

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche  
Scientifique  
Ecole Nationale Polytechnique – Alger  
Département de Génie Chimique



**Projet master**

**Thème :**

Étude de transfert de matière lors de  
l'extraction des essences végétales

**Proposé et dirigé par :**

Pr. BENYOUSSEF E-H

**Étudié par :**

MALKI Imane

Soutenu le 19 Juin 2014 devant le jury composé de :

Pr. DERRICHE R. .... Président  
Pr. CHARCHARI S. .... Examineur  
Dr. MOHELLEBI F ..... Examineur  
Pr. BENYOUSSEF E-H..... Rapporteur

**Promotion 2014**

## Remerciements

*Tout d'abord, je remercie notre Dieu le tout puissant de m'avoir donné la force, la volonté et le courage afin d'accomplir cet humble travail.*

*Ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu voir le jour sans l'aide précieuse et l'encadrement de Monsieur **Benyoussef** a qui j'adresse un très grand merci pour la qualité de son encadrement exceptionnel, je lui témoigne toute ma gratitude et ma reconnaissance pour ses précieux conseils et diriges, pour sa patience, ses encouragements, sa rigueur, et, aussi de m'avoir poussé à sa manière d'aller jusqu'au bout de ce travail, Je le remercie également pour ses critiques parfois dures mais pertinentes lors de la relecture de mon manuscrit. Et même si cela n'a pas toujours été facile, Cela a été vraisemblablement fructueux et m'a permis de donner le meilleur de moi-même.*

*Je tiens également à remercier les membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de siéger à ma soutenance, tout particulièrement Madame **Derriche Ratiba** pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire, ainsi que Madame **Charchari Stoika** et Madame **Mohellebi Ferroudja** d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Je tiens aussi à remercier tous mes professeurs sans exception aucune, et plus particulièrement*

*Professeur **Chitour** pour toute leur générosité, de nous avoir transmis cette richesse inépuisable qu'est le savoir à mes camarades et moi, pour la qualité de leurs conseils, pour leurs soutiens permanents, pour leurs encouragements et pour toute la patience dont ils ont toujours su faire preuve.*

*Aussi je ne remercierai jamais assez toutes les personnes qui m'ont soutenue et précieusement aidée d'une manière ou d'une autre à mener à terme ce projet, je citerai Mr Fouad Maliki, Mme Amina Ghomri .... , Vlada Velikovic, Mme Wafa Mouro, Tonton Mounir, ainsi à ma copine Souhila et toute sa famille pour leurs gentillesse et leur soutien,*

*Sans oublier ma deuxième famille adorée de Blida, la famille Chamma je citerai Ammou Brahim, Tata fatiha, Hafsa, Ahmed, Abderezzak, Azzeddine, Saliha, Fewzi.*

*Enfin je remercie toutes mes chères copines de combat pour toute l'affection et le soutien que nous avons apporté les unes aux autres durant ces cinq années de labeur, pour tous les moments inoubliables que nous avons partagé ensemble et tous les souvenirs magiques que nous avons créés... Merci Wahiba, Soumeya, Samira, Nesrine, Yasmine, Hanane, Imene, Amina, Kawthar, Sabrina et Asma.*

## Dédicaces

*A mon exemple éternel, à celui qui manque atrocement à ma vie, celui que je n'ai connu que 10 années de mon existence, mais de qui j'ai tant appris, à celui que j'aurais souhaité la présence plus que jamais et qui aurait certainement été très fier de moi aujourd'hui...que dieu te garde dans son vaste paradis, toi l'homme de ma vie ...toi mon père.*

*A celle qui s'est toujours dévouée et sacrifiée pour moi, celle qui m'a aidée du mieux qu'elle pouvait pour réussir ; celle qui a toujours été là dans mes moments de détresse, ma très chère mère.*

*A mon cher grand père Jeddou Mohamed qui m'a élevée et protégée, à celui qui m'a inculqué les valeurs et les principes de la vie.*

*A mon adorable et si affectueuse grand-mère Mima Fatiha.*

*A mes frères Madjid, Elias, ma petit sœur Razeka, mes rayons de soleil, mes espoirs...  
À l'avenir*

*A mon meilleur ami adoré Azzeddine.*

*A toutes les personnes qui m'ont toujours aidée et encouragée, qui étaient toujours à mes côtés, et qui m'ont accompagnée durant mon chemin d'études,*

*A tous mes professeurs, à tous mes amis, à tous mes camarades avec qui j'ai partagé tant de moments mémorables...*

*Je dédie cet humble travail.*

**Imene**

## ملخص:

### دراسة نقل المادة اثناء استخراج الزيت النباتية

نعرض من خلال هذه الدراسات مختلف التعريفات، المواقع، الخصائص الفيزيائية والاثار البيولوجية للزيوت الأساسية، زيادة على ذلك قدمنا الطرق التقليدية والحديثة المستخدمة في استخراج الزيت الأساسية من النباتات. وفي الأخير قدمنا بصفة عامة عملية نقل المادة، وتقريبا كل الاعمال المتعلقة بحركية هذه الأخيرة.

**الكلمات الأساسية:** الزيوت الأساسية، النمذجة، نقل المادة، استخراج.

## Résumé :

### Étude de transfert de matière lors de l'extraction des essences végétale

Le présent ouvrage présente un travail sur une recherche bibliographique englobant les définitions, la localisation, les propriétés physicochimiques et les effets biologiques des huiles essentielles, ainsi que les techniques classiques et innovants permettant d'extraire ces huiles essentielles à partir des plantes.

Aussi nous avons présenté des généralités sur le transfert de matière, et quasiment tous les travaux relatifs à ce phénomène modélisant les cinétiques d'extraction des huiles essentielles.

**Mots clés** : huiles essentielles, modélisation, transfert de matière, extraction.

## Abstract:

### Study of mass transfer during the extraction of plant species

This work presents a bibliographic research including definitions, location, physicochemical properties and biological effects of essential oils and the traditional and innovative techniques to extract the essential oils from plants.

In addition, we presented the generalities mass transfer and nearly all the work on this phenomenon modeling the kinetics of extraction of essential oils.

**Keywords:** essential oils, modeling, mass transfer, extraction.

# sommaire

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Les procédés d'extraction.....</b>	<b>3</b>
I.1. Les huiles essentielles .....	4
I.1.1 Historique.....	4
I.1.2 Définition.....	4
I.1.3 Localisation des huiles essentielles dans la plante .....	5
I. 1.4 Composition chimiques des huiles essentielles .....	5
I.1.5 Propriétés physiques des huiles essentielles :.....	6
I.1.6 Effets biologiques des huiles essentielles :.....	6
I.2. Procédés d'extraction des huiles essentielles .....	7
I.2.1 La distillation à la vapeur et ses variantes.....	7
▪ I.2.1.1. L'hydrodistillation.....	7
▪ I.2.1.2. L'entraînement à la vapeur d'eau .....	8
▪ I.2.1.3 L'hydrodiffusion .....	9
I.2.2. D'autres procédés d'obtention des extraits végétaux : .....	10
▪ I.2.2.1.L'enfleurage et la macération à chaud.....	10
▪ I.2.2.2.Extraction par solvants volatils.....	10
▪ I.2.2.3 Extraction par fluides supercritiques.....	11
I.2.3 Innovations dans les techniques de distillation à la vapeur d'eau .....	12
▪ I.2.3.1 Extraction par micro-ondes .....	12
▪ Entraînement à l'air assisté par micro-ondes .....	9
▪ Hydrodistillation assistée par micro-ondes.....	9
▪ Hydrodiffusion assistée par micro-ondes.....	9

▪ Extraction sans solvant assistée par micro-ondes.....	9
▪ Entraînement à la vapeur assisté par micro-ondes.....	9
▪ I.2.3.2 La turbodistillation .....	16
▪ I.2.3.3. Procédés d'extraction et énergies renouvelables :.....	16
Conclusion .....	19
<b>Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles .....</b>	<b>20</b>
II.1. Transfert de matière : .....	<b>21</b>
II.1.2. Transfert de matière par diffusion moléculaire :.....	22
▪ Diffusion dans un cylindre.....	22
▪ Diffusion dans une sphère .....	22
▪ Diffusion à travers une plaque plane .....	23
II.2. Théorie de transfert de matière entre phases.....	<b>23</b>
II.3. Les modèles mathématiques :.....	<b>24</b>
II .3 .1 Les modèles à une constante de temps.....	24
▪ Cassel et Vargas.....	24
▪ Milojević et al.....	24
▪ Babu et al.....	26
II.3.2. Les modèles à plus d'une constante de temps.....	27
▪ Benyoussef et al .....	27
▪ Sovová et Aleksovski.....	29
▪ Benyoussef et al.....	29
Conclusion.....	40
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>41</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>42</b>

# Liste des figures

<b>Figure I-1</b> : Schéma du principe de l'hydrodistillation.....	8
<b>Figure I-2</b> : Schéma de principe de l'entraînement.....	9
<b>Figure I-3</b> : Schéma du principe de l'hydrodiffusion.....	9
<b>Figure I-4</b> : Extraction par enfleurage.....	10
<b>Figure I-5</b> : Schéma du système d'extraction par CO <sub>2</sub> sous critique.....	12
<b>Figure I-6</b> : Schéma de principe de l'hydrodistillation assistée par micro-ondes.....	13
<b>Figure I-7</b> : Hydrodiffusion assistée par micro-ondes et gravité.....	14
<b>Figure I-8</b> : Schéma de principe de l'entraînement à la vapeur assisté sous micro-ondes.....	15
<b>Figure I-9</b> : Schéma du système de distillation solaire.....	17
<b>Figure I-10</b> : Configuration de l'unité d'extraction.....	18
<b>Figure I-11</b> Unité d'extraction mobile en fonctionnement.....	19



# Liste des tableaux

<b>Tableau 1</b> : Etude de la cinétique des huiles essentielles extraites à partir des matières végétales par hydrodistillation .....	31
<b>Tableau 2</b> . Etude de la cinétique des huiles essentielles à partir de matières végétales par entraînement à la vapeur.....	36

# Abréviations et symboles

SFE : Extraction par fluides supercritiques ;

CAMD : Entraînement à l'air assisté par micro-ondes ;

MAHD : Hydrodistillation assistée par micro-ondes ;

MHG : Hydrodiffusion assistée par micro-ondes ;

SFME : Extraction sans solvant assistée par micro-ondes ;

MSD : Entraînement à la vapeur assisté par micro-ondes ;

$J_D^{\rightarrow}$  : La densité de flux de matière diffusif ;

$\Delta C$  : La force motrice du transfert (différence de concentrations) ;

$n^{\rightarrow}$  : Le vecteur unitaire normal à l'interface ;

K : Coefficient de transfert de matière ;

$R_P$  : Étant la concentration moyenne de l'huile essentielle dans les particules végétales à un temps t ;

x : La distance le long de la direction de diffusion,

$D_{\text{eff}}$  : Le coefficient de diffusion effectif ;

R : Le rendement en huile à un temps t ;

$R_{\infty}$  : Le rendement maximal en huile pouvant être obtenu ;

B : Constante ;

$V_C$  : La vitesse de libération du soluté ;

$k_c$  : La pseudo-constante de vitesse ;

g (t) : Désigne la masse relative de soluté dans la phase vapeur ;

P : Un coefficient de partage ;

$D_0$  : Le coefficient de diffusion à l'instant initial ;

$K_1$  et  $K_2$  : Constante cinétique (temps<sup>-1</sup>).

f : Fraction d'huile superficielle et facilement extractible.

t : Le temps.

# Introduction générale

Connue et appliquée bien avant d'avoir été étudiée, la thérapeutique par les plantes est sans doute, aussi ancienne que l'est la maladie, transmise en tous lieux de génération en génération.

Les plantes sont de véritables pharmacies naturelles que la nature a établie sur cette terre afin d'entretenir notre santé, prévenir nos maux, voir les guérir.

Jusqu'à nos jours, en dépit des progrès considérables de la chimie, de l'industrie pharmaceutique et de la médecine, les plantes médicinales n'ont rien perdu de leur importance. La pharmacie moderne continue à les utiliser comme matière première pour la préparation de certains médicaments.

Chaque huile contient sous forme concentrée la force vitale, la vibration et le champ énergétique de la plante dont elle est tirée.

Cependant, les huiles essentielles sont redevenues des vedettes en matière thérapeutique car les incidents provoqués par des médicaments chimiques sont de plus en plus fréquents, d'autre part, de nombreux malades sont mieux traités par des substances naturelles dont les plantes et leurs essences.

Ainsi, dans le domaine de l'extraction des produits naturels et particulièrement des huiles essentielles, la distillation reste la méthode d'extraction la plus utilisée. Cette méthode traditionnelle, éprouvée et peu coûteuse, est consommatrice d'énergie et d'eau. Afin de permettre le maintien et le développement économique de cette filière, des progrès substantiels ont été accomplis pour améliorer les techniques d'extraction ; optimisation des procédés existants, récupération de l'énergie libérée au cours du procédé, assistance aux procédés existants et innovation de procédé.

En effet, la recherche a permis le développement de technologies performantes, économiques, propres et durables telles que celles utilisant les fluides supercritiques, les micro-ondes, le solaire et la biomasse.

Dans ce contexte, nous nous proposons, dans un premier chapitre, de donner un aperçu sur les différents procédés d'obtention des extraits végétaux en général, et des huiles essentielles en particulier.

Dans le deuxième, et le dernier chapitre, nous avons présenté des généralités sur le transfert de matière et quelques travaux, relatifs à ce phénomène et ayant pour objet la modélisation des cinétiques d'extraction des huiles essentielle.

# Chapitre I :

## Les procédés d'extraction

Depuis des siècles, les huiles essentielles comme d'autres extraits, grâce à leurs vertus thérapeutiques et aromatiques, ont occupé une place importante dans la vie quotidienne de l'homme, qui n'a cessé de développer des techniques permettant de les récupérer à partir des plantes afin de pouvoir les utiliser pour son hygiène, sa nourriture, et sa santé.

# Chapitre I : Les procédés d'extraction

---

## I.1. Les huiles essentielles :

### I.1.1 Historique :

L'extraction des huiles essentielles date de l'antiquité. La connaissance de leurs propriétés thérapeutiques remonte à la civilisation chinoise et égyptienne.

Ces substances étaient utilisées à des fins religieuses, médicales ou alimentaires dans l'Egypte ancienne. [1]

Au début du XVIème siècle, Paracelse, médecin suisse considéré comme le père de la pharmaco-chimie étudia l'extraction de « l'âme » des végétaux sous forme de « quintessence » (ou cinquième essence) à laquelle le nom « d'esprit » a été donné. Puis, on lui attribua le nom « d'essence » et finalement « d'huile essentielle » [1].

Au fil des siècles, l'extraction et l'usage des principes odorants des plantes se sont développés, notamment par les civilisations arabes et égyptiennes, qui leurs attribuent avant tout un usage religieux puis deviennent progressivement des remèdes courants des médecines traditionnelles. [2]

Aujourd'hui encore nous assistons à un regain d'intérêt à l'utilisation des huiles essentielles. Leur popularité s'est accrue d'une façon considérable ces dernières années [3] et leurs actions naturelles et bénéfiques sont à nouveau mises en valeur.

### I.1.2 Définition :

Malgré l'usage courant de ce terme « huile essentielle » il est très difficile de lui attribuer une seule définition, car ses domaines d'application sont divers que l'on ne peut avoir une seule définition qui englobe et qui reflète toutes ses caractéristiques.

Les huiles essentielles sont des produits du métabolisme secondaire qui permettent à la plante de se défendre face aux facteurs de stress biotique et abiotique. Les huiles essentielles sont considérées comme des signaux chimiques à travers lesquels la plante communique avec son environnement (plantes et autres organismes) [4].

Les huiles essentielles sont des substances chimiques volatiles, liquide à température ambiante. Elles sont très peu solubles dans l'eau et sont solubles dans les lipides et

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

---

dans les solvants organiques. Les huiles essentielles sont extraites de diverses parties des végétaux (fleurs, feuilles, écorces, bois, racines, rhizomes, fruits ou graines) [4].

L'association française de normalisation AFNOR définit l'huile essentielle 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 physique » [5].

Selon la Pharmacopée Européenne, une huile essentielle est un « produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition » [6].

La teneur des plantes en huiles essentielles est faible ; elle est de l'ordre de 1 à 3 % à l'exception du clou de Girofle (14 à 19 %), du Macis (10 à 13 %), de la noix de muscade (8 à 9 %) et de la Cardamone (4 à 10 %)

### **I.1.3 Localisation des huiles essentielles dans la plante :**

Les huiles essentielles sont synthétisées dans le cytoplasme des cellules végétales spécialisées. Elles s'accumulent en général dans des structures glandulaires variables suivant les familles botaniques. Elles sont localisées en surface sous la cuticule pour une sécrétion exogène ou en profondeur dans les tissus parenchymateux pour une sécrétion endogène [7].

### **I. 1.4 Composition chimiques des huiles essentielles :**

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes pouvant contenir plus de 300 composés différents [2].

Elles sont des mélanges complexes de molécules organiques volatiles [8]. Elles appartiennent à deux groupes de produits caractérisés par des origines biogénétiques distinctes ; le groupe des terpénoïdes et le groupe aromatique et aliphatique (alcane, alcènes, alcénols, phénols, etc.) [9].

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

---

Les terpènes constituent une famille de composés largement répandus dans le règne végétal [10,11]. Leur structure est composée d'unité isoprénique à 5 atomes de carbone

(méthyl-2-butadiène). Ils sont classés par le nombre de chaînons isopréniques qui les composent [10]. On distingue les monoterpènes (C<sub>10</sub>), les sesquiterpènes (C<sub>15</sub>), les diterpènes (C<sub>20</sub>). Les composés terpénoïdes peuvent être des hydrocarbures de formule brute (C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>)<sub>n</sub> ou bien des composés diversement fonctionnalisés tels que des alcools, cétones, phénols, acides, aldéhydes, éthers, esters. Les huiles essentielles sont constituées en majorité de monoterpènes [10,12].

### I.1.5 Propriétés physiques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont généralement liquides à température ordinaire. Elles sont incolores ou jaune pâle, volatiles, odorantes et inflammables. Leur densité est le plus souvent inférieure à 1 (sauf les huiles essentielles de cannelle, de girofle et de saffras qui ont densité supérieure à celle de l'eau).elles ont un indice de réfraction qui varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés ; une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé, cependant une teneur élevé en dérivés oxygénés produira l'effet inverse.

Elles sont peu solubles dans l'eau, solubles dans les alcools et dans la plus part des solvants organiques [13].

### I.1.6 Effets biologiques des huiles essentielles :

Les huiles essentielles possèdent de nombreuses propriétés thérapeutiques et ont des effets biologiques sur les cellules de l'organisme [7,14] :

- Effets antiseptiques, anti-infectieux, antivirales, voire antibiotiques,
- Effets sur les réponses inflammatoire et immunologique (anti-inflammatoires, antihistaminiques),
- Effets sur l'activité neurologique (analgésiques, calmants, anxiolytique, sédatifs, insomnies, antispasmodiques,...),
- Effets sur l'activité digestive (diurétiques stimulant l'excrétion urinaire, laxatif stimulant le péristaltisme, bloquants de l'absorption des nutriments,...).
- Effets sur le système cardiovasculaire (antihypertenseurs, vasopresseurs,...).



## Chapitre I : Les procédés d'extraction

---

---

- Effets sur le métabolisme (antipyrétiques).
- Effets autres : antifongiques, photosensibilisation...

### I.2. Procédés d'extraction des huiles essentielles :

**I.2.1 La distillation à la vapeur et ses variantes :** Connue depuis la plus haute Antiquité, transmise par les Arabes et perfectionnée par les Grassois, la distillation à la vapeur est à la base des méthodes couramment utilisées pour l'extraction des huiles essentielles [15]. L'hydrodistillation et ses variantes reposent sur le même principe : entraînement des constituants volatils du matériel végétal par la vapeur d'eau. La différence entre ces procédés réside dans le degré de contact entre l'eau liquide et le matériel végétal [16].

#### I.2.1.1. L'hydrodistillation :

Le procédé d'hydrodistillation consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition généralement à pression atmosphérique (Figure I-1). La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales. La vapeur, chargée de l'essence de la matière première distillée, se condense dans le serpentín de l'alambic avant d'être récupérée dans un essencier.

Les parties insolubles dans l'eau de condensation sont décantées et, en raison de sa plus faible densité, l'huile essentielle se place au-dessus de la phase aqueuse [17].

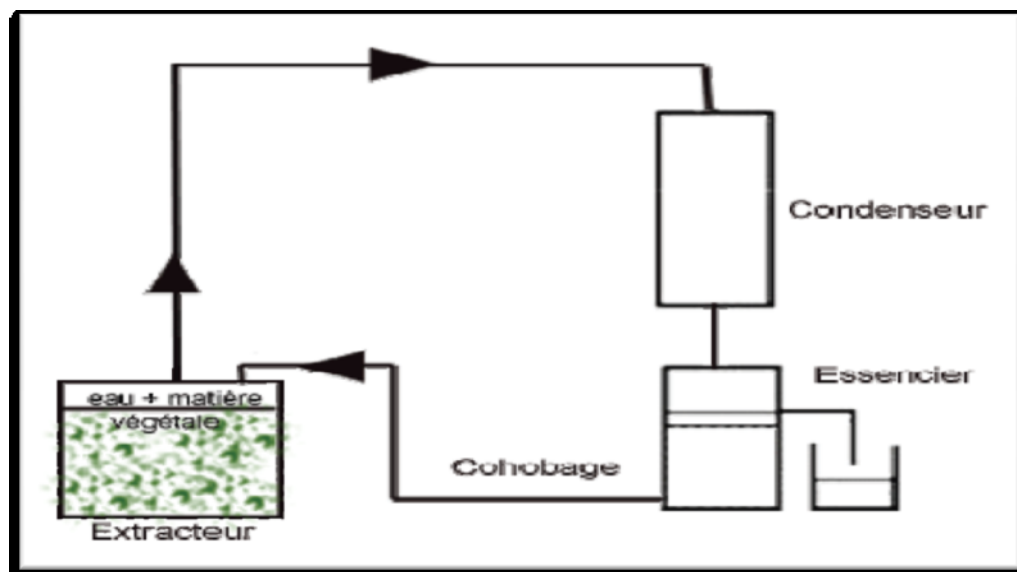


Figure I-1 : Schéma du principe de l'hydrodistillation.

### I.2.1.2. L'entraînement à la vapeur d'eau :

L'entraînement à la vapeur constitue la technique la plus utilisée et la plus aisée à mettre en œuvre pour la production d'huiles essentielles. Dans cette technique la matière végétale à traiter n'est pas en contact direct avec l'eau. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille (Figure I-2).

Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, certaines cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange «eau + huile essentielle». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [17].

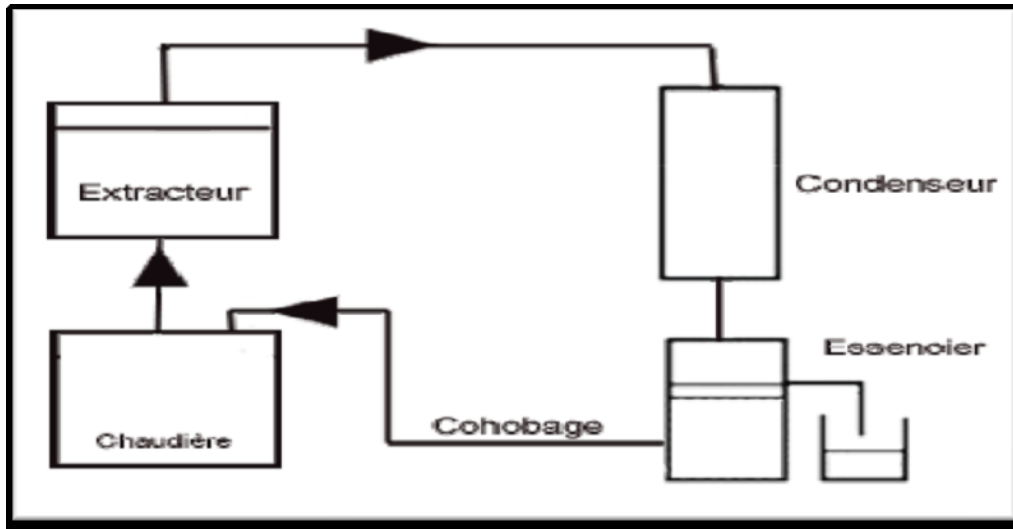


Figure I-2 : Schéma de principe de l'entraînement

### I.2.1.3 L'hydrodiffusion :

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur. Le principe de l'extraction est basé sur l'action descendante d'un flux de vapeur qui traverse le végétal (figure I-3). L'hydrodiffusion présente l'avantage de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion permet la réduction de la durée de la distillation et par conséquent, une économie d'énergie par rapport à la technique précédente où le courant de vapeur est ascendant [16].

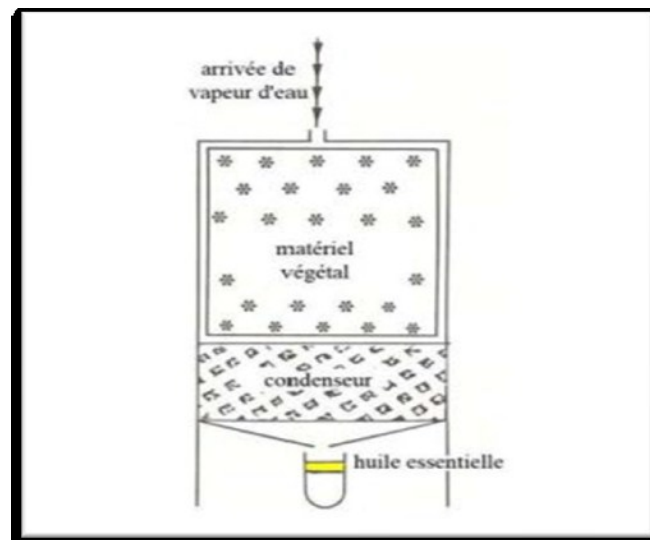


Figure I-3 : Schéma du principe de l'hydrodiffusion [16]

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

---

### I.2.2. D'autres procédés d'obtention des extraits végétaux :

#### I.2.2.1. L'enfleurage et la macération à chaud [18] :

Le principe de l'enfleurage est simple, certaines fleurs (par exemple tubéreuse et de jasmin) poursuivent les activités physiologiques de développement et dégagent leurs parfum, même après la cueillette, les graisses possédant un pouvoir d'absorption élevé, lorsqu'elles sont mises en contact avec ces fleurs odorantes, absorbent facilement l'odeur émise.

Dans la macération à chaud, utilisé pour les fleurs dont les activités physiologiques sont perdues rapidement après leur récolte comme lys de la vallée, le temps de l'extraction est réduit par l'immersion de pétales dans la matière grasse chauffée à 45 °C -60 ° C pendant 1 à 2 h, en fonction de l'espèce végétale.



Figure I-4 : Extraction par enfleurage [19].

#### I.2.2.2. Extraction par solvants volatils :

Cette méthode est la plus utilisée pour l'extraction de matrices présentant peu de composés lipidiques. L'extrait est obtenu en mélangeant et en agitant un échantillon solide ou liquide avec un solvant, cette opération est suivie de la séparation et de la récupération du solvant [19].

Le choix du solvant est très important ; il est fonction de la matrice et des composés à extraire. Il faut tenir compte de la polarité des composés, de leurs températures d'ébullition, et de la miscibilité avec les autres solvants. [19]

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

---

Les solvants les plus utilisés sont : le pentane, l'éther diéthylique, l'hexane, l'acétone et l'éthanol [19].

### I.2.2.3 Extraction par fluides supercritiques :

L'état supercritique d'un composé organique pur est atteint lorsque celui-ci est placé dans des conditions de pression et de température supérieures aux valeurs de ses points critiques. Au-delà de ces valeurs le fluide est dit supercritique et possède des propriétés à la fois proche d'un gaz et d'un liquide qui vont être intéressantes pour l'extraction de molécules à partir de matière végétale. En effet, un fluide supercritique possède un coefficient de diffusion plus élevé et une viscosité plus faible qu'un liquide ce qui réduit les tensions de surface et permet un meilleur transfert de masse et donc une meilleure cinétique et efficacité d'extraction [20, 21]. De plus, l'extraction peut être hautement sélective car il est possible de moduler le pouvoir solvant du fluide supercritique en modifiant les valeurs de pression et/ou de température. La SFE est principalement utilisé avec le CO<sub>2</sub> supercritique, car celui-ci est peu coûteux (sous-produit de l'industrie), non-inflammable, largement présent dans l'atmosphère, facile à éliminer et nécessite des conditions critiques faciles à atteindre (T = 31.1°C, P = 73.8 bar). Ainsi les principaux avantages de la SFE sont l'obtention d'un échantillon concentré et son pouvoir solvant. Pendant le processus d'extraction, le fluide est pompé de manière continue à travers l'échantillon, et libère ainsi les composés d'intérêt qui sont récupérés sous forme concentrés après une étape de dé-pressurisation qui élimine le CO<sub>2</sub> sous forme gazeuse. Cependant, en plus du coût de l'appareillage, l'un des désavantages majeurs de l'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique est l'hydrophobicité de ce composé qui limite l'extraction à des molécules apolaires et qui nécessite l'ajout de co-solvants comme le méthanol ou l'éthanol pour permettre l'extraction de molécules plus polaires [22,23].

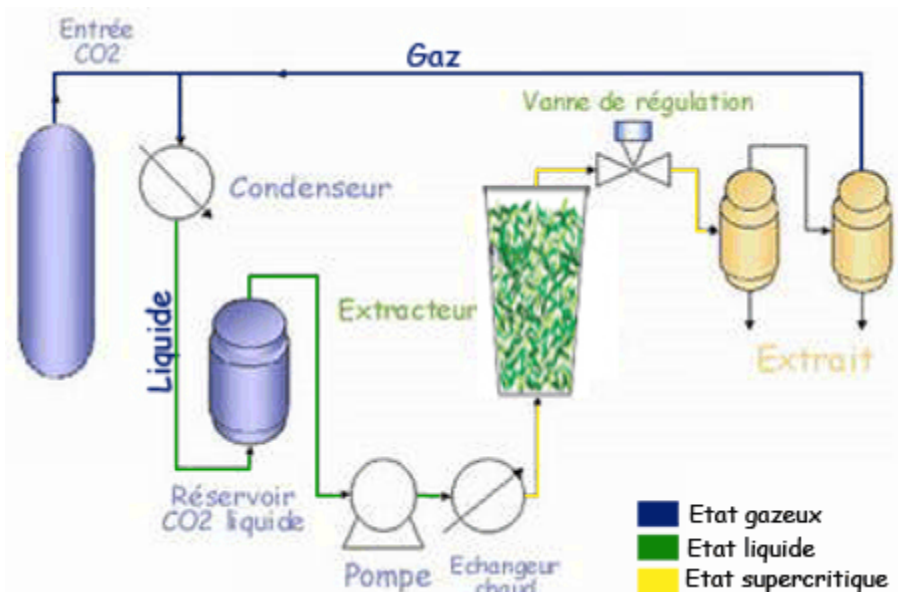


Figure I-5 : Schéma du système d'extraction par CO<sub>2</sub> sous critique [24].

### I.2.3 Innovations dans les techniques de distillation à la vapeur d'eau :

Depuis quelques années, on assiste à l'émergence de technologies innovantes dans les procédés d'extraction. Leur originalité réside dans la nature des énergies apportées au milieu d'extraction et le gain de temps dans la durée de l'extraction. Parmi ces nouvelles méthodes d'extraction, on peut citer :

#### I.2.3.1 Extraction par micro-ondes :

L'extraction par micro-ondes regroupe plusieurs procédés. Ils découlent des différents procédés d'extraction classiques (hydrodistillation et entraînement à la vapeur) mais dont la source de chauffage est remplacée par les micro-ondes [25-27].

- **Entraînement à l'air assisté par micro-ondes «Compressed Air Microwave Distillation CAMD »** proposé en 1989 par Craveiro *et al*, comme la première technique d'extraction des huiles essentielles sous chauffage micro-ondes [27]. Cette technique repose sur le principe de l'entraînement à la vapeur et utilise de l'air comprimé à la place de la vapeur pour extraire des huiles essentielles. Elle consiste à injecter en continu de l'air comprimé dans le réacteur d'extraction où la matrice végétale est immergée dans de l'eau et chauffée sous micro-ondes. La vapeur d'eau saturée en molécules volatiles est ensuite entraînée vers un vase de récupération plongé dans un système de réfrigération et situé à l'extérieur du four à micro-ondes [28].

- **Hydrodistillation assistée par micro-ondes ou «MAHD : Microwave Assisted Hydrodistillation»**

Ce procédé, basé entièrement sur le principe de l'hydrodistillation classique, consiste à placer l'extracteur dans le four à micro-ondes. Le matériel végétal est donc placé en présence d'une quantité d'eau suffisante dans un réacteur disposé dans l'enceinte du four à micro-ondes. Le système de réfrigération ainsi que la partie prévue pour la récupération des essences sont situés à l'extérieur du four [28,29] Les avantages cités sont la rapidité et la similitude de la composition de l'huile par rapport à une hydrodistillation classique.

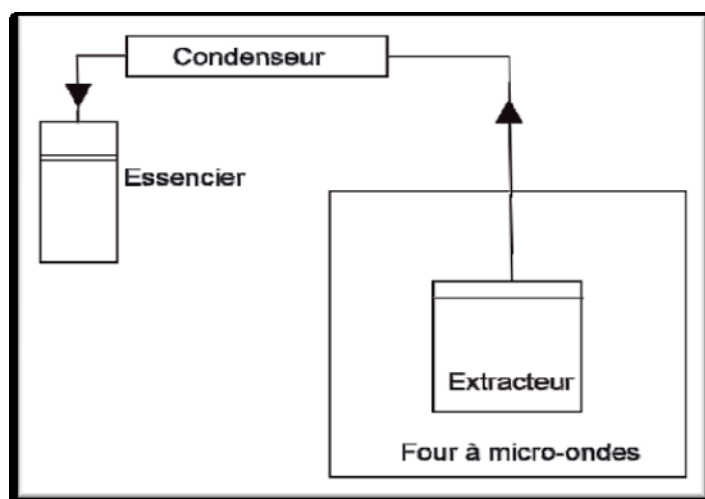


Figure I-6 : Schéma de principe de l'hydrodistillation assistée par micro-ondes [28].

- **Hydrodiffusion assistée par micro-ondes « Microwave Hydrodiffusion (MHG) »**

L'hydrodiffusion assistée par micro-ondes a été brevetée par Chemat *et coll.* en 2008 [30, 31]. Ce procédé a été conçu pour l'extraction des huiles essentielles de différentes matrices végétales par hydrodiffusion via un rayonnement micro-onde sous pression atmosphérique.

Cette technique consiste à placer le matériel végétal dans un réacteur à l'intérieur du four à micro-ondes, sans ajouter ni eau ni solvant organique.

Les micro-ondes provoquent un échauffement de l'eau contenue dans la matière végétale ce qui permet la destruction des cellules contenant l'huile essentielle. Les

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

huiles essentielles ainsi que l'eau interne du matériel végétal sont libérées et transférées de l'intérieur de la plante vers l'extérieur. Il s'agit du phénomène d'hydrodiffusion.

Un système de refroidissement à l'extérieur du four micro-ondes permet la condensation du distillat. Le procédé MHG est avantageux par rapport aux autres méthodes conventionnelles, d'un point de vue quantitatif (des rendements identiques à ceux obtenus par hydrodistillation classique) et qualitatif (le MHG fournit des huiles essentielles de haute valeur). Le procédé MHG se caractérise aussi par un temps d'extraction réduit permettant ainsi une économie d'énergie.

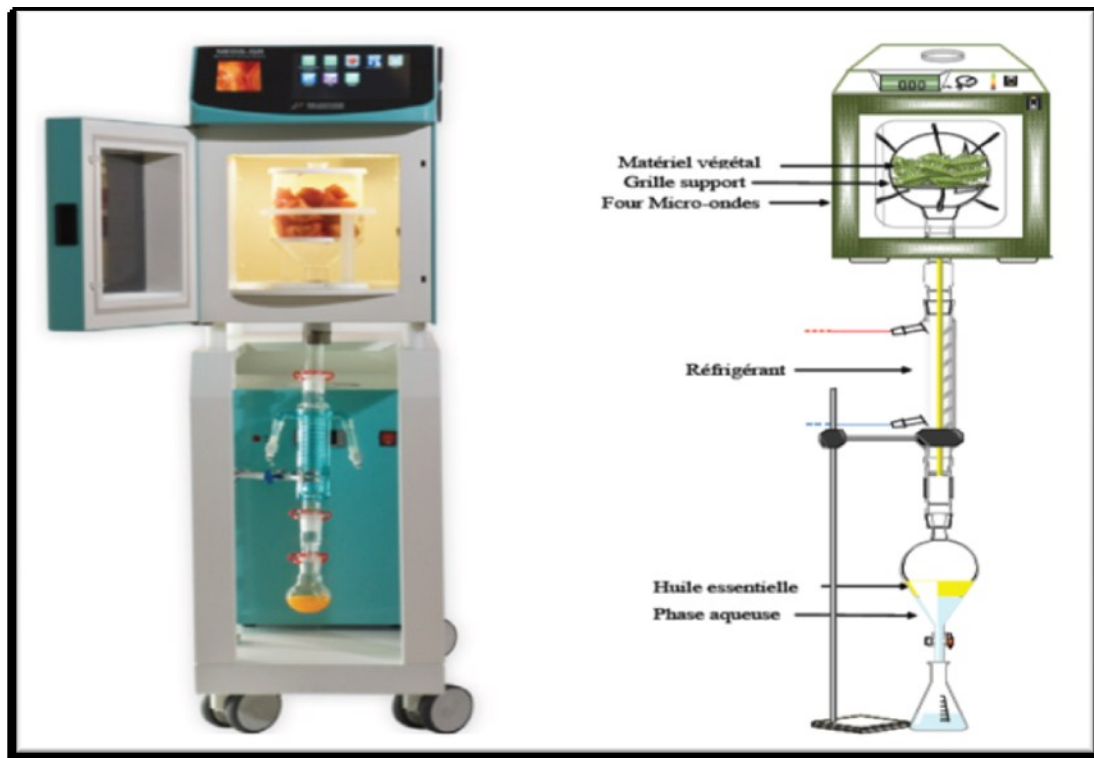


Figure I-7 : Hydrodiffusion assistée par micro-ondes [31].



## Chapitre I : Les procédés d'extraction

- **Extraction sans solvant assistée par micro-ondes « Solvent Free Microwave Extraction (SFME) »**

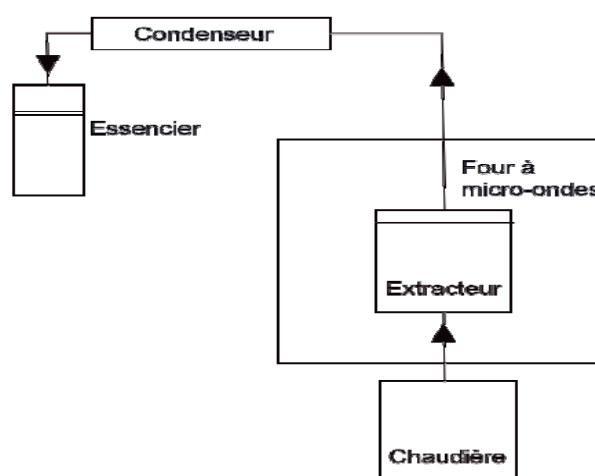
Cette technique a été proposée par Wang *et al.* en 2006 [32]. La méthode réside en l'utilisation d'un montage d'extraction sans solvant assistée par micro-ondes dans lequel une poudre de fer de carbonyle CIP (Carbonyl iron powders) est ajoutée et mélangée avec des matières végétales sèches dans le fond du réacteur.

Les particules sphériques de fer de carbonyle (CIP) sont capables d'absorber une partie de l'énergie micro-onde émise et de la restituer au milieu sous forme de chaleur.

Ainsi, le matériel végétal peut être chauffé par simple conduction sans apport d'énergie auxiliaire.

L'avantage de cette méthode est qu'elle permet d'accélérer le temps d'extraction par rapport aux autres méthodes telles que le SFME et le MAHD.

- **Entraînement à la vapeur assisté par micro-ondes « Microwave Steam Distillation (MSD) »**
- L'entraînement à la vapeur assisté par micro-ondes (MSD) a été développée par Sahraoui *et al.* en 2008 [33]. Le procédé repose sur le principe de l'entraînement à la vapeur classique dans lequel une irradiation micro-ondes est exercée uniquement sur le réacteur d'extraction. Le système de réfrigération ainsi que l'essencier pour la récupération d'huiles essentielles sont placés à l'extérieur du four micro-ondes.



**Figure I-8 :** Schéma de principe de l'entraînement à la vapeur assisté sous micro-ondes [33].

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

---

### I.2.3.2 La turbodistillation :

Cette technique a été développée en France par la Société DCF-AROMAPROCESS [34]. L'alambic est équipé d'une turbine qui permet d'une part, la dilacération du matériel végétal, d'autre part une agitation turbulente, d'où un meilleur coefficient de transfert (de chaleur et de matière), et une augmentation de la surface de vaporisation.

### I.2.3.3. Procédés d'extraction et énergies renouvelables :

Il existe peu de travaux sur l'utilisation des énergies renouvelables dans les procédés d'extraction des huiles essentielles. A notre connaissance, les seuls travaux qui existent et qui sont à l'échelle expérimentale, sont ceux de Munir *et al* (2009) de l'université de Kassel en Allemagne [35-37] et les travaux de Romero *et al* (2007) de l'université de Catamarca en Argentine [38,39].

A l'université de Kassel, le dispositif d'extraction des huiles essentielles mis en place utilise l'énergie solaire en tant que source de chaleur et l'énergie de la biomasse comme énergie d'appoint durant les périodes non ensoleillées. Le dispositif (figure II-8) est constitué d'un concentrateur solaire Scheffler composé d'un réflecteur primaire, d'un réflecteur secondaire, et d'un dispositif de surveillance photovoltaïque. Les différents essais d'extraction ont été réalisés sur plusieurs espèces. Les résultats obtenus concordaient avec ceux obtenus au laboratoire en utilisant un système d'extraction conventionnel à l'énergie électrique.

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

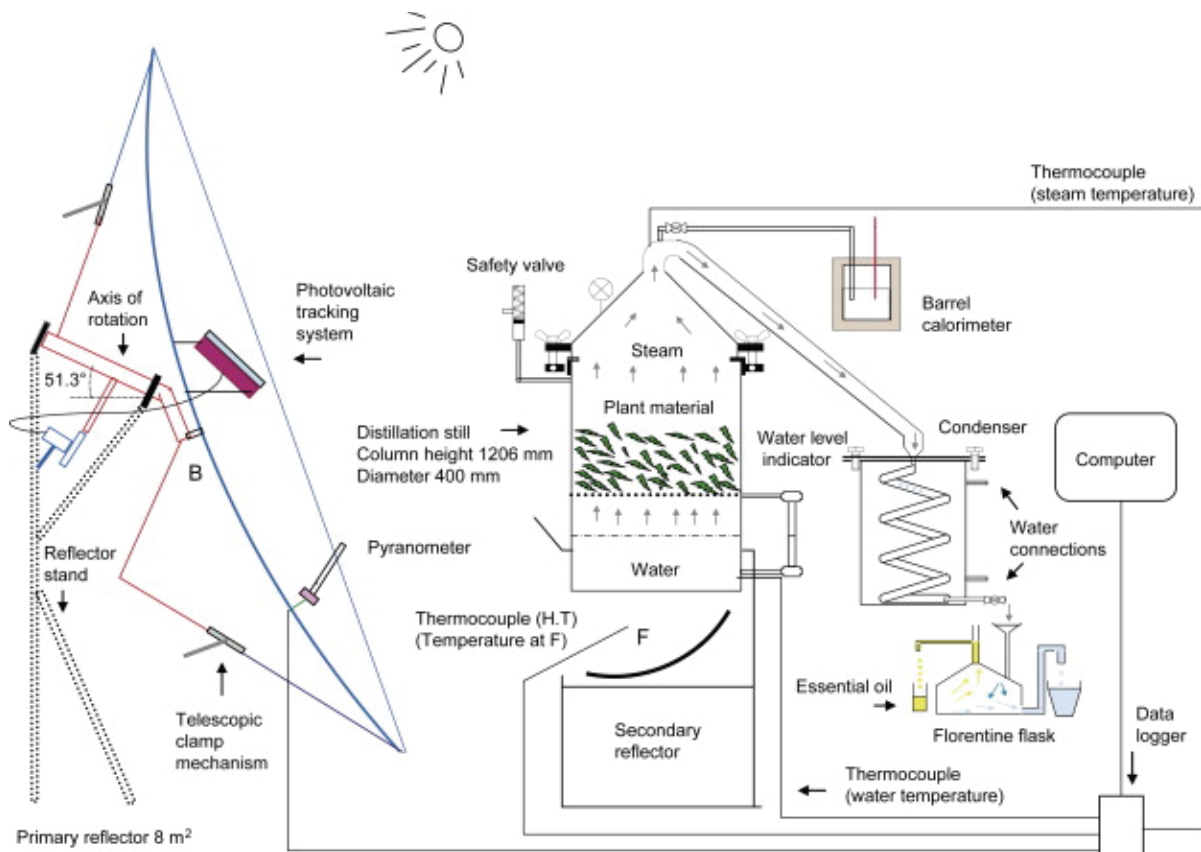


Figure I-9 : Schéma du système de distillation solaire [35]

**Benyoussef et al** [40, 41, 42] ont imaginé un procédé d'extraction de l'huile essentielle s'inscrivant dans le cadre d'un développement durable respectueux de l'environnement. L'idée est d'utiliser matière végétale après extraction comme source de chaleur pour la production de vapeur. Quant à la condensation de la vapeur contenant l'huile essentielle ; celle-ci est assurée par un condenseur. Afin de répondre à cet objectif, un brûleur de biomasse a été conçu et son efficacité a été évaluée et comparée à un système de chauffage électrique. D'après les premiers essais, il a été constaté que la combustion de la biomasse pouvait fournir l'énergie pour produire la vapeur nécessaire pour le procédé d'extraction. Le rendement et la composition de l'huile essentielle sont comparables à ceux obtenus par une méthode classique utilisant un système de chauffage électrique et un condenseur utilisant l'eau comme fluide caloporteur. Ces auteurs ont envisagé une projection industrielle innovante de ces résultats qui consiste en l'intégration des énergies renouvelables dans les unités mobiles existantes. Effectivement, les déchets solides générés par la matière végétale après extraction subissent une combustion pour produire la vapeur alors que la

## Chapitre I : Les procédés d'extraction

condensation de la vapeur contenant l'huile essentielle, sortant de l'extracteur, peut être assurée par un aérocondensateur dont les ventilateurs sont alimentés par de l'énergie solaire photovoltaïque.

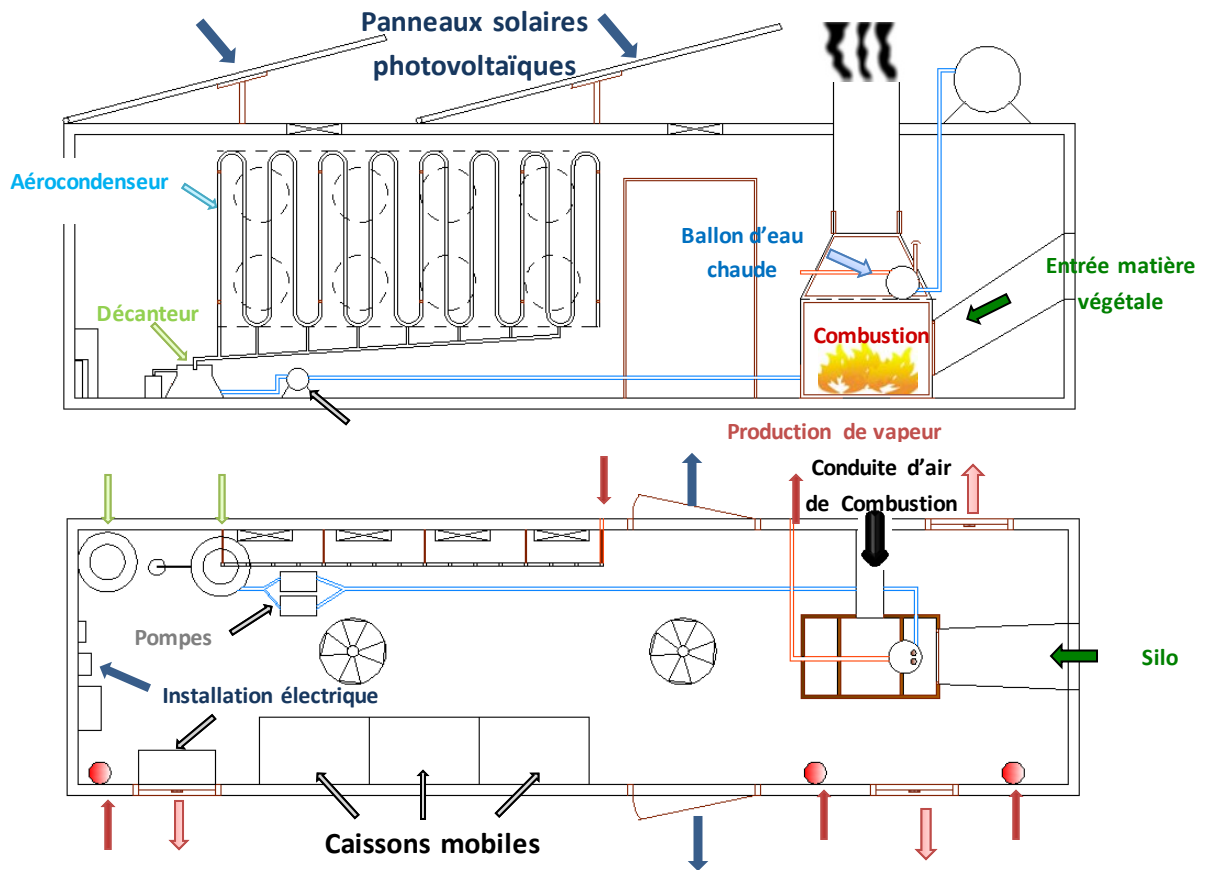
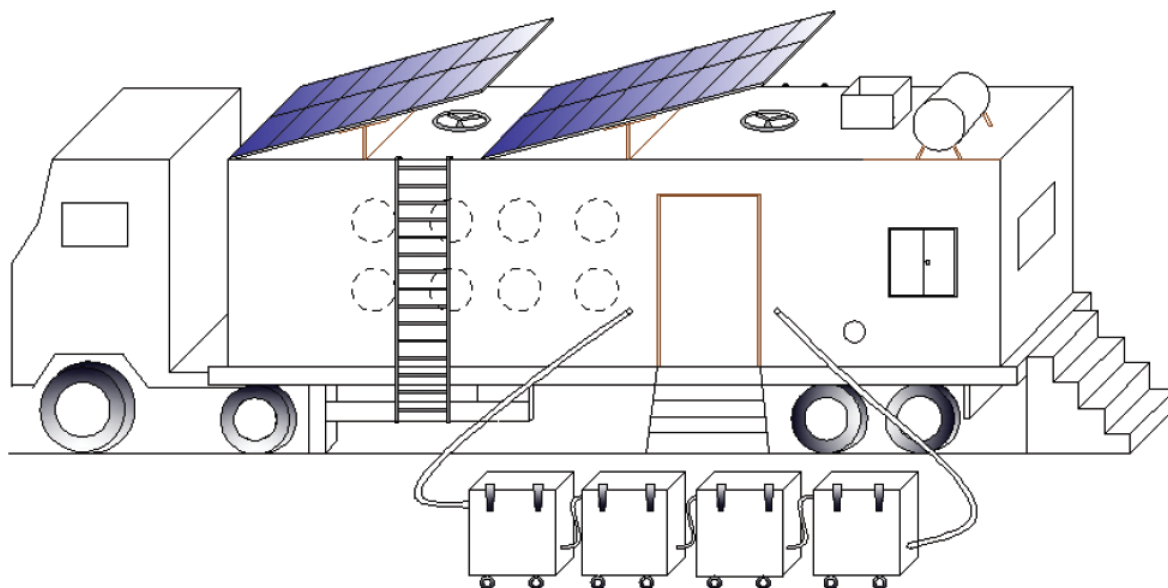


Figure I-10 : Configuration de l'unité d'extraction [42].



**Figure I-11** Unité d'extraction mobile en fonctionnement [42].

### **Conclusion :**

Les huiles essentielles sont de nature très complexe vu qu'elles comportent énormément de constituants, de propriétés physiques différentes, ce qui rend complexe leur processus de transfert entre phases lors de leur extraction. De ce fait les chercheurs tentent toujours d'améliorer ou de développer de nouvelles procédures d'extraction qui conduira au meilleur rendement avec la moindre consommation d'énergie.

# Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

La modélisation est l'approche mathématique qui permet de décrire le fonctionnement d'un système simple ou complexe par l'établissement d'un modèle théorique à paramètres significatifs.

L'établissement d'un modèle mathématique pour l'extraction des huiles essentielles doit prendre en charge plusieurs aspects, étant donné la complexité de la structure du solide végétal (porosité interne, dimensions du solide et localisation de l'huile essentielle) d'une part, et de la composition de l'huile essentielle contenant différentes familles chimiques de produit d'autre part.

Un modèle théorique doit satisfaire les conditions suivantes :

- Permettre de procéder à l'optimisation et au contrôle du fonctionnement du système même à l'échelle industrielle.
- Vérifier une bonne convergence
- Prendre en considération plusieurs paramètres.
- Être basé sur un minimum d'approximation
- Doit être rigoureux

Pendant les dernières décennies, plusieurs auteurs se sont intéressés à la modélisation du transfert de matière entre phases en adoptant différentes approches.

### II.1. Transfert de matière :

Le transport de matière est régi par deux processus : le transport par diffusion et le transport convectif (induit par l'écoulement d'un fluide). En considérant que la densité de flux de matière diffusif  $\vec{J}_D$  peut être représentée par la loi de Fick (équation II.1), l'équation de transport de matière s'écrit selon l'équation II.2.

$$\vec{J}_D = -D\nabla C \quad (\text{II.1})$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} + \nabla \cdot (\vec{u}C) - D\nabla^2 C = 0 \quad (\text{II.2})$$

La prédiction du transfert de matière à une interface repose sur l'estimation du laplacien de la concentration  $\nabla^2 C$ . Dans une même phase, les concentrations à l'interface, à proximité de l'interface et au sein de la phase (loin de l'interface) sont généralement différentes.

L'estimation de  $\nabla^2 C$  nécessite donc la connaissance du profil de concentration au sein des deux phases. Cependant, la détermination de ce profil près des interfaces est complexe car il dépend notamment de l'hydrodynamique du système.

Afin de simplifier la résolution de l'équation de transport pour le transfert d'un soluté entre deux phases, de nombreux modèles ont été proposés pour l'estimation du terme diffusif en ayant recours à la notion de coefficient de transfert de matière  $k$  [43, 44 et 45].

Ces modèles diffèrent notamment dans l'expression de ce coefficient. Ce paramètre est fondamental puisqu'il intervient dans la modélisation du flux en soluté transféré d'une phase à l'autre comme le montre l'équation II.3, où  $\Delta C$  représente la force motrice du transfert (différence de concentrations), et  $\vec{n}$  le vecteur unitaire normal à l'interface. La valeur du coefficient de transfert dépend de l'expression de la force motrice.

$$\vec{J}_D = -K\Delta C * \vec{n} \quad (\text{II.3})$$

### II.1.2. Transfert de matière par diffusion moléculaire :

La loi de Fick [43] permet d'analyser la diffusion moléculaire dans un solide au cours du temps.

#### ▪ Diffusion dans un cylindre [45] :

On considère un élément de volume cylindrique de dimensions  $dr ; rd\theta ; dz$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{1}{r} \left\{ \frac{\partial}{\partial r} \left( rD \frac{\partial C}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial \theta} \left( \frac{D}{r} \frac{\partial C}{\partial \theta} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( rD \frac{\partial C}{\partial \theta} \right) \right\} \quad (\text{II.4})$$

Et la solution de cette équation Dans le cas d'une diffusion unidirectionnelle :

Considérons un long cylindre de rayon "a", dont la concentration surfacique est constante ( $C_0$ ), et la distribution initiale est représentée par la fonction  $f(r)$ , ou la diffusion se fait selon le sens radial seulement :

$$C = C_0, \quad r = a, \quad t \geq 0$$

$$C = f(r), \quad 0 < r < a, \quad t = 0$$

L'équation décrivant l'évolution de la concentration est de la forme suivante :

$$C = C_0 \left\{ 1 - \frac{2}{a} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{a_n} \frac{J_0(r a_n)}{J_1(a a_n)} \exp(-D a_n^2 t) \right\} + \frac{2}{a^2} \sum_{n=1}^{\infty} \exp(-D a_n^2 t) \frac{J_0(r a_n)}{J_1^2(a a_n)} \int r f(r) J_0(r a_n) dr \quad (\text{II.5})$$

#### ▪ Diffusion dans une sphère [46] :

On considère un élément de volume sphérique de dimensions  $dr ; rd\theta ; r \sin\theta D\phi$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{1}{r^2} \left\{ \frac{\partial}{\partial r} \left( D r^2 \frac{\partial C}{\partial t} \right) + \frac{1}{\sin\theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left( D \sin\theta \frac{\partial C}{\partial \theta} \right) + \frac{D}{\sin^2\theta} \frac{\partial^2}{\partial \phi^2} \right\} \quad (\text{II.6})$$

Et la solution de cette équation Dans le cas d'une diffusion unidirectionnelle.

- La sphère est initialement à une concentration uniforme :  $C_1$ , et sa surface est maintenue à  $C_0$

$$\frac{C - C_1}{C_0 - C_1} = 1 + \frac{2a}{\pi r} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n} \sin \frac{n\pi r}{a} \exp(-D n^2 \pi^2 t / a^2). \quad (\text{II.7})$$



Au centre ( $r \rightarrow 0$ ) :

$$\frac{C - C_1}{C_0 - C_1} = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-Dn^2\pi^2t/a^2). \quad (\text{II.8})$$

▪ **Diffusion à travers une plaque plane [46] :**

Soit  $C$  la concentration de l'espèce diffusante  $j$ . En coordonnées rectangulaires  $C_i=f(x,y,z,t)$ . En absence de réaction chimique, l'équation de continuité s'écrit :

$$\frac{\partial C_j}{\partial t} = D_j \left( \frac{\partial^2 C_j}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C_j}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C_j}{\partial z^2} \right) \quad (\text{II.9})$$

Pour une plaque de longueur et de largeur très grandes par rapport l'épaisseur, le transfert du soluté ne se fait qu'à travers les faces de la plaque. La diffusion est unidirectionnelle selon l'axe des abscisses et le coefficient de diffusion est supposé constant, l'équation devient :

$$\frac{\partial C_j}{\partial t} = D_j \left( \frac{\partial^2 C_j}{\partial x^2} \right) \quad (\text{II.10})$$

Si la concentration initiale est uniforme ( $C_0$ ) dans la région intermédiaire, et les deux extrémités :  $x=0$  et  $x=l$ , sont maintenues à des concentrations constantes mais différentes  $C_1$  et  $C_2$  respectivement, la concentration évolue selon l'équation suivante

$$C = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{x}{l} + \frac{2}{n} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{C_2 \cos n\pi - C_1}{n} \sin \frac{n\pi x}{l} \exp\left(-\frac{Dn^2\pi^2 t}{l^2}\right) + \frac{4C_0}{n} \sum_{m=0}^{\infty} \frac{1}{2m+1} \sin \frac{(2m+1)\pi x}{l} \exp(-D(2m+1)^2\pi^2 t/l^2) \quad (\text{II.11})$$

**II.2. Théorie de transfert de matière entre phases [47].**

Plusieurs modèles ont été développés dans le but d'estimation de coefficient de transfert de matière les plus utilisés sont la théorie de double film élaboré par Lewis et Whitman en 1924 qui stipule que l'interface entre deux fluides est composée de deux films stagnants dans lesquels le transfert s'opère par pure diffusion. En 1935 Higbie développe une deuxième théorie dite de la pénétration qui elle-même a été améliorée par Danckwerts en 1951 par ce qu'il appela théorie du renouvellement de l'interface, lesquelles modélisent le transfert de matière comme un mouvement perpétuel d'éléments de fluide qui sont transportés par convection du sein de la

phase jusqu'à l'interface. On cite aussi un développement fructueux qui a été réalisé en combinant entre la théorie du film et le modèle du renouvellement de la surface dit Modèle de Torr et Marchello [47].

### II.3. Les modèles mathématiques :

Plusieurs modèles mathématiques ont été rapportés dans la littérature pour décrire l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation ou par entraînement à la vapeur, cependant il existe des modèles à une constante de temps et d'autres modèles de plus d'une constante de temps.

#### II .3 .1 Les modèles à une constante de temps :

Dans ce cas-là Certains auteurs supposent que les huiles essentielles sont réparties uniformément dans le substrat végétal et proposent ainsi des modèles de cinétique de premier ordre [48, 49, 50].

**Cassel et Vargas (2006)**, ont modélisé l'extraction de l'huile essentielle de *Cymbopogon winterianus* par entraînement à la vapeur, à l'aide d'un modèle diffusionnel

basé sur la loi de Fick [49]. Le modèle diffusionnel a été appliqué sur des données expérimentales obtenues au laboratoire et à l'échelle industrielle.

Ce modèle a également été utilisé pour simuler les données d'extraction des huiles essentielles du romarin, du basilic et de la lavande [51].

**Milojević et al (2008)**, ont proposé un modèle décrivant les cinétiques d'extraction de l'huile essentielle des baies de genévrier [48]. En absence de réaction chimique, le processus de transfert de matière peut être décrit par la seconde loi de Fick comme suit:

$$\frac{\partial R_P}{\partial t} = D_{eff} \frac{\partial^2 R_P}{\partial x^2} \quad (II.12)$$

Où

$R_P$  : étant la concentration moyenne de l'huile essentielle dans les particules végétales à un temps  $t$ ,

$x$  : la distance le long de la direction de diffusion,

$D_{eff}$  : Le coefficient de diffusion effectif.

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

---

Des hypothèses simplificatrices ont été émises pour permettre la résolution de l'équation (II.12).

- Les particules végétales sont isotropes, de même taille et forme et contiennent la même quantité d'huile essentielle initialement ;
- L'huile essentielle est considérée comme étant un pseudo composé ;
- Une partie de l'huile essentielle est localisée sur la surface externe des baies cassées et le reste est uniformément distribué dans les particules végétales ;
- Le coefficient de diffusion effectif est constant ;
- La concentration de l'huile essentielle présente sur la surface des baies est nulle en tout moment du processus de distillation à cause de son lavage instantané de la surface ;
- Absence de résistance au transfert de matière depuis les surfaces externes des particules végétales.

L'intégration de l'équation (II-12) en prenant en compte les conditions aux limites donne

$$\frac{R_{\infty}-R}{R_{\infty}} = B e^{-kt} \quad (\text{II.13})$$

Où R : le rendement en huile à un temps t,

$R_{\infty}$  : le rendement maximal en huile pouvant être obtenu ;

B : constante ;

k : constante cinétique comprenant le coefficient de diffusion effectif.

Le développement du modèle mathématique, décrivant la cinétique d'extraction de l'huile essentielle à partir des baies de genévrier, est basé sur un mécanisme similaire à celui de l'extraction par solvant. Selon ce mécanisme, la distillation de l'huile de genévrier est constituée de deux étapes successives :

- Lavage rapide de l'huile superficielle : Dans cette étape l'huile essentielle est lavée depuis les surfaces externes des particules végétales durant une courte période d'hydrodistillation (théoriquement à  $t=0$ ) ;
- Diffusion lente de l'huile interne : Dans cette étape l'huile essentielle diffuse

Lentement depuis l'intérieur des particules végétales vers leurs surfaces externes.

La 1ère étape est caractérisée par une augmentation rapide du rendement en huile au tout début du processus, La seconde étape est caractérisée par une augmentation exponentielle lente du rendement en huile avec la progression d'hydrodistillation.

L'équation décrivant la cinétique de l'extraction de l'huile essentielle est la suivante :

$$\frac{R_{\infty}-R}{R_{\infty}} = (1 - b)e^{-Kt} \quad (\text{II.14})$$

Les hypothèses suivantes ont été émises pour établir le bilan massique de l'huile du Genévrier dans l'appareil d'hydrodistillation :

- La pression et la température sont constantes dans l'appareil d'hydrodistillation ;
- La condensation de la vapeur se produit uniquement dans le condenseur ;
- L'eau de distillation est saturée par les composés hydrosolubles de l'huile du Genévrier La masse d'eau (vapeur ou liquide) contenue dans le condenseur, dans les tubes de connexion et dans le séparateur est négligeable devant la masse d'eau contenue dans le ballon d'extraction ;
- La suspension dans le ballon est parfaitement mélangée ;
- L'écoulement de la phase vapeur à travers le ballon, les tubes de connexion et le condenseur ainsi que l'écoulement de l'eau condensée à travers le condenseur, le séparateur et les tubes de connexion est considéré comme écoulement piston.

Le modèle proposé est un modèle à deux paramètres, où le 1er paramètre,  $b$  caractérise l'étape d'extraction rapide de l'huile, et le 2ème,  $k$ , caractérise l'étape d'extraction lente de l'huile. La forme linéaire de l'équation (II-13) est la suivante :

$$\ln\left(\frac{R_{\infty}-R}{R_{\infty}}\right) = \ln(1 - b) - kt \quad (\text{II.15})$$

**Babu et al**, [50] ont examiné les cinétiques d'extraction de l'huile essentielle des feuilles d'Eucalyptus cinérea par hydrodistillation et ont trouvé qu'elles

correspondaient bien à une fonction de la même forme que celle de l'isotherme d'adsorption de Langmuir :

$$q = \frac{q_t}{b+t} \quad (\text{II.16})$$

### II.3.2. Les modèles à plus d'une constante de temps :

Des modèles plus complexes de second ordre ont été publiés [52–53]. Ces modèles signifient que l'extraction se fait en deux processus simultanés.

La quantité d'huile extraite augmente rapidement avec le temps, au début, puis diminue lentement jusqu'à la fin du processus d'extraction.

**Benyoussef et al (2002)**, ont étudié l'hydrodistillation de l'huile essentielle de coriandre et ont proposé un modèle de transfert de matière qui fait état d'une étape de libération du soluté avant le processus de diffusion. D'après ces auteurs, il s'agirait d'un transfert de matière avec réaction chimique ce qui conduirait à deux termes dans l'équation du modèle à deux constantes [52].

- Les équations aux dérivées partielles, traduisant les bilans de matière, ont été intégrées numériquement et les résultats obtenus ont montré une meilleure simulation par cette approche que dans le cas d'un processus purement diffusif. De plus dans leur approche, ces auteurs ont admis un coefficient de diffusion variable avec la concentration du soluté dans la matrice végétale [52].
- **Hypothèses du modèle :**

Afin de décrire le processus de transfert de matière, ces auteurs ont utilisé plusieurs hypothèses simplificatrices :

- L'entraînement des constituants volatils, d'un substrat végétal, par la vapeur d'eau est un processus de transfert entre les particules solides et la phase fluide.
- Dans le cas de l'hydrodistillation, on considère que le système se comporte comme un lit fluidisé (les particules solides ne se touchent pas et sont en suspension dans le liquide) à trois phases (solide, liquide et vapeur). On pourra ainsi supposer que les phases liquides et solides sont parfaitement

mélangées, alors que la phase gazeuse pourra être supposée en écoulement piston.

- Les particules solides sont assimilées à des formes géométriques simples de distance radiale caractéristique  $R$ .
- Puisque les propriétés moyennes de l'huile essentielle varient peu, celle-ci sera considérée comme un soluté unique ayant des propriétés physiques et diffusionnelles moyennes. Ce qui revient à dire que le soluté est considéré comme ayant la même propriété diffusionnelle, bien qu'il soit en réalité composé d'une grande variété de constituants.
- La répartition initiale du soluté est considérée comme étant homogène.
- En prenant en considération la symétrie du problème, les concentrations du soluté à l'état libre et lié,  $X_l$  et  $X_f$  respectivement ne dépendent que de la variable spatiale ( $r$ ) et du temps ( $t$ ).
- Pour tenir compte de l'accessibilité de plus en plus difficile du soluté au cours de l'avancement de l'opération d'extraction, un coefficient dépendant de la concentration résiduelle en soluté considéré en se basant sur les travaux introduit sous la forme :

$$D = D_0 \cdot X_f^\delta \quad (\text{II.17})$$

La diffusion du solvant est négligeable devant les autres étapes du processus et la vitesse  $V_c$  de libération du soluté est décrite par l'équation suivante :

$$V_c = k_c X_f \quad (\text{II.18})$$

Où :

$k_c$  représente la pseudo-constante de vitesse.

A l'interface, il y a évaporation du soluté, de ce fait l'équilibre liquide-vapeur est atteint quasi instantanément et l'on pourra écrire sous la forme :

$$g(t) = P X_l \quad (\text{II.19})$$

Où :

$g(t)$  désigne la masse relative de soluté dans la phase vapeur et  $P$  un coefficient de partage.

Ce modèle relativement complexe comporte quatre paramètres, la constante de la cinétique de libération de l'huile essentielle  $k_c$ , le coefficient de diffusion à l'instant initial  $D_0$ , le paramètre  $\sigma$  pour décrire l'évolution du coefficient au cours l'extraction et le coefficient de partage  $P$ .

**Sovová et Aleksovski (2006) [53]**, ont élaboré un modèle selon lequel on peut distinguer deux types de cellules végétales, cassées et intactes, au sein des particules solides.

Les cellules cassées par le prétraitement mécanique sont localisées près de la surface des particules, tandis que le noyau des particules contient des cellules intactes.

En conséquence, on peut postuler l'existence de deux étapes ; Au début, l'extraction est relativement rapide à partir des cellules cassées, suivie par une extraction plus lente à partir des cellules intactes, essentiellement contrôlée par les phénomènes de diffusion dans la phase solide. Le modèle mathématique avec deux constantes de temps [53], est donné par l'expression suivante :

$$y(t) = y_{\infty} (1 - fe^{-k_1 t} - (1 - f)e^{-k_2 t}) \quad (\text{II.20})$$

Où :

$y(t)$  : Rendement en huile essentielle à l'instant  $t$ .

$y_{\infty}$  : Rendement asymptotique à temps infini.

$K_1$  et  $K_2$  : Constante cinétique (temps<sup>-1</sup>).

$f$  : Fraction d'huile superficielle et facilement extractible.

$t$  : Le temps.

**Benyoussef et al. (2013) [55]**, ont élaboré un modèle mathématique avec plus d'une constante de temps pour l'extraction des huiles essentielles sur la base de leur contribution des composants en tenant compte des aspects qualitatifs et quantitatifs .

Cette approche de modélisation a été appliquée sur le procédé d'hydrodistillation pour extraire l'huile essentielle des graines de coriandre, des anis et des feuilles d'eucalyptus.

Le modèle mathématique est donné par l'expression suivante :

$$y(t) = y_{\infty} (1 - fe^{-k_{Mc}t} - (1 - f)e^{-k_{oc}t}) \quad (\text{II.21})$$

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

---

Où :

$y(t)$  : Rendement en huile essentielle à l'instant  $t$ .

$y_{\infty}$  : Rendement asymptotique à temps infini.

$K_{OC}$  et  $K_{MC}$  : Constantes cinétiques pour le composant majeure et d'autres composants, respectivement. ( $\text{temps}^{-1}$ ).

$f$  : Fraction d'huile superficielle et facilement extractible.

$t$  : Le temps.

Si l'huile essentielle est caractérisée par plus d'un composant majeur, le modèle prend la forme suivante :

$$Y(t) = Y_{\infty} [1 - g_1 e^{-k_{MC_1} t} - g_2 e^{-k_{MC_2} t} - (1 - g_1 - g_2) e^{-k_{OC} t}] \quad (\text{II.22})$$

Les résultats de cette étude ont montré que l'hypothèse qui considère l'huile essentielle comme un pseudo-composant avec des propriétés physiques constantes, ayant déjà été adoptées dans plusieurs modèles, n'est pas vérifiée quand il y a une variation de la composition de l'huile essentielle pendant le processus d'extraction.

Les tableaux suivants représentent respectivement les résumés des publications des procédés d'extraction d'hydrodistillation et entraînement à la vapeur.



## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

**Tableau 1** : Etude de la cinétique des huiles essentielles extraites à partir des matières végétales par hydrodistillation

Plantes	Les Techniques utilisé	Les Conditions opératoires	Le rendement des huiles essentielles	L'objectif de l'étude	Référence
Lavande (Lavandula Angustifolia); fleurs	50 g/3 L d'amortissement Moyen aqueux (pH=7.0).	100°C, 15 min à 7 h	1.61%, 2 h	la Cinétique des différents Constituants de l'huile essentielle	Morin et al. [56]
Ridolfia segetum, Fleurs, fraîches	Clevenger; 500 ml g/500 d'Eau déminéralisé	Point d'ébullition, allant jusqu'à 150 min	5.0%, 1.5 h	Cinétique ; composition et activité antibactérienne de l'huile(Le pétrole)	Jannet et Mighri [57]
Lavande commune (Lavandula officinalis); Fleurs, séchées et Broyé dp=0.5mm	15 g/150 ml d'eau ou l'eau de cohobation	Point d'ébullition, allant jusqu'à 240 min	5.73 mL/100 g	Cinétique; composition et activité antimicrobienne de l'huile	Stanojević et al. [58]
Souci sauvage ; floraison Sommets, frais	500 g distillation Portable unité; 2 kg / 8 kg de eau	B.p., 3 h B.p, sous vide (to 225 mmHg), allant jusqu'à 3.5-4.5 h	1.56%, 3 h 0.91-1.16%, Environ 3 h	Cinétique; rendement en huile et composition de huile ; modèle cinétique .	Babu and Kaul [59]

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

Sage (Salvia officinilis), les fleurs, les feuilles et tiges, séchées	400 g de l'échantillon de plante / 5 dm <sup>3</sup> d'eau	Point d'ébullition, allant jusqu'à 2 h	Fleur : 1,8% Feuille : 2.0% Tige : 0,4%	Cinétique; rendement en huile	Veličković et al [60]
Savory (Satureja hortensis, Satureja montana);	1:20 w/w (6 ou 30 g de plante matériaux )	Point d'ébullition, allant jusqu'à 4h	3,1% pour S. hortensis, 0,7% pour S. montana, 3 h	Cinétique; rendement en huile	Rezvanpanah et al [61]
Menthe (Mentha spicata), les feuilles, fraîches	na; 100 g / g d'eau	B.p., allant jusqu'à 3 hours	0.89%, 2 h	Cinétique; variation des compositions en fonction du temps	Benyoussef et al [62]
Eucalyptus cinerea, leaves, fresh and dried 24 h at ambient Conditions	4 kg / 8 L d' Eau	B.p., allant jusqu'à 8 h	2.56% (feuilles frais), 2.87% feuilles séchées, 8 h	Effet du séchage sur la cinétique et la composition de l'huile, modélisation par l'équation de Langmuir	Babu and Singh [63]
Romarin (Rosmarinus officinalis) ; feuilles	Non disponible	B.p., jusqu'à 2 h	0.44%, 2 h.	Cinétique ; modélisation (modèle diffusionnel basé sur la deuxième loi de Fick)	Boutekedjiret et al. [64]
Romarin ; feuilles	Clevenger; 500 g/3 L d'eau	B.p., jusqu'à 1.5 h	0.35%, 1.5 h	Cinétique ; composition de l'huile	Bousbia et al [65]
Thym	Clevenger; 60 g/1.2 L d'eau	B.p., jusqu'à 4 h	2.39%, 4 h.	Cinétique ; composition de l'huile	Golmakani and Rezaei [66]

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

serpolet (Thymus serpyllum) ; herba, séché, broyé (<1 mm)	Sous ; 1:10, 1:20, 1:30, 1:40 and 1:50	B.p., jusqu'à 3 h	0.8-1.0%, 3 h	Développer un modèle basé sur l'hypothèse qu'une fraction de l'huile essentielle se trouve dans des cellules cassées et des cellules internes intactes	Sovová and Aleksovski [53]
Shirazi thym (Zataria multiflora); Les parties aériennes, séchés	30 g/0.5 L d'eau	B.p., pendant 4 h	3,23%, 3,64% (salé, 1% de NaCl), 60 min.	Cinétique ; rendement en huile, composition et propriétés	Gavahian et al [67]
Lemon grass (Cymbopogon citratu); feuilles.	250 g/2 L d'eau	B.p., pendant 45 min	0.84% (v/w), 45 min.	Cinétique ; processus d'optimisation	Silou et al. [68]
Cerise laurier (Prunus laurocerastis L. var. serbica Pančić); feuilles	Clevenger; 0.5 kg/5 kg d'eau	B.p., pendant 2.5 h	0.432%(v/w), 2.5 h	Cinétique ; composition de l'huile	Stanisavljević et al [69]
fruits de coriandre	60 grammes	pendant 9 h	0.057%, 9 h	traite de la modélisation de l'extraction de l'huile essentielle	Benyoussef et al [52]

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

Cumin ( <i>Cuminum cyminum</i> ); graines	Clevenger, 200 g (petit lot)	B.p., pendant 5 h	3,4-3,8% (petit lot), 5h	Cinétique ; rendement en huile ; modélisation (modèle fondé sur La cinétique de premier ordre)	Sowbhagya et al [70]
Céleri ( <i>Apium graveolens</i> Linn.); graines, blanchi	Clevenger, 200 g (petit lot)	1.8-2.2% (petit lot), 5 h	1.8-2.2% (petit lot), 5 h	Cinétique ; rendement en huile ; modélisation (modèle fondé sur la cinétique de premier ordre)	Sowbhagya et al [71]
Fenouil ( <i>Foeniculu m vulgare</i> ); graines, écrasé	Clevenger; 25 g/200 Ml	B.p., pendant 20 min; 300 W	2.12% (v/w), 20 min	Cinétique, modélisation (modèle y compris le lavage et la diffusion)	Kapas et al [72]
Persil ( <i>Petroselinu m crispum</i> ); graines, intact, non- fermenté	Clevenger; 2000 mL	B.p., pendant 270 min	2.17% (v/w), 270 min	Cinétique, les effets des différentes techniques d'hydrodistill ation sur le rendement en huile	Stanković et al. 2004
Persil; graines.  Intact, fermenté à 28 ° C pendant 4 h  Intact, fermenté à	Clevenger  20 g/200 mL 20 g/300 mL 20 g/400 ml 20 g/500 ml	B.p., pendant 270 min	3,28% (v / w) intact ; 4,51% (v / w) écrasé ; 270 min	Cinétique, les effets de fermentation sur le rendement de l'huile	Stanković et al [73]

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

30 ° C pendant 4 h Broyé, fermenté à 28 ° C pendant 4 h	20 g/400 ml  20 g/400 ml				
Persil ( <i>Petroselinum crispum</i> ); graines	Clevenger	B.p., pendant 270 min			Stanković et al. [74]
des baies de genévrier	364 ou 1000 g; 1:3 ou 1:10 g/mL	Pendant 100 min; 150-700 W	0.56-1.68% (v/w), 90 min	proposer un modèle ( basé sur le lavage et diffusion du genévrier	Milojević et al [48]
Abies grandis, Picea abies, Pinus sylvestris, Pseudotsuga menziesii, branches with needles, chopped; Juniper communis, fruits, ground	Unger; 100 g/300 ml de l'eau, les matières végétales sont prétraitées par micro- ondes (10 min)	non disponible	0.53-1.68% (v/w) ,2 h	Cinétique; rendement en huile	Miletić et al [75]
Lime ( <i>Citrus latifolia Tanaka</i> ); peels, dried, whole/milled(2 mm)	Clevenger; 60 g	B.p., pendant 8 h	3.4% (v/w), 5 h	Cinétique ; rendement et Composition de l'huile	Atti-Santos et al. [76]
Citron ( <i>Citrus limon</i> ), Frais	Clevenger, 200 g / 2 L d'eau	B.p., pendant 3 h	0.21%, 3 h	Cinétique ; rendement en huile, composition et activité	Ferhat et al [77]

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

				antimicrobienne	
Le bois d'agar (Aquilaria Crasna), bois, séchés, broyé, tamisé (0,7 cm)	3 kg/27 kg d'eau ; bois a été trempé dans l'eau pendant 7 jours	Opérationnelle température: 80, 100 et 120 ° C, jusqu'à 64 h	0.046-0.061%, 64 h	Cinétique ; rendement et composition de huile , la modélisation (modèle basé sur le lavage et diffusion)	Pornpunyapat et al. [78]

**Tableau 2.** Etude de la cinétique des huiles essentielles à partir de matières végétales par entraînement à la vapeur.

Plantes	Les Techniques utilisé	Les Conditions opératoires	Le rendement des huiles essentielles	L'objectif de l'étude	Référence
Lavande ( <i>Lavandula angustifolia</i> ); fleurs séchées	50 g par lot	non disponible	8.75%, 1.5 h	Cinétique ; Rendement et Composition des huiles	Chemat <i>et al.</i> [79]
La sauge ( <i>Salvia officinilis</i> ), les fleurs, les feuilles et tiges, séchés	400 g par lot	2 h	fleur: 1.6 Leaf: 1,7% Tige: 0,2%	Cinétique; rendement en huile	Veličković <i>et al.</i> [80]
Lavandin ( <i>Lavandula angustifolia x latifolia</i> ); parties aériennes, fraîches	2175 g par lot	Pression de vapeur: 2 bar	1.186-1.468%	Cinétique; modélisation (un modèle phénoménologique)	Cerpa <i>et al</i> [81]

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

Anis (Pimpinella anisum); feuilles, séché	Plan pilote, 2 et 5 kg par lot	140 et 200 kPa; débit de vapeur: 6 kg / h; jusqu'à 2,5 h	2.55%, 2.5 h	Cinétique, modélisation de la distillation de la vapeur ; rendement en huile	Romdhan e et Tizaoui [82]
Thym (Thymbra spicata); les feuilles, on les sèche; tout: 2,05 mm; sol: 0,50 et 1,00 mm	150 g par lot	Vapeur de pression atmosphérique, débit: 0,64 et 1,03 L / h; jusqu'à 2,5 h	1.3%, 2.5 h	Effets de fraisage processus de temps et de débit de la vapeur sur le rendement et les compositions des huiles essentielles , ; cinétique	Hanci <i>et al</i> [83]
Romarin feuilles	non disponible	Vapeur de pression atmosphérique	1.2%, 2 h	Cinétique, modélisation (modèle diffusionnel basé sur la seconde loi de Fick)	Boutekedj iret <i>et al</i> [84]
Lavande (Lavandula angustifolia) , des fleurs; Artemisia (Artemisia annua),feuilles	750 g par lot	non disponible	6-10%, 5 h 0.3-0.9%, 4 h	Cinétique ; Rendement et Composition des huiles	Masango [85]

## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

Artemisia judaica, parties aériennes (fleurs, feuilles et les petits tiges), frais	1 kg par lot	non disponible	1.42%, 2 h	Cinétique ; Rendement et Composition des huiles	Charchari and Hamadi [86]
Romarin (Rosmarinus officinalis); feuilles et caulis en même temps, on les sèche (lot A) et frais (lot B).	Usine pilote, 9.9-23.0 (lot A) and 8.6-29.9 kg (lot B) par lot	Pression de vapeur: 3 bar, débit de vapeur: 0,89 et 0,75 kg / min pour les lots A et B, respectivement	Moyenne de 0,62% et 0,49% pour les lots A et B, Respectivement	L'évaluation économique industrielle, cinétique de distillation à la vapeur ; Rendement et Composition des huiles	Mateus <i>et al</i> [87]
citronnelle (Cymbopogon winterianus); antenne parties (feuilles et brindilles), séchée et frais	50 g par lot	non disponible	0.776%, 4 h (séché) 0.942%, 2 h (frais)	Cinétique; rendement en huile et composition; processus d'optimisation, modélisation (modèle diffusionnel basé sur la seconde loi de Fick)	Cassel et Vargas [49]
Baccharis anomala, Baccharis	200 g par lot	non	0.06% (v/w), 0.05%	Cinétique; rendement et Composition	Xavier <i>et al.</i>



## Chapitre II : Modèles de transfert de matière pour l'extraction des huiles essentielles

dentata, Baccharis uncinella, parties aériennes (feuilles et brindilles)		disponible	(v/w), 0.24% (v/w), 40 min	des huiles, modélisation  (modèle de Sovova basé sur le transfert des masses  fondamentaux	[88]
Romarin (Rosmarinu s officinalis), basilic (Ocimum basilicum), lavande (Lavandula dentées), frais )feuilles	213-313 g par lot	Pression de vapeur:1.01 .bar; débit de vapeur 3,4 mL / min; 213- 313 g;  pas de prétraiteme nt  des feuilles	0.51%, 0.38%, 0.32%, 30 min	Cinétique; rendement et  Composition des huiles, modélisation  (modèle par diffusion)	Cassel <i>et al</i>  [51]
Citronnelle (Cymbopog on spp.), les feuilles, haché ou non hachée; 70-1000 kg	Usine pilote,	Débit de vapeur:  12 - 16 L / h	0.31-0.53% (v/w),  5 h	Cinétique à l'échelle pilote;  modélisation (modèle fondé sur  cinétique de premier ordre)	Kaul <i>et al.</i>  [89]
Menthe poivrée (Mentha piperita), feuilles,	Distillation à la vapeur	Pression de vapeur:  1 atm  (100 ° C)	non disponible	Cinétique des constituants de l'huile	Ammann <i>et al</i>  [90]

### **Conclusion :**

Dans ce chapitre nous avons donné un bref aperçu sur la théorie de transfert de matière entre phases pour présenter après les différents modèles mathématiques déjà établi dans le but de décrire les systèmes d'extraction d'huile essentielle.

A partir de cette étude on peut conclure que l'union d'un seul modèle qui traduira l'ensemble des phénomènes d'extraction n'a toujours pas été réalisé.

# Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail est de faire une étude bibliographique sur les huiles essentielles, ainsi que les techniques classiques et innovantes permettant d'extraire ces huiles essentielles à partir des plantes dans un premier lieu.

D'autre part nous avons donné un bref aperçu sur la théorie de transfert de matière entre phases pour présenter après les différents modèles mathématiques déjà établi dans le but de décrire les systèmes d'extraction d'huile essentielle. A partir de cette étude on peut conclure que l'unification d'un seul modèle qui traduira l'ensemble des phénomènes d'extraction n'a toujours pas été réalisée.

# Bibliographie :

- [1] Paris R.R., Moyses H. (1976) Matière médicale, Ed Masson, Paris.
- [2] Sell C. S. (2006) The chemistry of fragrance. From perfumer to consumer. Ed. Royal society of chemistry. Cambridge. p329.
- [3] International Trade Centre UNCTAD/WTO (2006) Marketing Manual and Web directory for organic spices, culinary herbs and Essential Oils.
- [4] Bruneton, J. (1993) Pharmacognosie : photochimie, plantes médicinales (2 éd.). Paris:Tec & Doc Lavoisier.
- [5] AFNOR (1996) association française de normalisation. Recueil des normes françaises, huiles essentielles, NF T 75-006, 5<sup>e</sup> édition, Paris, T2, p 4.
- [6][[http://www.celtipharm.com/tabid/124/itemid/11631/LES-HUILES ESSENTIELLES.aspx](http://www.celtipharm.com/tabid/124/itemid/11631/LES-HUILES_ESSENTIELLES.aspx)]
- [7] Guenther, E. (1948) The Essential Oils. D. Van Nostrand Company. Inc. Van Nostrand Co. Inc. New York.
- [8] Başer, K. H. C. & Demirci, F. (2007) 4 Chemistry of Essential Oils. Flavours and fragrances: chemistry, bioprocessing and sustainability, 43.
- [9] Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D. & Idaomar, M. (2008) Biological effects of essential oils-a review. Food and chemical toxicology 46,446-475.
- [10] Lamarti, A., Badoc, A., Deffieux, G. & Carde, J. (1994) Biogénèse des Monoterpènes-II-La chaîne isoprénique. Bull. Soc.Pharm. Bordeaux 133, 79-99
- [11] Degenhardt, J., Kollner, T. G. & Gershenzon, J. (2009) Monoterpene and sesquiterpene synthases and the origin of terpene skeletal diversity in plants. Phytochemistry 70, 1621-1637.
- [12] Fahlbusch, K. G., Hammerschmidt, F.J., Pickenhagen, W., Schatkowski, D., Bauer, K., Garbe, D. & Surburg, H. 2002 Flavors and fragrances. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry

- [13] Bruneton J. (1995) *Pharmacologie, phytochimie, plantes médicinales*. Tech & doc-lavoisier, Paris 526 P.
- [14] Kalemba, D. & Kunicka, A. (2003) Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Current Medicinal Chemistry* 10, 813-829.
- [15] S. Likens and G. Nickerson, *Proc. Amer. Soc. Brew. Chem...*(1964), 5. Cité in Godefroot, M., Sandra, P. & Verzele, M. 1981 New method for quantitative essential oil analysis. *J. chromatography* . A203, 325-335.
- [16] Garneau, F.X., Collin, G.J (2005) *Huile essentielle de la plante à la commercialisation : manuel pratique* corporation Laseve, université du Québec à Chicoutimi.
- [17] J. Crouzet, (1996), *Arômes alimentaires. Techniques de l'ingénieur*, F 4 100, Paris.
- [18] J-P. Martel, (1977), *Brevet français No 2388881*.
- [19] [agritech.tnau.ac.in/horticulture/extraction\\_methods\\_natural\\_essential\\_oil.pdf](http://agritech.tnau.ac.in/horticulture/extraction_methods_natural_essential_oil.pdf).
- [20] D. Cabrol-Bass, X. Fernandez, *Analyse des arômes*. In : *Technique de l'Ingénieur, traité Études de structure et caractérisation*. Paris: Technique de l'Ingénieur, p.323-333.
- [21] Camel, V. (2001) Recent extraction techniques for solid matrices-supercritical fluid extraction, pressurized fluid extraction and microwave-assisted extraction: their potential and pitfalls. *Analyst*, 126(7), 1182-1193.
- [22] Wang, L. and Weller, C.L. (2006) Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends in Food Science & Technology*, 17(6), 300-312.
- [23] Herrero, M., Mendiola, J.A., Cifuentes, A. and Ibáñez, E. (2010) Supercritical fluid extraction: Recent advances and applications. *Journal of Chromatography A*, 1217(16), 2495-2511.
- [24] [www.Trenditudo.fr/Le-Softact.html](http://www.Trenditudo.fr/Le-Softact.html).

- [25] Tandon, S. (2008). 7 Distillation Technology for Essential Oils. Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants, 115.
- [26] Mengal, P., Behn, D., Bellido, M. & Mompon, B. (1993) VMHD : extraction d'huile essentielle par micro-ondes. Parfums, cosmétiques, arômes, 66-67.
- [27] Anizon, J. Y., Lemaire, B. & Surbled. M. (2003) Extraction assistée par micro-ondes. Techniques de l'ingénieur. Agroalimentaire 2, F3060-1.
- [28] Craveiro, A., Matos, F., Alencar, J. & Plumel, M. (1989) Microwave oven extraction of an essential oil. Flavour and fragrance journal 4, 43-44.
- [29] Chemat, F., Lucchesi, M. E., Smadja, J., Favretto, L., Colnaghi, G. & Visinoni, F. (2006) Microwave accelerated steam distillation of essential oil from lavender: A rapid, clean and environmentally friendly approach. Analytica Chimica Acta 555, 157-160.
- [30] Delazar, A., Nahar, L., Hamedeyazdan, S. & Sarker, S. D. (2012) Microwave-assisted extraction in natural products isolation. Natural Products Isolation 864, 89-115.
- [31] Chemat, F., Vian, M. & Visinoni, F. (2008) Microwave hydrodiffusion for isolation of natural products. European Patent No. EP 1955749. Munich, Germany:
- [32] Vian, M. A., Fernandez, X., Visinoni, F. & Chemat, F. (2008) Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils. Journal of Chromatography A 1190, 14-17.
- [33] Wang, Z. et al. (2006) Improved solvent-free microwave extraction of essential oil from dried *Cuminum cyminum* L. and *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. Journal of Chromatography A 1102, 11-17.
- [34] Sahraoui, N., Vian, M. A., Bornard, I., Boutekdjiret, C. & Chemat, F. (2008) Improved microwave steam distillation apparatus for isolation of essential oils: Comparison with conventional steam distillation. Journal of Chromatography A 1210, 229-233.

- [35] Munir, A. & Hensel, O. (2010) On-farm processing of medicinal and aromatic plants by solar distillation system. *Biosystems. Engineering* 106, 268-277.
- [36] Munir, A. & Hensel, O. (2009) Biomass energy utilization in solar distillation system for essential oils extraction from herbs. Conference of international research on food security, natural resource management and rural development, University of Hamburg.
- [37] Dupont, F. Essential oil extraction from herbs using solar energy. Spain.
- [38] Romero, E., Fuentes, S., Quiroga, V., Garcia, V., Iriarte, A. & Saravia, L. (2007) Obtención de aceite esencial de comino utilizando concentradores solares. *Revista de la Asociación Argentina de Energías Renovables* 11, 17-22.
- [39] Romero, E., Bistoni, S. & Iriarte, A. (2011) Destilador de aceite esencial de comino con energía solar térmica. ensayos preliminares. *Avances en Energías Renovables y Medio Ambiente* 15.
- [40] El-Hadi BENYOUSSEF, Rahma BESSAH ,(2014) Potential of Renewable Energies Integration In An Essential Oils Extraction Process *Applied Mechanics and Materials* Vol. 492 ,561-567.
- [41] BENYOUSSEF, E-H. BASTA, A. AMRANI, F-R. (2008) Potentiel d'intégration des énergies renouvelables dans une unité d'extraction d'huiles essentielles. *Projet de fin d'étude à l' école national polytechnique .*
- [42] BENYOUSSEF, E-H .NAÏT SIDI AHMED, A. ALLOUACHE .L, (2009) Potentiel d'intégration des énergies renouvelables dans une unité d'extraction d'huiles essentielles mobile PFE *Projet de fin d'étude à l' école national polytechnique .*
- [43] Javed, K.H. (1992). Mass transfer coefficients, interfacial effects, and surface renewal. In : *Science and practice of liquid-liquid extraction* Vol. 1, Ed. John D.Thornton, Clarendon Press, Oxford, 210-243.
- [44] Kessler, D.P., Greenkorn, R.A. (1999). *Momentum, heat, and mass transfer fundamentals.* Ed. Marcel Dekker, New York.

- [45] Skelland, A.H.P. (1992). Interphase mass transfer. In : Science and practice of liquid-liquid extraction Vol. 1, Ed. John D. Thornton, Clarendon Press, Oxford, 40-156.
- [46] J.Crank, The mathematics of diffusion 2 ed, Oxford,(1975), 44-50, 89-91.
- [47] M.Rakib, M. Stambouli, A.Buch, Transfert de matière - Cinétique du transfert de matière entre deux phases, Technique de l'Ingénieur, traité Transfert de matière en génie des procédés. Paris,. J1075-2- J1075-14.
- [48] Milojević, S. \vZ, Stojanović, T. D., Palić, R., Lazić, M. L. & Veljković, V. B. (2008) Kinetics of distillation of essential oil from comminuted ripe juniper (*Juniperus communis* L.) berries. *Biochemical Engineering Journal* 39, 547–553.
- [49] Cassel, E. & Vargas, R. M. F. (2006) Experiments and modeling of the *Cymbopogon winterianus* essential oil extraction by steam distillation. *Journal of the Mexican Chemical Society* 50, 126–129.
- [50] D.Garikapati, K.Babu, B.Singh, (2009) Simulation of *Eucalyptus cinerea* oil distillation: A study on optimization of 1,8-cineole production, *Biochemical Engineering Journal* 44. 226–231.
- [51] Cassel, E., Vargas, R. M. F., Martinez, N., Lorenzo, D. & Dellacassa, E. (2009) Steam distillation modeling for essential oil extraction process. *Industrial crops and Products* 29, 171–176.
- [52] Benyoussef, E. H., Hasni, S., Belabbes, R. & Bessiere, J. M. (2002) Modélisation du transfert de matière lors de l'extraction de l'huile essentielle des fruits de coriandre. *Chemical Engineering Journal* 85, 1–5.
- [53] H.Sovova, A-S.Aleksovski, (2006) « Modèle mathématique pour l'hydrodistillation des huiles essentielles » *Flavour.Frag.j.* 21 ,881-889.



- [54] Asma Farhat, Christian Ginies, Mehrez Romdhane, Farid Chemat. (2009) Eco-friendly and cleaner process for isolation of essential oil using microwave energy. *Food Chemistry* 4, 2514-2521.
- [55] E-H, Benyoussef, Sabrina Saibi.(2013) Influence of essential oil composition on water distillation kinetics. *fragrance journal* ,300-308
- [56] P. Morin, C. Gunther, L. Peyron, H. Richard, (1985) Etude des phénomènes physico-chimiques intervenant lors du procédé d'hydrodistillation, *Bull. Soc. Chim. Fr.* 5 921-930.
- [57] H.B. Jannet, Z. Mighri, (2007) Hydrodistillation kinetic and antibacterial effect studies of the flower essential oil from the Tunisian *Ridolfia segetum* (L.), *J. Essent. Oil Res.* 19 258-261.
- [58] Lj. Stanojević, M. Stanković, M. Cakić, V. Nikolić, Lj. Nikolić, D. Ilić, N. Radulović, (2011) The effect of hydrodistillation techniques on yield, kinetics, composition and antimicrobial activity of essential oils from flowers of *Lavandula officinalis* L., *Hem. Ind.* 65 455-463.
- [59] K.G.D. Babu, V.K. Kaul, (2007) Variations in quantitative and qualitative characteristics of wild marigold (*Tagetes minuta* L.) oils distilled under vacuum and at NTP, *Ind. Crops Prod.* 26 241-251.
- [60] D. Veličković, M. Ristić, D. Stojiljković, A. Šmelcerović, (2001) Kinetics of obtaining the essential oil by different technological procedures from flowers, leaves and stems of sage (*Salvia officinalis* L.), *Lek. sirov.* 21 67-72.
- [61] S. Rezvanpanah, K. Rezaei, S.H. Razavi, S. Moini,(2008) Use of Microwave-assisted Hydrodistillation to Extract the Essential Oils from *Satureja hortensis* and *Satureja montana*, *Food Sci. Technol. Res.* 14 311-314.
- [62] E.-H. Benyoussef, N. Yahiaoui, A. Khelfaoui, F. Aid, (2005) Water distillation kinetic study of spearmint essential oil and of its major components, *Flavour Fragrance J.* 2030-33.

- [63] G.D.K. Babu, B. Singh, (2009) Simulation of *Eucalyptus cinerea* oil distillation: A study on optimization of 1,8-cineole production, *Biochem. Eng. J.* 44 226–231.
- [64] C. Boutekedjiret, F. Bentahar, R. Belabbes, J. Bessiere, (2005) Comparative study of the kinetics extraction of rosemary essential oil by steam distillation and hydrodistillation, *Récents Progrès en Génie des Procédés (Lavoisier, Paris, France)* 92.
- [65] N. Bousbia, M.A. Vian, M.A. Ferhat, E. Petitcolas, B.Y. Meklati, F. Chemat, (2009) Comparison of two isolation methods for essential oil from rosemary leaves: Hydrodistillation and microwave hydrodiffusion and gravity, *Food Chem.* 114 355–362.
- [66] M.-T. Golmakani, K. Rezaei, (2008) Comparison of microwave assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L., *Food Chem.* 109 925–930.
- [67] M. Gavahian, A. Farahnaky, M. Majzoobi, K. Javidnia, M.J. Saharkhiz, G. Mesbahi, (2011) Ohmic-assisted hydrodistillation of essential oils from *Zataria multiflora* Boiss (Shirazi thyme), *Int. J. Food Sci. Technol.* 46 2619–2627.
- [68] T. Silou, M. Malanda, L. Loubaki, (2004) Optimisation de l'extraction de l'huile essentielle de *Cymbopogon citratus* grace a un plan factoriel complet 23, *J. Food Eng.* 65 219–223.
- [69] I.T. Stanisavljević, S.S. Stojičević, D.T. Veličković, M.S. Ristić, M.L. Lazić, V.B. Veljković, (2010) Kinetics of hydrodistillation and chemical composition of essential oil from cherry laurel (*Prunus laurocerasus* var. *serbica* Pančić) leaves, *J. Essent. Oil Res.* 22 564–567.
- [70] H.B. Sowbhagya, B.V. Sathyendra Rao, N. Krishnamurthy, (2008) Evaluation of size reduction and expansion on yield and quality of cumin (*Cuminum cyminum*) seed oil, *J. Food Eng.* 84 595–600.
- [71] H.B. Sowbhagya, S.R. Sampathu, N. Krishnamurthy, (2007) Evaluation of size reduction on the yield and quality of celery seed oil, *J. Food Eng.* 80 1255–1260.

- [72] Á. Kapás, C.D. András, T. Gh. Dobre, E. Vass, G. Székely, M. Stroescu, S. Lányi, B. Ábrahám, (2011) The kinetic of essential oil separation from fennel by microwave assisted hydrodistillation (MWHID), Univ. Polytech. Bucharest. Sci. Bull., Ser. B 73 113–120.
- [73] M. Stanković, N. Nikolić, L. Stanojević, M.D. Cakić, (2004) The effect of hydrodistillation technique on the yield and composition of essential oil from the seed of *Petroselinum crispum* (Mill.) Nym. ex. A.W. Hill, Chem. Ind. Chem. Eng. Q. 10 409–412.
- [74] M.Z. Stanković, N.Č. Nikolić, L.P. Stanojević, S.D. Petrović, M.D. Cakić, (2005) Hydrodistillation kinetics and essential oil composition from fermented parsley seeds, Chem. Ind. Chem. Eng. Q. 11 25–29.
- [75] P. Miletić, R. Grujić, Ž. Marjanović-Balaban, (2009) The application of microwaves in essential oil hydrodistillation processes, Chem. Ind. Chem. Eng. Q. 15 37–39.
- [76] A.C. Atti-Santos, M. Rossato, L. Atti Serafini, E. Cassel, P. Moyna, (2005) Extraction of Essential Oils from Lime (*Citrus latifolia* Tanaka) by Hydrodistillation and Supercritical Carbon Dioxide, Braz. Arch. Biol. Technol. 48 155–160.
- [77] M.A. Ferhat, B.Y. Meklati, F. Chemat, (2007) Comparison of different isolation methods of essential oil from Citrus fruits: cold pressing, hydrodistillation and microwave “dry” distillation, Flavour Fragrance J. 22 494–504.
- [78] J. Pornpunyapat, Pakamas Chetpattananondh, Chakrit Tongurai, (2011) Mathematical modeling for extraction of essential oil from *Aquilaria crassna* by hydrodistillation and quality of agarwood oil, Bangladesh J. Pharmacol. 6 18–24.
- [79] F. Chemat, M. E. Lucchesi, J. Smadja, L. Favretto, G. Colnaghi, F. Visinoni, (2006) Microwave accelerated steam distillation of essential oil from lavender: A rapid, clean and environmentally friendly approach, Anal. Chim. Acta 555 157–160.

- [80] D. Veličković, M. Ristić, D. Stojiljković, A. Šmelcerović, (2001) Kinetics of obtaining the essential oil by different technological procedures from flowers, leaves and stems of sage (*Salvia officinalis* L.), *Lek. sirov.* 21 67–72.
- [81] M.G. Cerpa, R.B. Mato, M.J. Cocero, (2008) Modeling Steam Distillation of Essential Oils: Application to Lavandin Super Oil, *AIChE J.* 54 909–917.
- [82] M. Romdhane, C. Tizaoui, (2005) The kinetic modelling of a steam distillation unit for the extraction of aniseed (*Pimpinella anisum*) essential oil, *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 80, 759–766.
- [83] S.S. Hancı, S. Sahin, L. Yılmaz, (2003) Isolation of volatile oil from thyme (*Thymbra spicata*) by steam distillation, *Nahrung/Food* 47 252–255.
- [84] C. Boutekedjiret, F. Bentahar, R. Belabbes, J. Bessiere, (2005) Comparative study of the kinetics extraction of rosemary essential oil by steam distillation and hydrodistillation, *Récents Progrès en Génie des Procédés (Lavoisier, Paris, France)* 92.
- [85] P. Masango, (2005) Cleaner production of essential oils by steam distillation, *J Clean Prod.* 13, 833–839.
- [86] S. Charchari, S. Hamadi, (2007) Kinetic study of *Artemisia judaica* L. essential oil steam distillation, *J. Essent. Oil Bear. Plants* 10 304–309.
- [87] E.M. Mateus, C. Lopes, T. Nogueira, J.A.A. Lourenço, M.J. Marcelo Curto, (2006) Pilot Steam Distillation of Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) from Portugal, *Silva Lusitana* 14 203–217.
- [88] V.B. Xavier, R.M.F. Vargasa, E. Cassel, A.M. Lucasa, M.A.Santos, C.A. Mondin, E.R. Santaremc, L.V. Astaritac, T.Sartor, (2011) Mathematical modeling for extraction of essential oil from *Baccharis* spp. by steam distillation, *Ind. Crops Prod.* 33 599–604.
- [89] V.K. Kaul, B.M. Gandotra, S. Koul, S. Ghosh, C.L. Tikoo, A.K. Gupta, (2004) Steam distillation of lemon grass (*Cymbopogon* spp.), *Ind. J. Chem. Technol.* 11 135–139.

[90] A. Ammann, D.C. Hinz, R.S. Addleman, C.M. Wai, B.W. Wenclawiak, (1999) Superheated water extraction, steam distillation and SFE of peppermint oil, Fresenius' J. Anal.Chem. 364, 650–653.