide se faire durant un temps 't', ensuite on procède à la filtration (séparation solide - liquide) et à l'évaporation dans un évaporateur rotatif et on pèse la masse extraite au temps 't'. Ainsi nous obtenons l'évolution de rendement globale en fonction du temps

I.1.1.1. L'appareillage :

L'appareillage utilisé est décrit sur la figure n 5

I.1.1.2. Mode opératoire :

L'extraction par solvant de la concrète des substances végétales a été menée à température ambiante, en mettant en contact le substrat végétal avec le solvant tout en agitant à l'aide d'une plaque magnétique et d'un barreau aimanté, (la vitesse d'agitation est suffisante pour négliger la couche limite).

Afin d'éviter d'éventuelle évaporation du solvant durant l'expérience, l'rlen rodé contenant la charge dispersée (solvant + matière végétale) est surmontée d'un réfrigérant surmonté à reflux total.

Les conditions opératoires :

L'olivier sauvage

La masse de la matière végétale brut $M = 20$ g (feuille);

La température est $T = 21^\circ\text{C}$

Le volume du solvant (l'hexane) $V = 250$ ml ;

L'appareillage utilisé est décrit sur la figure n° 5

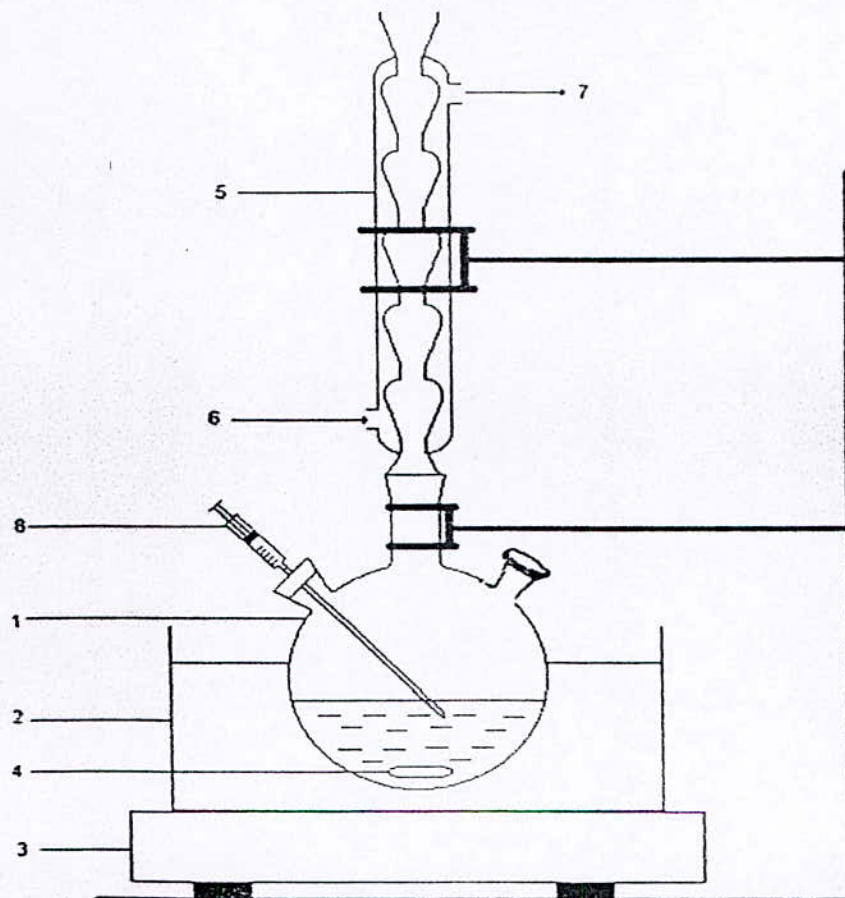


Figure n° 5 : Appareillage de l'extraction par solvant volatil

1. Ballon
2. Bain thermostaté
3. Plaque avec agitation magnétique
4. Barreau magnétique
5. Réfrigérant
6. Entrée d'eau de refroidissement
7. Sortie d'eau de refroidissement
8. Seringue

Le pistacia lentiscus

La masse de matière végétale brut $M = 20\text{g}$ (feuille);

La température est $T = 21\text{ }^{\circ}\text{C}$;

Le volume du solvant (l'hexane) $V = 250\text{ ml}$;

L'Arbousier

La masse de la matière végétale brut $M = 20\text{g}$ (feuille) ;

La température est $T = 21\text{ }^{\circ}\text{C}$;

Le volume du solvant est $V = 250\text{ ml}$;

I.1.2. 2^{ème} Méthode (avec prélèvement)

Cette méthode consiste à faire dans les mêmes conditions opératoires l'extraction et de faire des prélèvements du milieu (2 ml) et après évaporation libre de solvant suivre l'évolution de la quantité extraite en fonction du temps.

I.1.2.1. Appareillage

L'appareillage utilisé est décrit sur la figure n 5

I.1.2.1. protocole expérimental

Le protocole expérimental suivi pour la réalisation de cette méthode est :

- Mettre en marche le bain thermostaté à une température selon les conditions opératoires.
- Fixer le ballon de 500 ml (réacteur) contenant l'agitateur magnétique
- peser avec une balance électronique 20g de matière végétale et la mettre dans le ballon (500 ml).
- Verser dessus le solvant par petite quantité afin d'éviter l'écoulement le long des parois (risque de perte).
- Assembler le montage, les vapeurs du solvant se condense dans le réfrigérant
- Mettre en marche l'agitation magnétique

- Avec une seringue graduée prélever la quantité désirée de la solution en un laps de temps précis (selon les conditions opératoires) environ 12 prélèvements.
- Mettre ces prélèvements dans des verres de montres préalablement pesées, et laisser séché dans un dessiccateur.
- Finalement peser chaque verre de montre.

I.2. Calcul du rendement :

Pour mettre en évidence les variations du rendement en concrète, les extractions ont été faites à des périodes différentes.

Le rendement en concrète est défini comme étant le rapport de la masse de concrète extraite et la masse de la matière végétale brut.

$$R = (M_{ex} / M_b) \cdot 100$$

R : Rendement de l'extrait.

M_{ex} : Représente la masse extraite.

M_b : Représente la masse de matière végétale brut.

I.3. La récupération de la cire :

La récupération de la cire à partir de la concrète brute se fait en plusieurs étapes :

1ère étape : extraction alcoolique

La concrète est dissoute dans l'alcool éthylique de volume de 250ml au bain marie. Cette dissolution est facilitée par une agitation manuelle.

2ème étape : glaçage

La solution alcoolique est refroidie à -15C pendant 30 mn.

3ème étape : filtration

Après filtration on récupère les cires qui ont cristallisé, la solution récupérée donne après évaporation la masse absolue

Chapitre II: interprétation et discussion

des résultats

Dans cette première série d'expérience nous allons vérifier la cinétique d'extraction pour trois plantes différentes : l'olivier sauvage, le pistachier et l'arbousier.

II.1.1. L'étude de l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en concrète de l'olivier sauvage

Pour étudier l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en extrait, tous les autres paramètres ont été fixés. Une masse 20g(feuille) de la matière végétale brut, un hydromodule de 0.00125 m³/kg, une vitesse d'agitation suffisante pour négliger la couche limite, et une température de 21°C. [2]

Après l'arrêt de l'extraction nous mettons la solution (soluté+solvant) dans l'évaporateur rotatif pour séparer l'extrait du solvant ensuite nous calculons le rendement de l'extrait.

Les résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau n° 2

Tableau n° 2 : variation du rendement en extrait de l'olivier sauvage en fonction du temps

Durée d'extraction (mn)	Masse extraite (g)	Rendement (%)	Concentration (mg/ml)
0	0.000	0.000	0.000
15	0.244	1.220	0,976
30	0.420	2.100	1,68
60	0.694	3.470	2,776
90	0.916	4.580	3,664
120	1.043	5.213	4,172
150	0.806	4.029	3,224
180	0.646	3.229	2,584
240	0.472	2.360	1,888

La représentation graphique est donnée sur la figure n°7

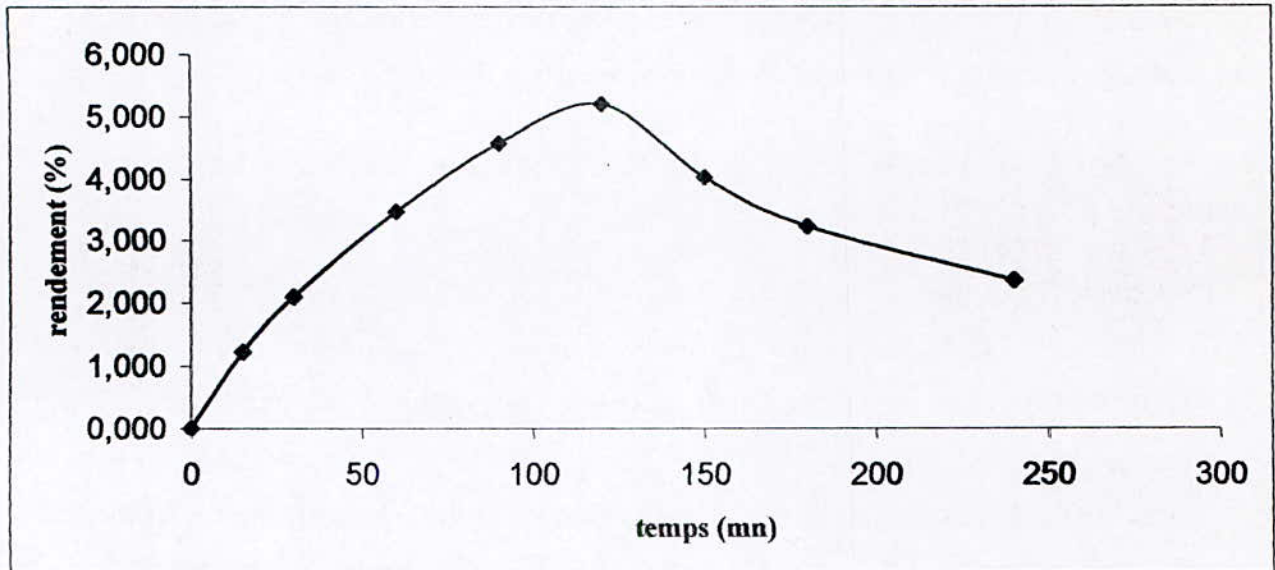


Figure n °7 : variation du rendement en concrète en fonction de temps pour l'olivier sauvage

II.1.2. L'étude de l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en extrait de pistacia lentiscus (pistachier)

On procède de la même manière, une masse de 20g(feuille), un hydromodule $H=0.00125m^3/kg$

La température est de 21°C, et une vitesse d'agitation suffisante pour négliger la couche limite.

Les résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau n° 3

Tableau n °3 : variation du rendement en extrait de pistachier en fonction du temps

Durée d'extraction (mn)	Masse extraite (en g)	Rendement (%)
0	0.000	0.000
15	0.103	0.515
30	0.149	0.745
60	0.233	1.165
90	0.297	1.487
120	0.348	1.739
150	0.328	1.640
180	0.300	1.502
240	0.266	1.331

La représentation graphique est donnée sur la figure n °8

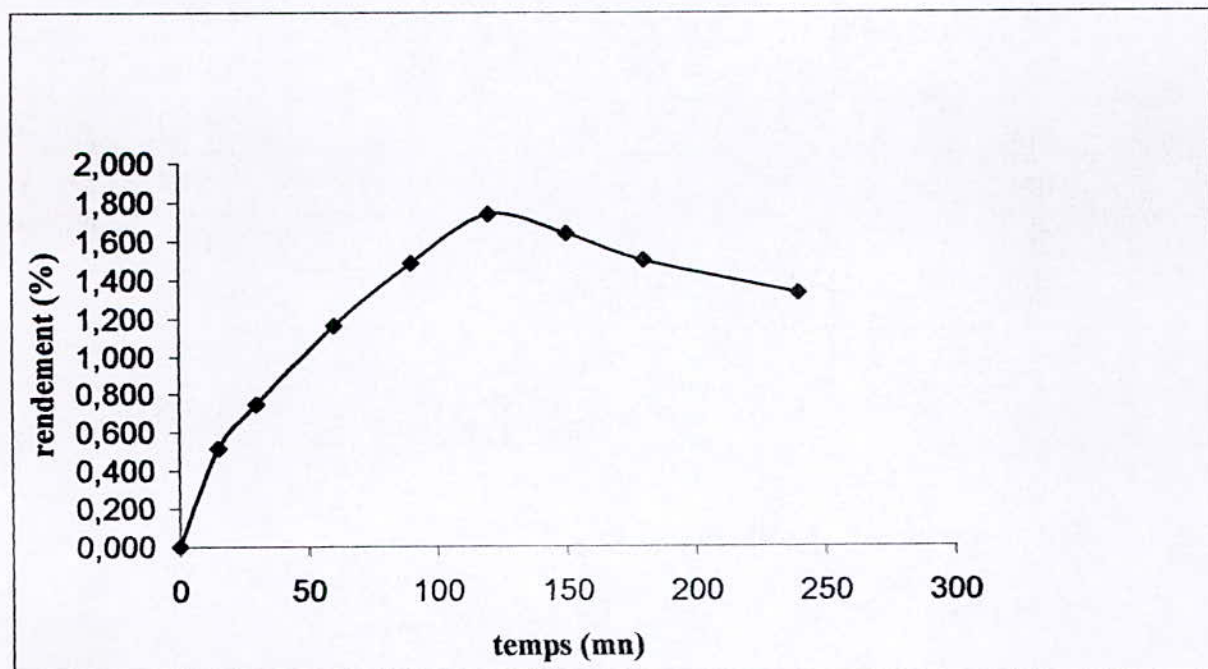


Figure n °8 : variation du rendement en concrète de en fonction du temps pour le pistachier

III.1.3. L'étude de l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en extrait de l'arbousier

Les conditions opératoires de l'expérience sont : une masse de 20g(feuille), un hydromodule $H=0.00125\text{m}^3/\text{kg}$, une température de 21°C , et une vitesse d'agitation suffisante pour négliger la couche limite.

Les résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau n°4

Tableau n° 4: variation du rendement en extrait de l'arbousier en fonction du temps

Durée d'extraction (mn)	Masse extraite (en g)	Rendement (%)
0	0.000	0.000
15	0.520	2.600
30	0.792	3.960
60	1.120	5.600
90	1.302	6.512
120	1.417	7.085
150	1.295	6.475
180	1.148	5.740
240	0.976	4.880

La représentation graphique est donnée sur la figure n° 9

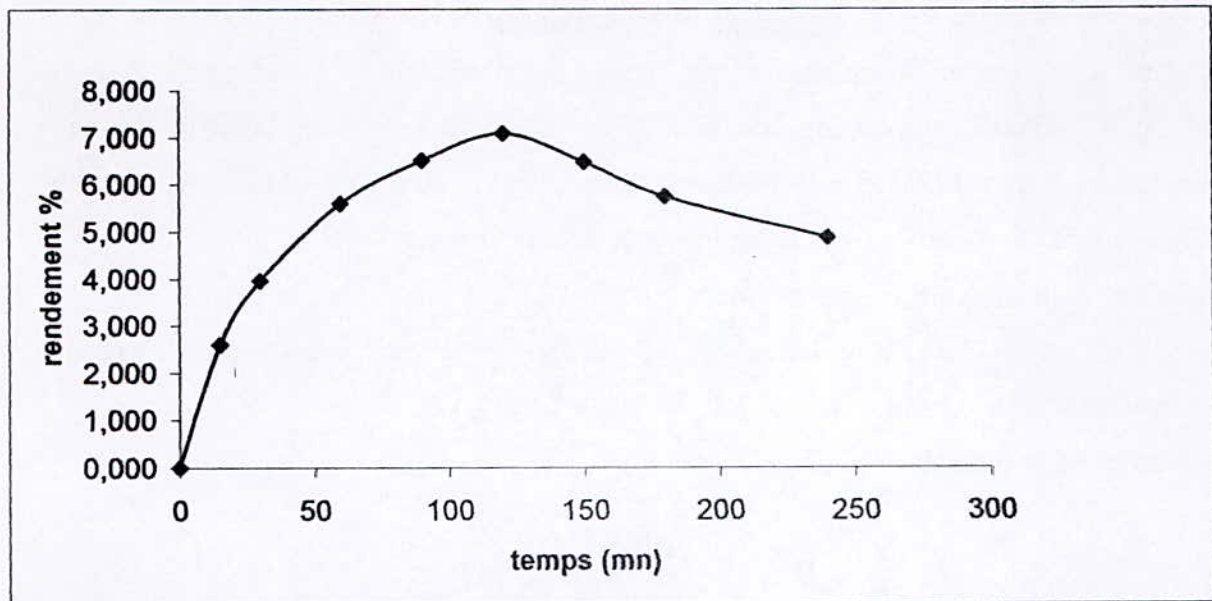


Figure n °9: variation du rendement en concrète en fonction du temps pour l'arbousier

L'allure générale des trois cinétiques comporte deux branches, la branche croissante et la branche descendante ce qui concerne la branche croissante nous constatons deux évolutions différentes, une augmentation rapide du rendement qui correspond à la dissolution de l'extrait qui se situe sur la surface de la plante ; pour la deuxième on observe une variation plus lente de rendement qui correspond à la diffusion de la concrète dans les pores qui sont déjà remplis par le solvant, cette partie de courbe est prononcée autour du point de deux heures la courbe atteint un maximum (un point d'équilibre) où l'écoulement du solvant dans les pores est plus importante que la vitesse de diffusion.

Dans la branche descendante nous voyons une diminution du rendement en extrait qui peut être dû à d'autres phénomènes qui interviennent dans le procédé d'extraction.

Conclusion

Après cette étude nous constatons une diminution du rendement en concrète des trois plantes après 2h.

Donc le phénomène n'est pas spécifique pour une espèce mais pour toutes les espèces.

II.1.4 La cinétique de l'absolue et la cire des trois espèces

Afin de voir la contribution de chaque famille de produit dans l'allure globale de la cinétique d'extraction, nous avons pensé à séparer l'extrait en deux familles et ce par l'élimination des cires. Pour se faire l'extrait global a été dissout dans l'alcool absolue et la température de la solution a été abaissée jusqu'au voisinage de -15°C . après filtration et évaporation on récupère des cires et l'absolue.

Nous avons pu atteindre la cinétique de la fraction de produit soluble dans l'alcool à froid "absolue" et la cinétique des produits insoluble "cire".

Le rendement de cires et l'absolue :

$$R_{\text{cire}} = (M_{\text{cire}} / M_{\text{végétale}}) * 100$$

$$R_{\text{absolu}} = (M_{\text{absolu}} / M_{\text{végétale}}) * 100$$

II.1.4.1 La cinétique de la cire et l'absolue de l'olivier sauvage

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau n°5

Tableau n° 5 : variation du rendement de la cire et l'absolue en fonction du temps de l'olivier sauvage

Le temps (mn)	La masse de la cire (g)	La masse de l'absolue (g)	Rcire de la cire (%)	Rabsolu de l'absolue (%)
0	0	0	0	0
15	0.092	0.146	0.459	0.730
30	0.164	0.244	0.819	1.22
60	0.263	0.420	1.314	2.100
90	0.322	0.586	1.609	2.930
120	0.374	0.669	1.869	3.344
150	0.244	0.528	1.219	2.640
180	0.178	0.414	0.889	2.070
240	0.144	0.284	0.719	1.420

Et la représentation graphique est donnée sur la figure n°10

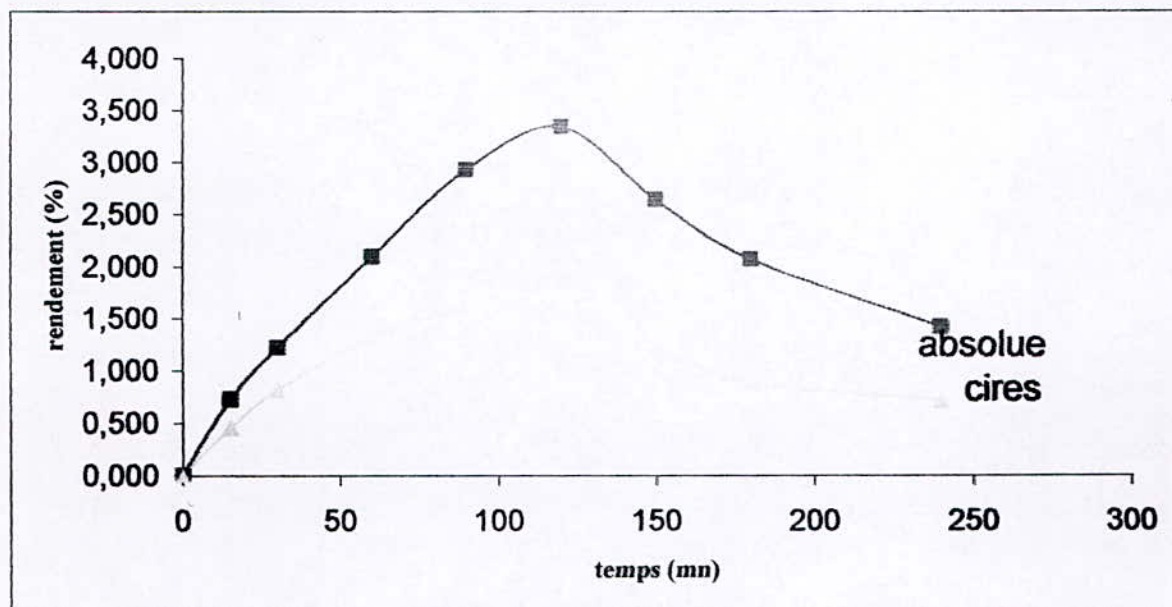


Figure n° 10 : variation des deux cinétiques, (absolue et la cire) en fonction du temps pour l'olivier sauvage

II.1.4.2 La cinétique de l'absolue et la cire de pistachier

Les résultats sont donnés dans le tableau n°6

Tableau n° 6 : variation du rendement de la cire et l'absolue en fonction du temps pour le pistachier

Le temps (mn)	La masse de la l'absolue (g)	La masse de cire (g)	R de la cire (%)	R de l'absolue (%)
0	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.060	0.030	0.151	0.299
30	0.094	0.049	0.243	0.469
60	0.148	0.079	0.394	0.742
90	0.194	0.104	0.519	0.969
120	0.226	0.121	0.605	1.129
150	0.212	0.112	0.562	1.059
180	0.192	0.101	0.503	0.959
240	0.176	0.085	0.427	0.879

Et la représentation graphique est donnée sur la figure n °11

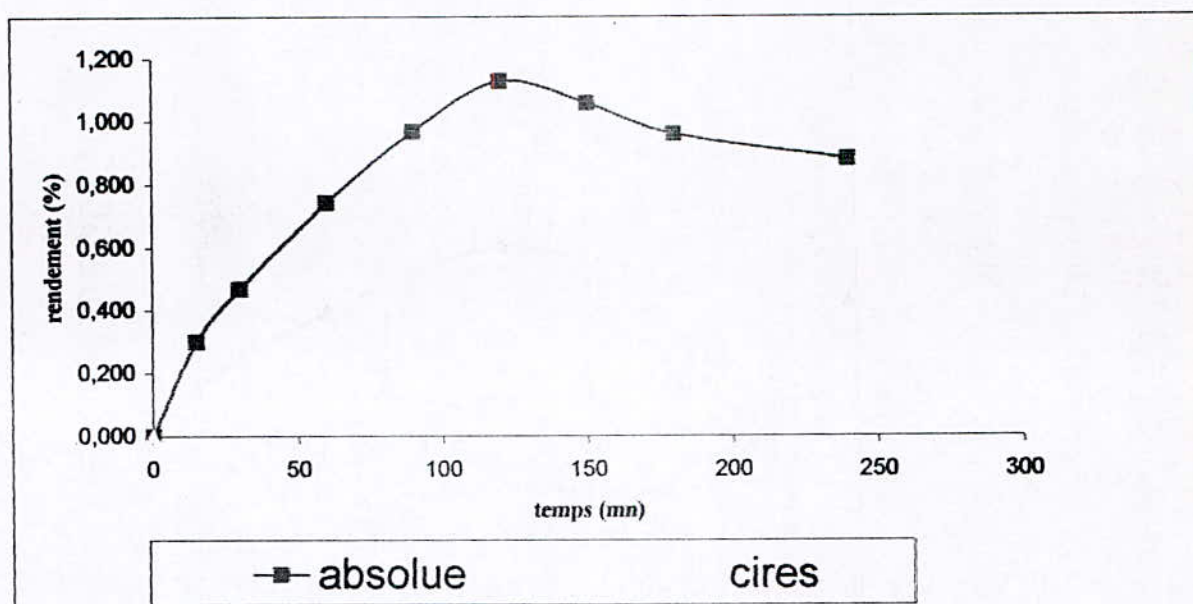


Figure n °11 : variation des deux cinétiques (l'absolue et la cire) en fonction du temps pour le pistachier

II.1.4.3 La cinétique de l'absolue et de la cire de l'arbousier

Les résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau n °7 : variation du rendement de la cire et l'absolue en fonction du temps pour l'arbousier

Le temps (mn)	La masse de la l'absolue (g)	La masse de cire (g)	R de la l'absolue (%)	R de cire (%)
0	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.396	0.100	1.980	0.500
30	0.593	0.172	2.965	0.860
60	0.863	0.247	4.313	1.234
90	0.984	0.282	4.921	1.412
120	1.076	0.340	5.380	1.700
150	0.990	0.306	4.950	1.532
180	0.876	0.269	4.380	1.343
240	0.745	0.231	3.727	1.153

Et la représentation graphique est donnée sur la figure n °12

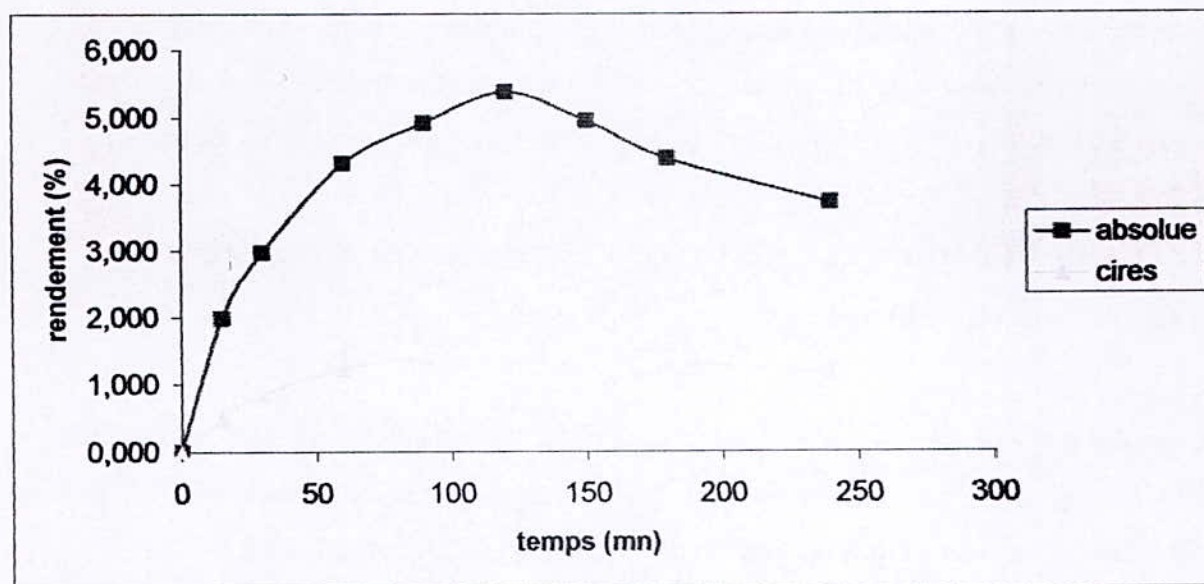


Figure n °12: variation des deux cinétiques (l'absolue et la cire) en fonction de temps de l'arbousier

Conclusion

Nous remarquons que les allures sont comparables et le maximum constaté aussi bien pour les extrait globaux, les cinétiques des cires et des absolues situé à 2h, donc ce phénomène n'est pas liée à une famille des produits.

Pour montrer l'influence du protocole expérimental sur l'allure de la courbe traduisant l'évolution du rendement ou de la concentration en extrait en fonction du temps nous nous somme proposé de suivre cette évolution sans arrêter le processus par des petits prélèvements de la phase liquide et ce pour ne pas perturber le système.

Dans cette série d'expérience nous avons choisi comme plante l'olivier sauvage car c'est l'espèce qui a montré la grande perte du rendement après 2h.

II.2. deuxième méthode (avec prélèvement)

Cette méthode consiste à faire dans les mêmes conditions opératoires l'extraction et de faire des prélèvements du milieu (2 ml) à différents temps et après évaporation libre du solvant suivre l'évolution de la quantité extraite en fonction du temps.

II.2.1. Etude de l'influence de la durée d'extraction sur le rendement en extrait de l'olivier sauvage

Les conditions opératoires sont : une masse de 20g (feuille), un hydromodule $H = 0.00125\text{m}^3/\text{kg}$, une température de 21°C, et une vitesse d'agitation suffisante pour négliger la couche limite. Nous faisons des prélèvements de 2ml toutes les 1/2 h.

Nous faisons le même essai 2 fois.

Les résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau n° 8

Tableau n° 8 : variation du rendement en extrait de l'olivier sauvage en fonction du temps (par prélèvements)

Temps (mn)	Essai (1) Cl (mg/ml)	Essai (2) Cl (mg/ml)
0	0.000	0.000
60	3,350	3,300
90	3,200	2,900
105	3,500	4,550
120	4,050	2,950
135	3,400	3,300
150	3,550	3,450
180	3,500	4.000
210	3,500	4,100
240	3,850	3,940
310	3,900	3,960

La représentation graphique est donnée sur la figure n°13

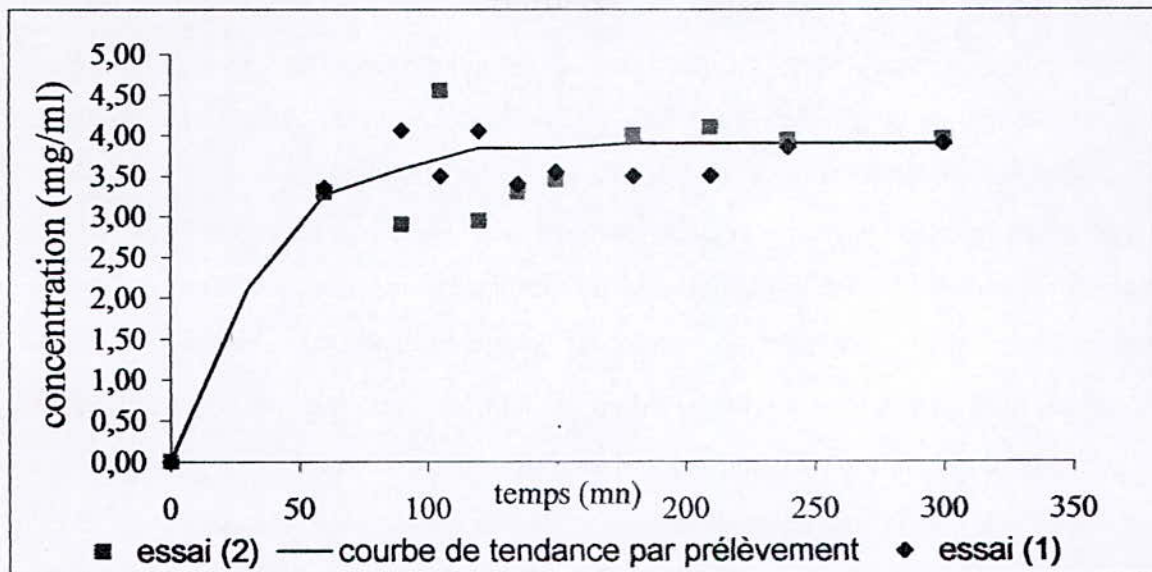


Figure n° 13: variation du rendement en extrait de l'olivier sauvage en fonction du temps (par prélèvement)

Remarques

Avec cette manière d'opérer nous observons une allure croissante tout au long de la durée d'extraction et l'apparition d'un palier à partir de 2 heures de traitement.

Il est à noter que l'apparition du palier correspond dans cette seconde série d'essai au maximum (aux erreurs d'expérience près) obtenus dans la première série d'essai la seule différence entre les deux protocoles opératoires réside dans le fait que la solution est constamment agitée lors du suivi de l'évolution de la concentration en phase liquide par prélèvement séquentiel (2^{ème} série d'expériences).

Ce résultat nous laisse penser qu'il existerait un processus de dépôt d'une partie de l'extrait accompagnant l'extraction ce qui pourrait expliquer la diminution du rendement dans la 1^{ère} série d'essais.

L'apparition du maximum serait à notre avis due à deux cinétiques compétitives en sens opposé l'une contribuant à l'augmentation de la concentration du soluté en phase liquide (extraction) et l'autre consommant une quantité de l'extrait par éventuellement une déposition. Pour la branche croissante de la courbe, la vitesse d'extraction est supérieure à la vitesse de déposition et l'inverse pour la branche descendante.

Pour vérifier ces hypothèses nous allons mener une troisième série d'expériences.

II.3. 3^{ème} série d'expériences

A fin de vérifier les hypothèses émises quant à la compétition des deux phénomènes extraction et déposition intervenant dans le procédé étudié nous avons mis au point un protocole opératoire qui devrait faire la part de chacun de ces phénomènes.

Ainsi nous avons opéré de la même manière que pour la 1^{ère} série d'essais, après filtration la phase liquide est séparée en deux échantillons en volumes égaux, un échantillon est passé à l'évaporateur rotatif qui nous permet d'atteindre de la concentration du soluté dans la phase liquide (tableau n °9), pour le second échantillon est laissé à l'état statique (sans agitation), des prélèvements séquentiels d'un faible volume de solution (1ml) ont été effectués en fonction du temps. La variation de la concentration de phase liquide est notée dans le tableau n °10

II.3 Mode opératoire

Les conditions opératoires sont : une température de 21°C, un hydromodule $H=0.0025\text{m}^3/\text{kg}$ et une vitesse d'agitation suffisante pour négliger la couche limite. Après l'arrêt de l'extraction nous divisons le volume de la solution obtenue soluté + solvant en deux volumes égaux :

Un volume est soumis à l'évaporation et l'autre on laisse pour prendre des prélèvements chaque ½ heures jusqu'à 3h pour suivre l'évolution de la concentration de la solution après séparation de la masse végétale en fonction de temps.

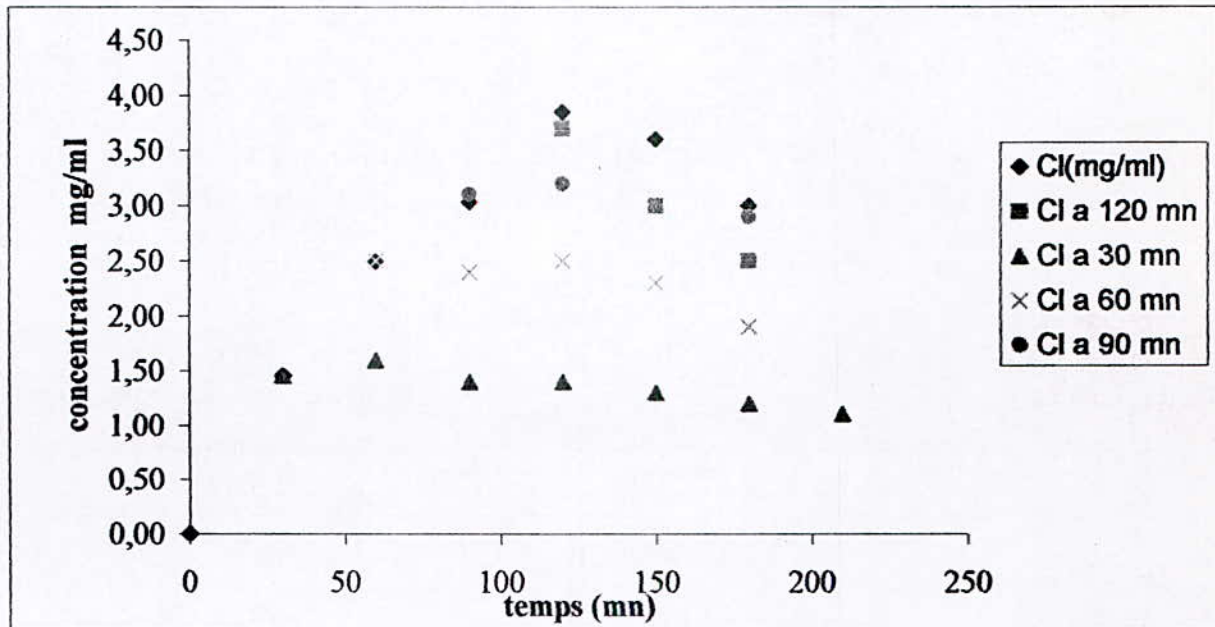
Tableau n° 9: variation de la concentration de l'extrait en fonction du temps (olivier sauvage)

Le temps (mn)	M extraite (g/250ml)	La concentration (mg/ml)
0	0,000	0,000
30	0,175	1,458
60	0,300	2,496
90	0,364	3,033
120	0,462	3,850
150	0,432	3,601
180	0,360	3,000

Tableau n °10 : variation de la concentration de la solution après séparation de la masse végétale en fonction du temps (olivier sauvage)

La durée d'extraction Les temps (mn) De prélèvements (mn)	30	60	90	120
0	1,460	2,500	3,100	3,700
30	1,600	2,400	3,200	3,000
60	1,400	2,500	3,000	2,500
90	1,400	2,300	2,900	
120	1,300	1,900		
150	1,200			
180	1,100			

Les résultats expérimentaux sont représentés graphiquement sur la figure n °14



Figure° n 14 : variation de la concentration de l'extrait récupérée après l'avoir séparé du végétal en fonction du temps pour l'olivier sauvage ($h=0.0025m^3/kg$)

Pour comprendre cette évolution nous allons tracer C/C_0 en fonction du temps dont les valeurs sont données dans le tableau n °11 et représenté sur la figure 15

Tableau n °11 : les valeurs de la concentration réduite après séparation du végétale en fonction du temps pour l'olivier sauvage

La durée d'extraction Les temps (mn) De prélèvements (mn)	30	60	90	120
30	1.000	1.000	1.000	1.000
60	1.096	0.960	1.032	0.810
90	0.960	1.000	0.967	0.675
120	0.959	0.920	0.935	
150	0.890	0.760		
180	0.822			

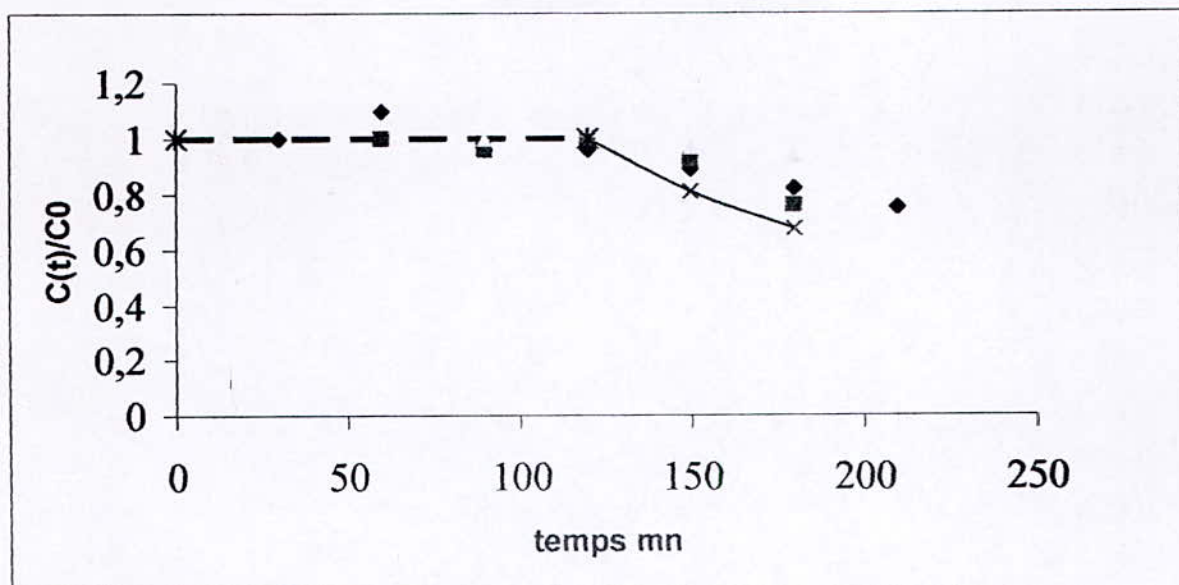


Figure n °15 : courbe de variation de la concentration de solution après séparation du végétale pour l'olivier sauvage ($h=0.0025\text{m}^3/\text{kg}$)

Il ressort de la courbe, aux erreurs d'expériences près nous pouvons dire qu'avant 2 h, durée d'apparition du maximum la concentration dans la phase liquide varie très peu (figures 14.15), mais à partir de 2 h cette variation est appréciable et est fonction du C_0 (fig. 15).

Sur la base de ces constatation nous avons simulé la diminution lors de l'étude effectués avec un hydromodule $h= 0.00125\text{m}^3/\text{kg}$ pour la comparer avec les résultats expérimentaux obtenus dans la première série d'expériences (II.2.1)

Pour vérifier l'existence des deux phénomènes, nous avons simulé la cinétique d'extraction par soustraction à partir de la courbe obtenue par des prélèvements séquentiels (2ème série) et les quantités de soluté déposés en fonction du temps, ces quantités sont calculées par une simple règle de trois. (figure n °16)

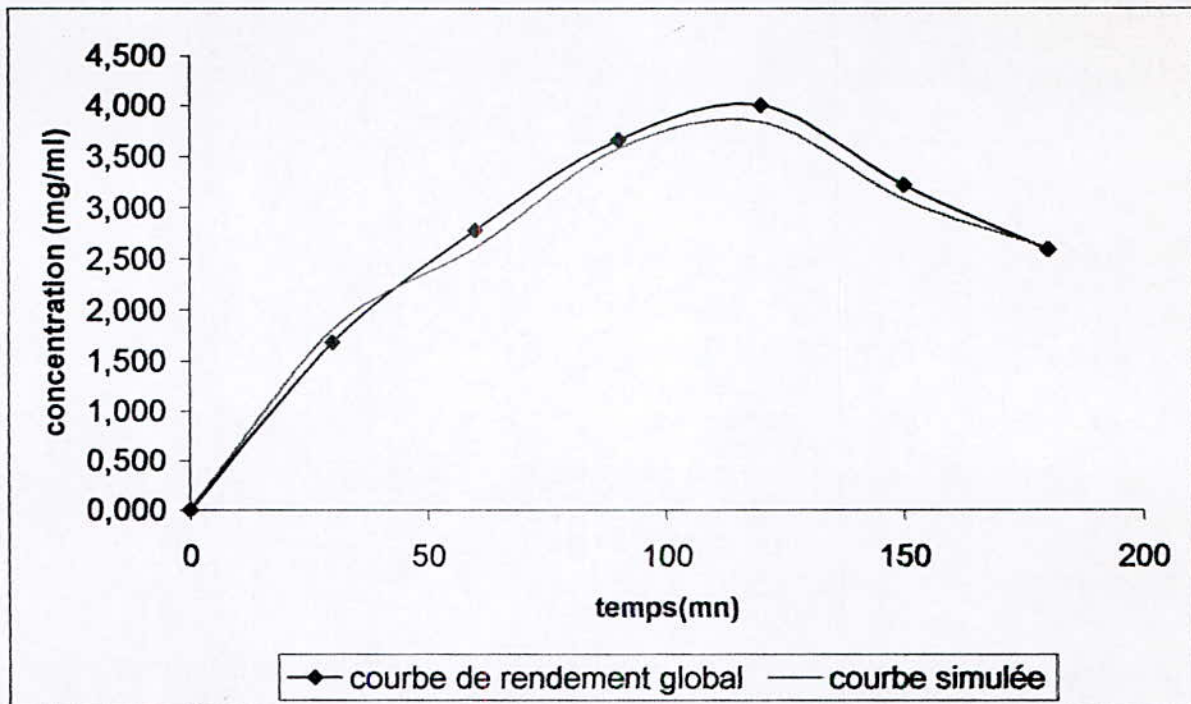


Figure n °16 : courbe de comparaison entre la courbe simulé et la cinétique globale de l'olivier sauvage

Aux erreurs d'expérience près nous avons simulé la cinétique d'extraction présentant un maximum, nous constatons que la courbe simulée recouvre assez bien les points expérimentaux, cependant pour expliquer les écarts observés nous avons tenté d'évaluer les pertes lors de l'extraction en effectuant un bilan de matière à 2 h et 3h comme le montre le tableau n° 12

Tableau n °12 : bilan de matière

Le temps (mn)		2h	3h
les pertes (g)			
l'extracteur (g)		0,018	0,054
Barreau (g)		0,010	0,018
Les en concentration (mg/ml)		0.110	0.280

D'après ce tableau, les quantités retrouvées sur l'extracteur et le barreau magnétique recouvrent en partie les écarts entre courbe simulée et courbe expérimentale.

Conclusion

Conclusion :

L'étude cinétique menée sur l'extraction des substances végétales a montré que :

Le phénomène constaté (la diminution du rendement) n'est pas spécifique pour une espèce mais pour toutes les espèces, et aussi n'est pas lié à une famille de produits.

L'apparition du palier obtenu dans la seconde série d'expériences réside dans le fait que la solution est constamment agitée lors du suivi de l'évolution de la concentration du soluté en phase liquide (par prélèvement).

l'apparition de maximum est due à deux cinétiques compétitives en sens opposé , l'une contribuant l'augmentation de la concentration du soluté en phase liquide et l'autre consommant une quantité de l'extrait par éventuellement une déposition .

Donc la déposition explique une grande partie de la diminution du rendement après 2h de traitement et l'autre partie est due à l'adsorption sur l'extracteur et la surface du végétale.

Pour conclure, dans les procédés d'extractions par solvants volatils des espèces végétales étudiées , il faut fixer la durée d'extraction à 2h.

bibliographie

bibliographie

- [1] : NAZLI NACER BEY (2003) :Thèse de Magister : « Etude des huiles essentielles (essences végétales) de quelques plants algériennes : caractérisation chimique et valorisation agronomique » à L' I.N.A .alger
- [2] : NACER BEY N., (1997): Contribution cartographique des groupements végétaux de la forêt domaniale de Baïnem (Cas de la série Nord) au 1/10.000. Thèse PFE. Agro. I.N.A. Alger .
- [3] : EMBERGER L., (1960) : Traité de botanique systématique III (fascicule I. Les végétaux vasculaires). Ed. Masson et Cie Paris .
- [4] : OZENDA P., (1975): Les étages de végétation dans les montagnes du bassin méditerranéen. Cartogr. Ecol ; XVI. Univ. Grenoble.
- [5] : AHRIZ N. & AIT-BENAMARA H., (1993): Contribution à la cartographie -des sols de la forêt de Baïnem. Thèse de PFE. I.N.A., Alger
- [6] : SOMON E., (1987): Arbres arbuste et arbrisseaux en Algérie. Ed. Office des Publications Universitaires Alger. .
- [7] : BONNIER G., (1934): Flore complète illustrées en couleurs de France, Suisse et Belgique. Ed. J-lebégus et Cie-E Orhac-Delachaux et Niestlé Ed. Tome second .
- [8] : ANONYME, (1964): Le bon jardinier, Tome 1. Ed. La maison rustique.
- [9] : CHADEFAUT & EMBERGER L. (1960):Les végétaux vasculaires, Traité de botanique systématique. Tome I. Ed Masson et Cie .paris
- [10] : QUEZEL P. & SANTA S., (1963): Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome II. Ed. CNRS (Paris. 7^{ème}).
- [11] : LEDANT J.P., (1976) : Principaux groupements végétaux forestiers spontanés d'Algérie. I.N.A. Alger.
- [12] : GZUSSEN H. & VERNET A., (1958): Carte internationale du tapis végétal au 1/106. Notice de la feuille de Tunis - Bull. Serv.
- [13] : UNESCO FAO, (1970)
- [14] : G I RREL., (1980) : Connaître et reconnaître les plantes médicinales, Ed. Ouest France.

- [15] : PARIS R.R. & MOYSE H., (1965): Précis de Matière médicale. Tome 1. Ed. Masson et Cie .paris
- [16] : HARZIG J. & ELIAS K., (1999): L'olivier, Ed. Centre Technique Interprofessionnel des fruits et légumes. Alger
- [17] : PAGNOL J., (1979) : L'olivier, 3^e édition Aubanel.
- [18] : PARIS R.R. & MOYSE H., (1971): Précis de Matière médicale. Tome 1. Ed. Masson et Cie .paris
- [19] : PINKAS M.; BEZANGER L. & TORK B.M., (1986): Les plantes dans la thérapeutique moderne 2^e Ed. Maloine .paris
- [20] : BRONETON J., (1993): Pharmacoposie, phytochimie, plantes médicinales, 1^{ere} édition Lavoisier.
- [21] : RABATE E & ROLET A., (1920): Les plantes à parfums et les plantes aromatiques. Ed. J.B. Baillière & Fils.
- [22] : TATU H., (1932) : Industrie moderne des parfums ; Ed. J.B. Baillière & Fils .
- [23] : VON-ROCHENBERG C., (1910) : Théorie der gewinning And trennung der atherishen ol durch destillation; selbot-verlag Von Shimm
- [24]: NAVES Y. R., (1974) : Technologie des parfums naturels, Ed Masson, Paris
- [25] : GE LUR., (1989) :Les techniques d'extraction par fluides supercritiques appliquée à l'industrie aromatique, industrie alimentaire et agricole ; Ed J. Baillière & Fils .
- [26]: M. PARIS , M ; AURABIELLE ; (1981)
- [27] : GUEORGIEV. E .(1988) : Technologie de la production des huiles essentielles. Ed. de l'industrie Sup.Plodiv., Bulgarie ;
- [28] : E .GUERGIEV - D . G KUTCHKOVA "RIVISTA ITALIANA" E.P.P.O.S- Mai (1978)
- [29] :S.LEMBERG,(1982): "PARFUMER and FLAVORIST"
- [30] :E.GUEORGUIEV-(1980): « TECHNOLOGIE DES PRODUITES AROMATIQUES» -Ed : ISTA POLDIV
- [31] : Technique De L'ingénieur: « EXTRACTION SOLIDE – LIQUIDE- ASPECTS THEORIQUES »
- [32] : Y.R NAVES (1974): « TECHNOLOGIE ET CHIMIE DES PARFUMS NATURELS » Ed MASSON ET CIE – PARIS
- [33] : CARREE P., (1953): Précis de technologie et de chimie industrielle. Tome 3, Ed. J. Baillière & fils.

- [34] : BERNARD T.; PERRINEAU F.; BRAVO R. & GASSET A. (1988): **Extraction des huiles essentielles « Chimie et Techniques »**. Information Chimie N° 298. Octobre.
- [35] :A.KARLESKID (1992) : “ MANUEL DES CORPS GRAS “- TOME I-
- [36] : J. LEWKOWITSCH (1906) : “ HUILES- GRAISSES ET CIRES “ – TOME I et II
– Ed : DUNOD et PINAT –
- [37] : R .E . Treybal. , (1988).Mass transfert operations, 3° ed
- [38] : R.H PERRY et C.H CHILTON (1984):**Chemical engineer's hand book 6 ° edition**,
Mc Graw- Hill book Company,
- [39] : O.M. Angélidis. (1968) : Revue oléagèneux. 8 et 9,
- [40] : O.M. Angélidis. (1968) : Revue oléagèneux., I I,
- [41] : J.CRANCK. (1975) :**The mathematics of diffusion.2 ° édition Clarendon Press**,
London,
- [42] : H.G SCHWARTZBERG et R.Y. CHAO (1982) : **Solute diffusivities in leaching process**. Food Technology, February,

Annexe

Détermination de taux d'humidité

pour ce faire, il faut se munir de l'appareil de DEAN et STARK, le réactif utilisé et le xylène (benzène ou toluène), Nous procédons de la manière suivante:

Dans un ballon de 500 ml, nous introduisons 20 a 30 grammes (+- 0.001g) de matière végétale. Nous versons ensuite 200 ml de xylène dans le ballon, que nous surmontons d'un réfrigérant muni d'un récipient gradué. Ensuite nous Portons à reflux (2 a 4 gouttes Par seconde); Jusqu'au moment ou le niveau d'eau reste constant et le solvant surnageant l'eau dans le récipient devient limpide, vers la fin du dosage, nous augmentons le chauffage afin de récupérer toutes les gouttes déposées sur les parois du réfrigérant; enfin, nous laissons refroidir, ensuite nous notons le volume d'eau dans le récipient.

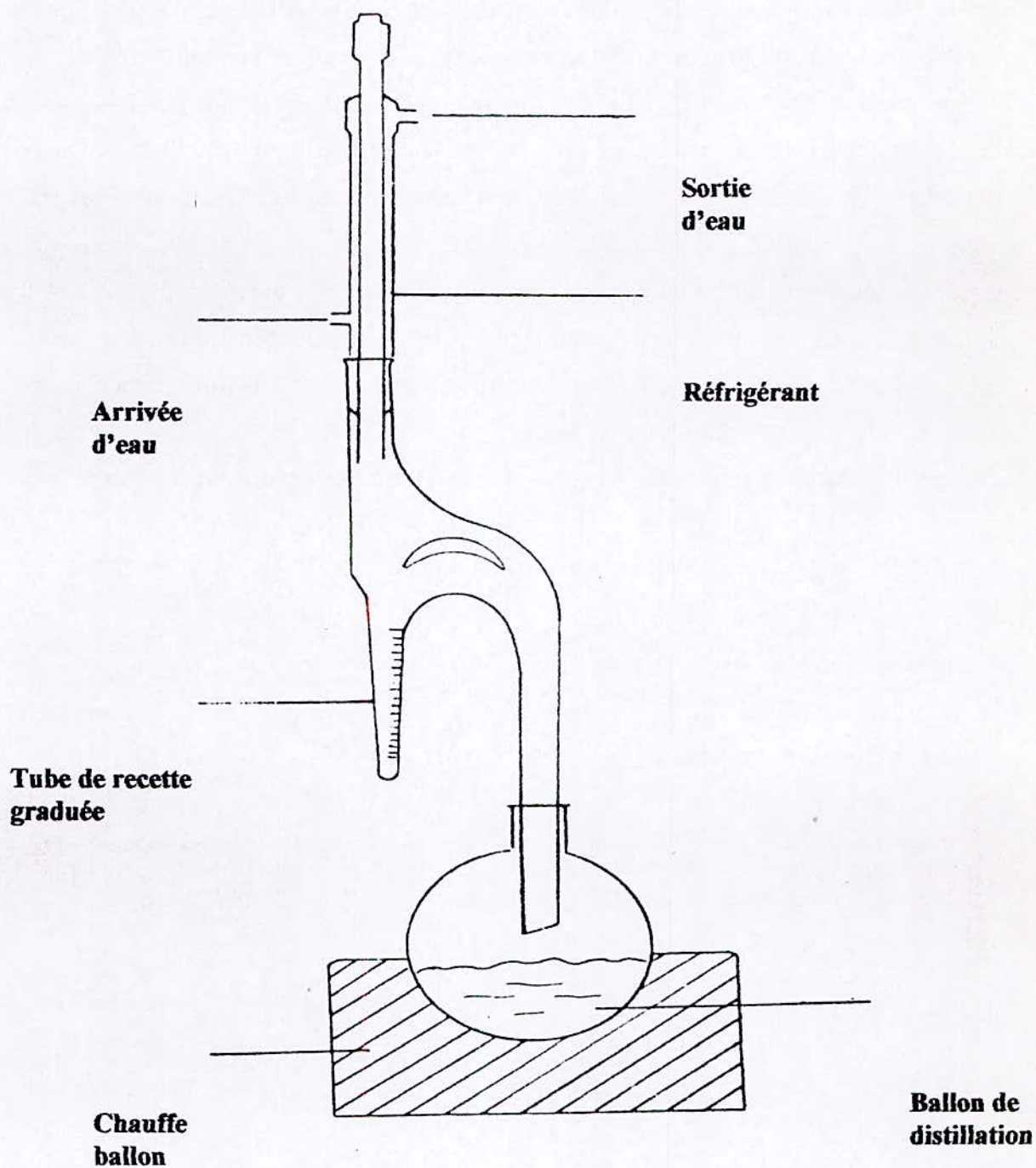
La teneur en eau dans la matière végétale est calculée par la formule suivante:

$$H = (V \cdot 0,998)100/G$$

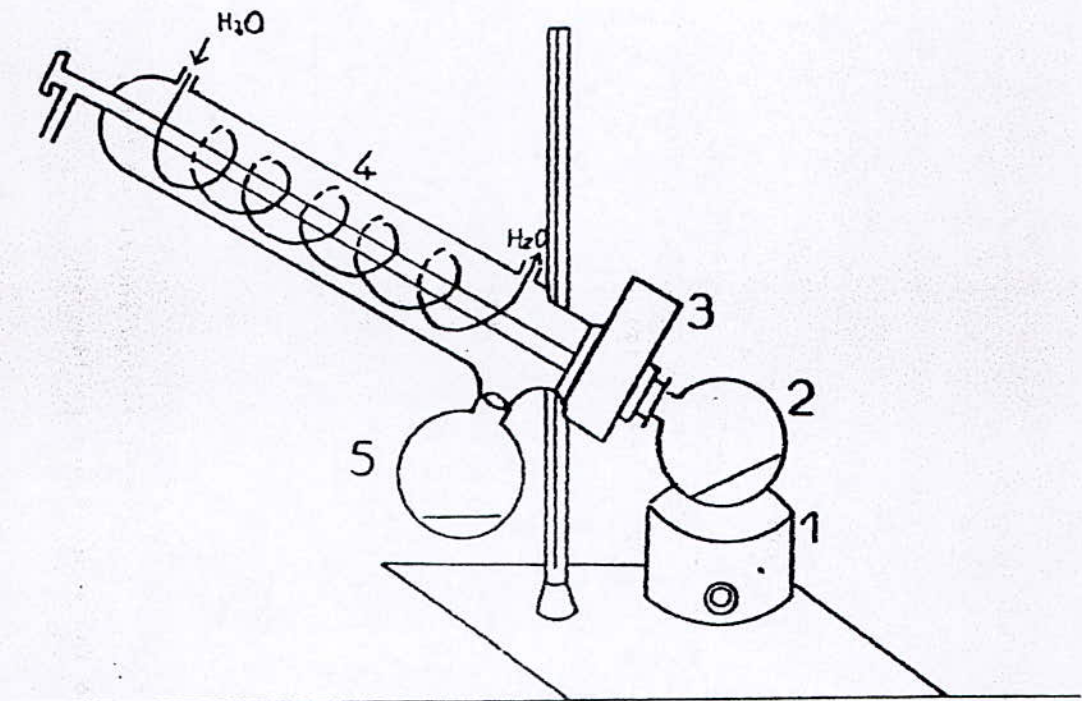
H: Teneur en eau (%)

v: Volume d'eau (ml)

G: Masse de la matière végétale (g)



« Appareil de DEAN et STARCK »



« Evaporateur Rotatif »

- 1 Bain D'huile**
- 2 Ballon de la charge**
- 3 Moteur**
- 4 Réfrigérant**
- 5 Ballon de recette**

Nature de solvant	Formule chimique	Densité d_4^{20}	Indice de réfraction n_d^{20}	Température D'ébullition en (°C)
n- hexane	C6H14	0.659	1.3750	68
Alcool éthylique	C2H6O	0.789	----	78.4