

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT

Genie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

*Extraction des essences des aiguilles du
cèdre de l'Atlas.*

Proposé par :

M^r R. VERRICHE

Etudié par :

**R. BENAMOR
R.M. HEDAO**

Dirigé par :

M^r R. VERRICHE

PROMOTION

Juillet 1993

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المعزة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT *Genie Chimique*

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

*Extraction des essences des aiguilles
du cèdre de l'Atlas.*

Proposé par :

M^{me} R. DERRICHE

Etudié par :

R. BENAMOR

R.M. HEDAO

Dirigé par

M^{me} R. DERRICHE

PROMOTION

Juillet 1993

DEDICACES

*A ma mère et à mon père.
A mes sœurs et à mes frères.
A tout parent proche ou lointain.
A mes amis et à tous ceux qui me sont chers.*

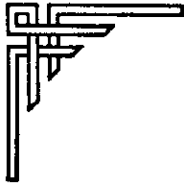
A REDA

Signé : Mohamed Reda HEDAD.

*A la mémoire de mon très cher père.
A ma mère.
A mes sœurs et à mes frères.
A tous ceux qui me sont chers.*

A REDA.

Signé : Reda BENAMOR



REMERCIEMENTS

Nous remercions Madame *DERRICHE* pour nous avoir encadrés et dirigés dans ce travail.

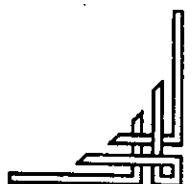
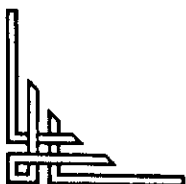
Nous remercions Monsieur le Professeur *BELABBES* pour l'honneur qu'il nous fait en présidant le Jury.

Nous remercions également Mesdames *CHARHARI* et *MEZIANI* pour leur présence dans le Jury.

Nos vives remerciements sont adressés à Monsieur le Professeur *GUERMOUCHE* pour son aide et sa présence au Jury.

Nous tenons à remercier toutes les personnes ayant participé de près ou de loin à la réalisation de ce projet.

REDA & REDA



MEMBRES DU JURY

Président Mr R. BELABBES Professeur

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

Mme MEZIANI Chargée de cours à l'E.N.P

Mr GUERMOUCHE Professeur

Promoteur Mme R. DERRICHE Chargée de cours à l'E.N.P

INTRODUCTION

PARTIE THÉORIQUE

INTRODUCTION

Quasi loin dans le temps que remonte la recherche historique sur la vie quotidienne de l'homme, l'utilisation médicinale des plantes et les parfums y sont toujours présents. les extraits furent étroitement liés à la vie liés à la vie spirituelle de l'homme.

les industries du parfums et des produits pharmaceutiques ont valorisé les huiles essentielles qui sont devenues d'un intérêt économique capital. De plus, le progrès technologique et l'évolution des procédés d'extraction ont élargie leurs domaine d'utilisation.

Dans nombreux travaux ont été menés, au département de Génie chimique à l'E.N.P. d'Alger, sur l'extraction des huiles essentielles et concrètes du bois de cèdre de l'Atlas Algérien et de les valoriser. Etant donné que les essences sont présentes dans les différentes parties de l'arbre, nous nous sommes intéressés, dans ce présent travail, aux aiguilles du bois de cèdre. Nous nous proposons d'étudier l'influence de certains paramètres sur l'extraction, les modes d'extraction et de faire l'analyse chromatographique de ces extrait.

CHAPITRE I

GÉNÉRALITÉS.

I - GÉNÉRALITÉ

Les peuplements de cèdre sont très étendus en longueur. Ils vont de l'Himalaya "Cédrus Déodora Loudon" jusqu'en Afrique du Nord (Algérie et Maroc) "Cédrus Atlantica Manetti" en passant par la Turquie, la Syrie et le Liban "Cédrus Libani Barrel" et le Chypre "Cédrus Brévifolia Dodé" on les trouve même aux U.S.A "Cédrus Junipérus. [1]

Le bois des cèdre est très recherché pour ses nombreuses qualités. Pour un arbre mort sur pied ou abattu, seul l'aubier se décompose; le cœur reste intacte et se conserve longtemps. Ceci est dû à l'essence imprégnant certaines cellules de l'arbre pourvu de canaux résiniférés. Le bois est brun jaunâtre avec un aubier blanc et a une odeur aromatique très vive.

La qualité du cèdre varie avec l'environnement. Les peuplements sis en sol calcaire, aux expositions sèches et ayant de petits accroissement (sud du moyen Atlas) donnent un bois vivement recherché. [2]

I -1- Présentation du Cèdre d'Atlas :

Le Cèdre de l'Atlas, dit Cédrus Atlantica Manetti, se trouve à l'état naturel en Algérie et au Maroc. Sa classification est la suivante :

Embranchement	Gymnospermes,
Ordre	Coniférales,
sous-Ordre	Orbiétales,
Famille	Pinaceaces,
Genre	Cédrus,
Espèce	Cedrus Atlantica Manetti, [1,3]

I -1.2 Caractéristiques botaniques et forestières :

Le Cèdre est présenté comme étant l'espèce forestières noble de

l'Afrique du Nord et de l'Orient, tant par la majesté de son port que par sa longévité et les souvenirs historiques s'y attachent.

c'est un arbre présentant une hauteur moyenne de 40 mètres, pouvant atteindre souvent les 60 mètres. Le diamètre prend quelques fois des dimensions importantes : un Cèdre abattu à Azrou faisait 2,26 mètres de diamètre avec 780 cernes annuels discernables. Dans cette même région, des arbres de plus de 8 mètres de tours sont fréquents. Le Cèdre a une ramure horizontale, les branches naissent isolément et portent une multitude de petits rameaux. Lorsqu'il est isolé, l'arbre a une cime trapue qui prend une forme tabulaire à un âge avancé,; par contre, dans un peuplement serré, l'arbre a une forme élancée. La stabilité de l'arbre est assurée par un système racinaire développé et rarement pivotant.

Les feuilles sont groupées en bouquets, aux sommets de courts rameaux, avec des aiguilles de 1 à 2 centimètres de long et qui vivent 3ans. Le cône, de la grosseur d'un œuf, de 5 à 6 centimètres de long, mûrit en 2 ans et porte une centaine de graines. La fécondation des fleurs a lieu en Automne et le cône est mûr à l'Automne de la 3^e année; il s'ouvre 2 ans après la fécondation. C'est l'humidité ou l'immersion dans l'eau qui provoque son ouverture. L'arbre fructifie après 35 à 40 ans et les cônes abondent à 60 ans. les formes et les dimensions du tronc varient selon les conditions écologiques de l'arbre.

La limite supérieure d'âge du cèdre n'a pas été encore arrêtée. Sa longévité est remarquable, il dépasse certainement 600 à 700 ans, voire même plus. Il fructifie jusqu'à un âge avancé. [2]

I -1.2 Ecologie du cèdre :

Le cèdre est un arbre typiquement montagnard s'adaptant fort bien au climat froid de l'Atlas. Toutefois, il est moins résistant et moins rustique que les espèces peuplant la haute montagne tel le chêne vert ou la moyenne montagne comme le pin d'Alep.

Les conditions écologiques du cèdre varient nettement : montagnes littorales humides (Rif), montagnes continentales sèches (Aurés) ou montagnes continentales humides (Moyen-Atlas). L'arbre s'adapte à des climats différents, il est considéré comme étant xérophile en Algérie.

Les peuplements de cèdre se trouvent à une altitude comprise entre 1.400 et 2.200 mètres en Algérie et contre 1.500 à 1.600 et 2.600 à 2.800 mètres au Maroc. L'altitude optimale est de 1.800 mètres.

Le cèdre prospère en climat méditerranéen humide et froid ayant le caractère continental. Il résiste aux basses températures et à la neige grâce à sa ramure étalée et flexible. Quant au sol d'implantation, le cèdre est indifférent à sa composition chimique et s'y accommode qu'il s'agisse de sol calcaire ou silicieux. C'est plutôt la composition physique qui joue un rôle prépondérant. Il s'adapte mieux au sol meuble et caillouteux où la jeune plantule peut se développer et se protéger contre les rigueurs de ses premiers étés. Sa reproduction est d'autant plus facile que les sols sont facilement perméables : schistes délités, grés, calcaires caillouteux..., c'est-à-dire des terrains meubles et frais mais non enherbés. Le cèdre redoute les terrains mouilleux et les cuvettes argileuses mal drainées.

L'abondance de l'humus donne un sol forestier idéal pour la régénération du cèdre. Mais, ce n'est pas toujours le cas, souvent, la roche est à nu et la régénération est difficile sinon absente. [1,2]

1 -2- Usages du cèdre :

Le cèdre est un bois d'œuvre par excellence, très apprécié par les Marocains, particulièrement pour son imputrescibilité : il peut durer plusieurs siècles.

Sur le marché européen, il fut pour longtemps discrédité et ce n'est qu'après les nécessités de la guerre qu'il fut valorisé. La station de recherches forestières de Nancy a par la suite confirmé ses qualités techniques :

- densité à 15% d'eau (état de sécheresse normale à l'air) : 0,4 à 0,7
- poids moyen du mètre cube : 500 à 550 Kgs.

La station de recherches en a fait l'appréciation suivante :

"Excellent bois, facile à travailler, résistant à la compression, comparable au sapin pour la flexion, mais dont le défaut est le manque de résistance aux chocs (résilience) ".

Grâce au poli qu'il peut acquérir, le cèdre donne un très joli bois de menuiserie. C'est un combustible moyen, son charbon est médiocre.

Le bois de cèdre est imprégné d'une essence qui lui confère une odeur très vive et persistante. On peut en faire la distillation et extraire l'essence, très utilisée en pharmacie et en parfumerie. [2]

Une résine extraite du cèdre est, d'après DIOSCORIDE, un remède pour les maux des yeux et des dents ainsi que pour la morsure des animaux venimeux. De plus, d'une façon traditionnelle, on distille du bois de cèdre au goudron communément appelé "Gatrane".

I -3- La cédraie algérienne :

L'ensemble des peuplements de cèdres couvre environ 2% de la surface forestière en Algérie, c'est-à-dire 28.500 hectares. La cédraie est répartie en 20.058 hectares dans les Aurés, 4.000 hectares dans la chaîne du Hodna, 1.000 hectares à Chréa, 1.000 autres hectares à Thniet -El- Had, 400 hectares au Mont Babor et enfin 200 hectares au Djurdjura. [4]

Les altitudes des surfaces couvertes varient d'une céderaie à une autre. Au Djurdjura et à Thniet-El-Had, le cèdre s'étend de 1.300 à 1.400 mètres jusqu'à 1.900 mètres. Au Mont Babor, il va de 1.500 à 2.000 mètres d'altitude sur le versant Sud et descend jusqu'à 1.300 mètres sur le versant Nord. La cédraie de Chréa quant à elle se localise entre 1.200 et 1.600 mètres d'altitude, mais on trouve déjà du cèdre à une altitude de 1.100 mètres. [5,6]

Des études botaniques, relativement récentes, révèle que la céderaie de Chréa est la plus jeune en Algérie avec un âge moyen de 80 ans, une surface terrière moyenne de 26,25 mètres carrés par hectare et un volume sur pied de 318,34 mètres cubes par hectare. Les conditions climatiques y sont les plus favorables et la cédraie est considérée comme l'une des plus productive avec la cédraie sapinière du Mont Babor. La cédraie des Aurés est constituée de futaies irrégulières et vieilles; le climat méridional est plus sévère et l'influence déséchante du Sahara voisin se fait plus ressentir. Cette cédraie est à la limite des étages semi-arides et sub-humides. De plus, une dégradation due à un pâturage excessif, les incendies perpétrés et l'absence d'une sylviculture ont en fait une cédraie à l'allure jardinée. [2,6]

I -4- Localisation de l'huile essentielle :

Souvent, on distingue deux types de dépôts des huiles essentielles dans les végétaux; il s'agit des dépôts endogènes et exogènes.

on entend par dépôt exogène, un dépôt à la surface des organes du végétal qui produit l'huile essentielle durant la végétation donnant l'odeur caractéristique du végétal.

Pour le type endogène, il s'agit de dépôt à l'intérieur des organes du végétal, constitué des cellules mortes ou vivantes.

Les huiles essentielles peuvent être présentés dans tous les organes du végétal : les racines, l'écorce, les fleurs, les rhizomes, les fruits et le bois.

le bois de cèdre possède des canaux du type chisogène, formés par

couche, présente dans le tronc dilatation des espèces inter-cellulaires, contenant les huiles essentielles. Leurs parois constituées de cellules sécrétrices entourées d'une couche de cellules mortes évitant l'aplatissement des canaux. Cette et les racines est mince et dure.

Les canaux forment un réseau infini dans le bois et les racines, alors que dans les feuilles ou les aiguilles, ils ne sont pas nombreux et sont disposés en longueur de la nervure des feuilles.

Les espèces à dépôts endogènes (cas du cèdre) sont plus riches en huiles essentielles et peuvent être séchées et stockées longtemps avant l'extraction de leurs huiles essentielles. [7,8]

CHAPITRE II

TRAVAUX ANTERIEURS
&
DEFINITIONS

II - TRAVAUX ANTERIEURS ET DEFINITIONS

II -1- Huiles essentielles :

Les huiles essentielles, dites aussi essences naturelles, sont des substances odorantes, huileuses, peu solubles dans l'eau, de couleur généralement jaunâtre et inflammables. Elles se localisent dans les tissus du végétal et peuvent s'altérer à l'air en se résinifiant. [9,10]

Les huiles essentielles sont d'une complexité telle que leur composition n'a pas été définitivement arrêtée. Ce sont des mélanges complexes de substances appartenant aux diverses classes dont principalement les dérivés terpéniques avec les différents sous-groupes : alcools, esters, cétones... [10,11,12]

Une huile essentielle est définie par la matière végétale d'où elle provient, par le mode de son obtention et par sa composition chimique. [13]

II -2- Huiles essentielles du bois de cèdre de l'Atlas algérien :

La préparation de l'essence naturelle du cèdre semble remonter à 1899 et ce à Alger. M. Brunet Manquat distilla de l'eau sur les copeaux de cèdre et obtient un rendement en essence de 3%. Peu après, dans son usine de Boufarik, la maison Gros et Chris traitant du bois de cèdre "résineux" eut un rendement de 5%. [14]

Une composition chimique partielle a été établie par M. E. Grimal en 1902. [15,16]

M. Kabut demande l'essai de cette essence en blennorragie; l'expérimentation faite à l'hôpital Mustapha à Alger par le professeur Gemy donna des résultats encourageants.

une connaissance approfondie de l'huile essentielle du cèdre permettra d'élargir son champ d'application déjà axé sur l'industrie pharmaceutique (antiseptique, activités plasmolytiques), parfumerie, cosmétique, chimiotaxonomie et entomologie. [17,18,19,20]

II -3- Principaux constituants des huiles essentielles :

Les huiles essentielles sont des substances visqueuses, aromatiques et comptant dans leur composition des centaines de composés organiques.

Certains de ces composés sont spécifiques à une huile essentielle et d'autres sont communs à un ensemble d'huiles essentielles.

A l'heure actuelle, près de 150 huiles sont commercialisées et constituent la base de l'industrie du parfum bien que les quantités extraites demeurent insuffisantes.

Les huiles essentielles trouvent leurs utilisations comme formulations aromatiques dans les aliments, les boissons et les produits pharmaceutiques. [21]

Les plus importants composés organiques sont généralement : [8]

II -3.1 Les terpènes :

Ceux sont des composés, de formule brute $C_{10}H_{16}$ de forme cyclique et volatils; ces hydrocarbures sont responsables, en partie, de l'odeur dégagée par les plantes et les fleurs et trouvent leur utilisation en parfumerie.

On trouve aussi dans les huiles certains dérivés de ces terpènes : des composés hydrogénés $C_{10}H_{18}$ et $C_{10}H_{20}$ ou substitués en alcools, aldéhydes et cétones, on peut aussi les trouver sous forme acyclique.

II -3.2 Les sésquiterpènes :

Ceux sont des composés formés par trois éléments isopréniques donnant une structure aliphatique et mono ou polycyclique. Leur formule brute est $C_{15}H_{24}$ et $C_{15}H_{26}$.

II -3.3 Les diterpènes :

Ceux sont des hydrocarbures en C_{20} formé par quatre éléments isopréniques à structure cyclique et acyclique.

II -3.4 Les triterpènes :

Ceux sont des composés, en C_{30} comprenant six éléments isopréniques et présents sous forme aliphatique ou polycyclique.

II -3.1 Les tetraterpènes :

Composés, en C₄₀ très variés et dont les mieux connus sont les carotènes. Ces produits sont des hydrocarbures colorés, présentant un intérêt pour la biochimie et abondent dans les légumes et les graisses animales. La coloration est due à la présence d'une double liaison conjuguée dans la chaîne. [22]

I -4 Les principaux constituants de l'huile essentielle du bois de cèdre :

De nombreux travaux ont été effectués sur le cèdre de l'Atlas, notamment celui de l'Atlas Marocain, pour connaître la composition chimique et les propriétés physicochimiques de l'essence extraite. Les rendements obtenus, pour la distillation de ce bois, varient de 3 à 5%. [23]

Le cèdre de l'Atlas Algérien a fait, cependant, l'objet de récentes recherches visant à le caractériser à l'instar de son voisin de l'Atlas Marocain.

I -4.1 Bois de cèdre de l'Atlas Marocain :

Lors de ses travaux en 1902, Grimal mis en évidence la présence du méthyle-1, acétyle-4, cyclohexane (1) dans l'essence du cèdre de l'Atlas Marocain. [16] Par la suite, A. Pfeau et P. Plattier identifièrent le α atlantone (2) et le δ atlantone (3) en 1932 - 1934. Ces cétones sont caractéristiques tout aussi bien du cèdre de l'Atlas que du cèdre de l'Himalaya. [24,25]

En 1961, J. B. Bredenberg et H. Erdetmann ont isolé le α et le β himachalène (4) et (5) de l'huile essentielle.

En 1974, M. Plattier et P. Teisseire ont pu isoler quatre nouveaux terpènes, à savoir le δ himachalène (6), le δ dihydro-7,8 aryl himachélène (7), le α époxy-6,7 himachélène-2,3 (8), la dihydro-12,13 trans α atlantone (9) et une cétone sésquiterpénique cyclique (10). Ils expliquent que la structure de cette dernière est un réarrangement du α époxy-6,7 himachélène-2,3 (8). [26,27]

I -4.2 Bois de cèdre de l'Atlas Algérien :

Des travaux récents, menés au département de génie chimique à l'E.N.P d'Alger, se sont intéressés à l'extraction des essences du cèdre de l'Atlas Algérien et de leur analyse.

Ces travaux ont permis l'identification des constituants majeurs des huiles essentielles et la détermination de leur teneur. Les principaux résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux I et II. [28,29,30]

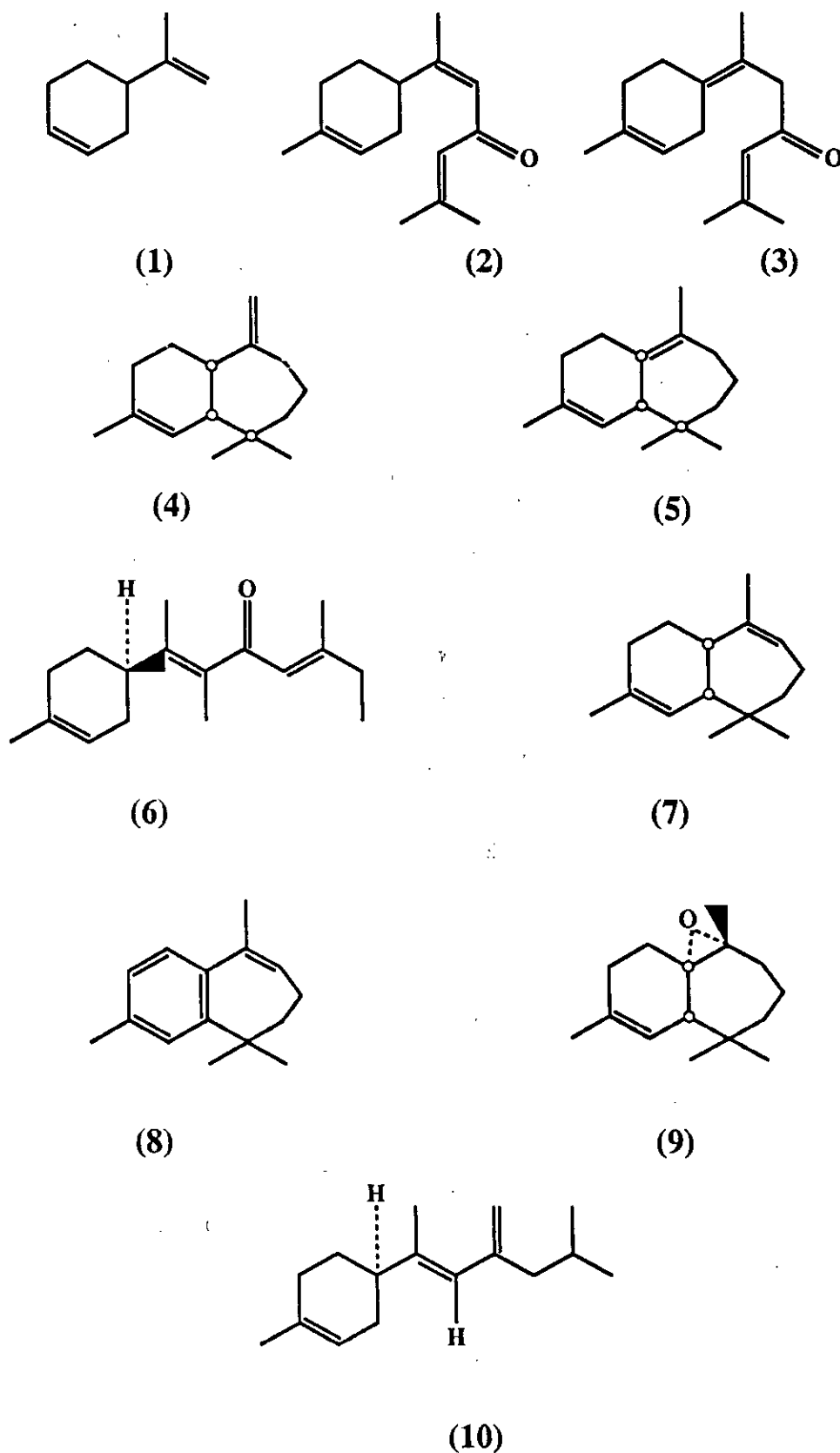


Fig 1 : Principaux composés identifiés dans l'essence du bois de cèdre de l'Atlas marocain

Analyse sur colonne non polaire		Analyse sur colonne polaire	
Constituant	Teneur (%)	Constituant	Teneur (%)
α himachaléne	1.17 - 7.98	α himachaléne	1.87 - 10.75
α himachaléne	2.24 - 6.96	α himachaléne	1.83 - 7.82
β himachaléne	1.84 - 20.89	β himachaléne	3.81 - 26.87
époxy du β himachaléne	3.58 - 9.30	époxy du β himachaléne	6.86 - 17.46
sésquitérpène (M=222)	5.21 - 14.55	alcool sésquitérpénique (1)	6.91 - 9.40
Déodarone	2.04 - 2.86	Déodarone	1.34 - 2.04
alcool sésquitérpénique	—	alcool sésquitérpénique (2)	4.08 - 4.87
cis α atlantone	2.26 - 3.64	cis α atlantone	2.94 - 4.20
trans α atlantone	14.99 - 17.00	trans α atlanton	20.24 - 22.46

Tableau I :
Teneur des principaux constituants de l'huile essentielle du bois de cèdre de Djurdjura (Algérie). [28]

Concrète obtenue par épuisement dans le n-Héxane. [29]		Huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau / hydrodistillation. [30]	
Analyse sur colonne non polaire		Analyse sur colonne polaire	
Constituant	Teneur (%)	Constituant	Teneur (%)
α himachaléne	4.4 - 11.2	α himachaléne	3.66 / 5.35
δ himachaléne	3.1 - 9.9	δ himachaléne	10.75 / 3.95
β himachaléne	7.9 - 26.7	β himachaléne	21.20 / 13.56
α claroréne	1.3 - 4.2	époxy himachaléne	3.30 / 8.66
dihydro-aryl himachaléne	4.1 - 10.2	$C_{15}H_{26}O$ (1)	1.38 / 0.95
époxy himachaléne	10.7 - 22.4	δ atlantone	0.07 / 0.14
δ atlantone	0.2 - 1.0	$C_{15}H_{26}O$ (2)	0.07 / 0.18
cis α atlantone	1.9 - 6.3	cis α atlantone	0.19 / 0.10
trans α atlanton	10.6 - 22.8	trans α atlanton	4.49 / 0.82

Tableau II :
Teneur des principaux constituants de la partie volatile de la
concrète [29] et de l'huile essentielle [30] du cèdre de Chrèa

II -5 Propriétés physicochimiques des huiles essentielles du cèdre :

Pour des fins commerciales et autres, on caractérise toute essence végétale par des paramètres physicochimiques. On trouvera dans ce qui suit quelques uns de ces paramètres.

II -5.1 Densité d_4^t :

C'est le poids d'un certain volume d'échantillon pris à une température t et rapporté au poids du même volume d'eau pris à la température standard. [31]

II -5.2 Pouvoir rotatoire α_D^t :

C'est l'angle exprimé en milliradians ou en degrés avec lequel tourne le plan d'une lumière polarisée, de longueur d'ondes $589,3 \pm 0,3$ nm (raies D du sodium) lorsqu'elle traverse une épaisseur de 100 nm d'un échantillon pris à la température t . [32]

II -5.3 Indice de réfraction n_D^{20} :

C'est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction des rayons de lumière de longueur d'ondes $589,3 \pm 0,3$ nm (raies D_1 et D_2 du sodium) passant de l'air dans l'échantillon maintenu à une température constante de 20° C (température de référence sauf pour les échantillons non liquides à cette température). [33]

II -5.4 Indice d'acide IA :

C'est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser les acides libres présents dans 1 gramme d'échantillon. [34]

$$IA = \frac{56,11 \times V \times N}{m}$$

V : Volume de potasse (KOH) en millilitres,

N : Normalité de la potasse, et

m : Masse de l'échantillon en grammes.

I -5.5 Indice d'ester IE :

C'est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire à la saponification totale des esters - sels contenus dans 1 gr d'échantillon. [34]

I -5.6 Solubilité dans l'alcool à 90% S90 :

Lorsque le mélange d'un volume d'huile essentielle avec V volumes d'éthanol, de titre alcoométrique déterminé, est limpide et le reste après addition graduelle d'éthanol de même titre, jusqu'à un total de 20 volumes; l'huile est dite miscible à V volume d'éthanol et plus. [34]

Régions	d_4^{16}	α_D^{20}	η_D^{20}	IA	IE	IE(A)	S90
Maroc [11]	0.945	+ 43° 0'	1.5120	sup à	3 à	16 à	1 à
	0.968	+ 62° 0'	1.5170	2	11	30	10 V
Maroc [35]	0.9384	+ 35° 2'	1.5061	0.50	3.75	28.26	1 à
	0.9587	+ 49° 1'	1.5132	2.16	8.86	40.01	6 V
Maroc [36]	0.939	+ 45° 0'	—	sup à	sup à	28 à	inf à
	0.943	+ 55° 0'	—	1	20	40	10 V
Himalaya [37,38,39]	0.9530	+ 34° 0'	1.5150	1.6	4.9	30.8	—
	0.9756	+ 53° 8'	1.5230	5.6	20.5	39.2	—
Liban [40]	0.940	+ 68° 0'	1.5125	0.5	2.0	19.8	5 à
	0.947	+ 86° 0'	1.5134	1.5	3.0	—	6 V
Liban [41]	0.9570	+ 43° 3'	—	0.7	4.84	33.77	1 V
Texas [42]	0.945	+ 33° 5'	1.5029	—	—	—	8 à
	0.978	+ 62° 3'	1.5084	—	—	—	10 V
Virginie [43]	0.943	- 18° 0'	1.50	sup à	sup à	26	—
	0.964	- 4° 1'	1.51	1.5	12	28	—
Afrique Est [11]	0.968	+ 16° 0'	1.4805	1 à	1.0	70.0	0.5 à
	0.988	+ 38° 30'	1.5090	15	9.0	—	5 V

suite du tableau III

Djurdjura [28]	0.9487	+ 42° 2'	1.5095	2.24	3.24	-	4.8 à
	0.9604	+ 43° 7'	1.5155	2.94	3.70		5.2 V
Chrèa (1) [29]	1.0066	-	1.5096	13.7	-	-	-
	1.0331		1.5178	19.1			
Chrèa (2) [30] (3)	0.9464	-	1.1519	4.046	-	-	2.0 à
	0.9488	-	1.5134	3.770	-	-	2.5 V

Tableau III :
Propriétés physicochimiques des huiles essentielles des différents types du bois de cèdre.

IE (AC) : indice d'éster après acétylation.

(1) : concrète obtenue par épuisement dans le n-héxane.

(2) : huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau.

(3) : huile essentielle obtenue par hydrodistillation.

CHAPITRE III

L'EXTRACTION

III - L'EXTRACTION :

III -1- *Les procédés de l'extraction :*

Le choix du procédé d'extraction dépend de la nature de la matière végétale (bois, écorce, feuilles...) et des produits à extraire (huiles essentielles, concrète). Les spécifications économiques et propriétés physicochimiques des extraits limitent eux aussi ce choix.

III -1.1 *L'expression à froid :*

C'est une méthode très ancienne, usitée lorsque la matière végétale est riche en essence.

Elle consiste à faire sortir l'essence des cellules de la matière végétale déchiquetée au moyen de forte pression. Elle permet d'obtenir, notamment, des essences d'hispirides du zeste des fruits (citron, orange, cedrat...). [44]

III -1.2 *Enfleurage - Macération :*

Le principe de la méthode est l'épuisement de la matière végétale par des corps gras et se base sur l'affinité des essences vis à vis de ces corps gras (ils ont la possibilité d'absorber et de retenir les essences).

L'enfleurage est une extraction par contact faite à température ambiante pour les matières végétales fragiles (pétales des roses) et laissée jusqu'à l'obtention d'une pommade parfumée. Celle-ci est traitée par l'éthanol qui ne dissout pas les corps gras et les essences retenues par le solvant (éthanol) peuvent être séparées par simple évaporation. L'essence obtenue est dite absolue. [45]

La macération se base sur le même principe mais en utilisant les corps gras à chaud pour augmenter leur pouvoir absorbant. La température d'utilisation varie entre 50 et 70°C et le temps de contact entre 12 et 48 heures. [44]

III -1.3 *Extraction par solvants volatils :*

Cette méthode, utilisée pour la première fois en 1835 par Robiquet, repose sur la solubilité des substance odorantes dans les solvants organiques aliphatiques (heptane, hexane) ou aromatique (benzène, toluène, xylène).

Les extraits sont obtenus par distillation du solvant. [44]

Cette méthode a l'avantage de produire des extraits plus complets du point de vue aromatique que les huiles essentielles obtenues par entraînement à la vapeur d'eau. cependant , l'effet thermique sur les extraits oblige l'utilisation de solvants à bas point d'ébullition et limite ainsi le choix des solvants. [46]

III -1.4 *Entraînement à la vapeur d'eau :*

C'est le plus ancien procédé d'extraction des huiles essentielles basé sur le fait que les produits odorants et volatils sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau. Ces produits présentent un caractère hydrophobe et ont de bas points d'ébullition, donc ne seront ni retenus par les biopolimères de la plante ni solubilisés dans l'eau. La séparation des extraits est faite par addition d'un solvant organique (non miscible avec l'eau), décantation puis distillation du solvant ou simple évaporation. [47]

Cette méthode a l'inconvénient de provoquer la décomposition et la polymérisation des huiles essentielles ainsi que la formation d'artéfacts dûe à la chaleur et à la vapeur d'eau.

De plus il ya certaines réactions d'hydrolyse entre l'eau et quelque constituants de l'huile essentielle, particulièrement les esters à température élevée.

III -1.5 *Hydrodistillation :*

L'hydrodistillation consiste à placer la matière végétale directement dans l'eau et porter l'ensemble à ébullition. Cette méthode est réservée au dosage des huiles essentielles en laboratoire. [8]

L'exposition de la matière végétale à une température assez élevée (100°) pendant un temps relativement long engendre certaines réactions chimiques de décomposition des composés terpéniques (hydrolyse, cyclisation, réarrangement, élimination) et qui dépendent tout aussi bien de l'acidité de l'eau. [48]

III -1.6 *Extraction par dioxyde de carbone liquide ou supercritique :*

Il a été remarqué que les huiles essentielles ont une solubilité plus grande dans le gaz, notamment le CO₂, soumis à des conditions de pressions dites critiques ou supercritique. Le CO₂ peut être utilisé à l'état liquide ou il à

l'état supercritique, intermédiaire entre les états liquides et gazeux.

L'extraction au CO₂ permet d'obtenir des produits plus concentrés et d'odeur plus fine comparativement à l'entraînement à la vapeur d'eau ou par solvants volatils.

C'est un procédé très sélectif, il permet d'extraire une essence de la matière végétale et un composé odorant particulier à une huile essentielle en jouant sur la pression et le taux d'hydratation de la matière extraite. Néanmoins, il est à noter que ce procédé fait appel à une technologie avancée dûes aux pressions élevées exigées. De plus, l'extraction conduit à une composition dont la normalisation n'a pas donné de nom précis. [49]

III -1.7 Extraction au forane 113 :

Le raffinage végétal, tout comme le raffinage pétrolier, défini comme une séparation séquencée sans dégradation des constituants de la plante est appliquée à l'extraction des huiles essentielles. Ceci a permis la mise au point d'une technologie d'extraction donnant comme produits les huiles végétales, les cires et le support solide constitué de polysaccharides.

Le protocole opératoire utilisant le forane 113 (trichloro-1,2,2 - trifluoro-1,2,2 - éthane) qui est choisi pour sa température d'ébullition faible (47°C) est le suivant :

1- Extraction proprement dite : après contact, on récupère du forane 113 chargé en extraits et un résidu sec, donc valorisable, car le forane 113 entraîne également l'eau.

2- Recyclage du solvant : à partir de la distillation du forane chargé, on obtient une concrète, mélange d'huile lipidique et d'huile essentielle et un solvant purifié (forane 113) qui est recyclé vers le réacteur d'extraction.

3- Séparation de l'huile essentielle : la séparation est obtenue par entraînement à la vapeur des composés aromatiques.

Ce procédé présente un triple avantage sur l'entraînement à la vapeur d'eau et l'hydrodistillation.

- exploitation optimale de la matière végétale,
- diminution des rejets lipides et solides, et
- réduction de la consommation énergétique. [50]

III -2 Mécanismes de l'extraction :

En vue de connaître les phénomènes intervenants durant l'extraction

et trouver les modèles mathématiques s'adaptant à ces phénomènes, de nombreux travaux ont été effectués dans ce domaine. Cependant, les recherches ont été basées sur les procédés d'extraction les plus connus et les plus utilisés industriellement à savoir l'entraînement à la vapeur d'eau et l'extraction par solvants volatils.

III -2.1 Mécanismes de l'entraînement à la vapeur d'eau :

L'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles est un cas de transfert de matières complexes du fait que les dépôts dans la matière végétale sont de nature et localisation multiples (endogène, exogène...). De plus, le contact vapeur-huile essentielle, facteur important du processus de transfert est empêché dans la plupart des cas. Le transfert et l'entraînement de l'huile essentielle s'effectue en deux étapes :

1- Hydraudiffusion : c'est la diffusion de l'huile en milieu aqueux jusqu'à la surface de la matière végétale. Selon la théorie de l'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles formulée par Von Rechenberg, cette première étape du processus est l'étape limitante de la cinétique de l'entraînement à la vapeur d'eau. [51]

2- Distillation : c'est l'évaporation des huiles se trouvant à la surface de la matière végétale qui sont directement entraînées par la vapeur. C'est une étape qui influe peu sur la cinétique mais accélère la force de diffusion étant donné que le gradient de concentration est conservé. [51]

III -2.2 Mécanismes de l'extraction par solvants :

Un mécanisme, proposé par Angélédís et Coll pour l'extraction des matières oléagineuses par solvants comporte trois étapes :

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

2- La deuxième étape est la diffusion de l'huile à l'intérieur des pores de la matière végétale déjà remplie par le solvant. La vitesse d'entrée 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.

3- La troisième et dernière étape 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. [52]

III -3- Paramètres intervenant dans les procédés d'extraction :

III -3.1 Rendement en huile essentielle :

On définit le rendement R_s , réciproquement R_h , comme étant le rapport entre la masse d'huile récupérée et la masse de matière végétale sèche, réciproquement humide, traitée.

$$R_s (\%) = \frac{m}{M_s} \times 100 \qquad R_h (\%) = \frac{m}{M_h} \times 100$$

m : masse d'huile essentielle récupérée (grammes),

M_s : masse de matière végétale sèche traitée (grammes),

M_h : masse de matière végétale humide traitée (grammes),

III -3.2 Nature du solvant :

Dans une extraction par solvants volatils, le choix du solvant est primordiale et repose sur :

- une sélectivité vis-à-vis des produits désirés,
- une inertie chimique à l'égard des extraits et de l'appareillage,
- une ininflammabilité, non toxicité et une stabilité thermique,
- un point d'ébullition bas,
- une non-corrivité et un prix raisonnable.

D'après les travaux effectués par Y. Dahoun [30], le rendement en essence du bois de cèdre varie considérablement avec les solvants utilisés, à savoir : l'éther diéthylique, le n-hexane et le dichlorométhane. Elle obtient 9.76% pour le premier, 4.64% pour le deuxième et 3.51% pour le troisième.

Le rendement en entraînés à la vapeur d'eau des extraits suit le même sens de variation avec 3.94%, 0.94%, 0.26%.

III -3.3 Teneur en humidité de la matière végétale :

Dans le cas d'utilisation de solvants hydrophobes, la présence de l'eau dans les cellules végétales gêne l'extraction et peut la diminuer considérablement. Dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau, elle pourrait éventuellement la faciliter, l'humidité est un facteur dont il faudrait tenir compte.

Le travail de N. Benyahia [53] sur l'extraction au n-hexane, montre que le rendement en essence diminue lorsque l'humidité augmente. En effet, pour une variation du taux d'humidité de 13.3% (correspondant à un bois sec à l'air libre) à 35.1%, le rendement varie de 1.509 à 0.410%.

III -3.4 Hydromodule :

L'hydromodulation est le rapport entre la masse végétale et le volume de solvant. Le rendement augmente, en général, avec l'hydromodule. E. Benyoussef [29] étudia la variation du rendement en extrait avec l'hydromodule pour une extraction au n-hexane. Les résultats trouvés montrent une variation très légère du rendement; pour des valeurs de l'hydromodule allant de 1/60 à 1/20, le rendement varie moyennement de 2.63 à 2.83%.

III -3.5 Degré de division de la matière :

Dans un cas général, le transfert de matière augmente lorsque la surface d'échange est grande. Cependant, le rendement augmente avec la subdivision lorsque le dépôt est endogène et diminue quand il est exogène car il y a perte d'huile essentielle. Pour l'extraction au n-hexane E. Benyoussef [29] trouve une augmentation du rendement de 0.99 à 2.92 % pour des ouvertures de tamis allant d'une valeur supérieure à 7.925 mm jusqu'à une ouverture inférieure à 1.600 mm. Quand à l'entraînement à la vapeur d'eau, le travail de S. Boutila [54], montre tout aussi bien l'augmentation du rendement lorsque la subdivision de la matière végétale augmente.

III -3.6 Durée de l'extraction :

La durée de l'extraction dépend de la qualité et la quantité des extraits désirés. L'étude de l'évolution de l'extraction au n-hexane faite par E. Benyoussef [29] montre une augmentation du rendement jusqu'à une valeur optimale 2.82% correspondant à une extraction de 3 heures, au delà de cette valeur, le rendement diminue.

III -3.7 Température :

La température est un facteur qui d'un côté augmente la solubilité des huiles essentielles ainsi que la diffusion et de l'autre côté conduit à une dégradation de ces huiles.

PARTIE

EXPÉRIMENTALE

INTRODUCTION

INTRODUCTION

L'objectif que nous nous sommes fixés étant le traitement des aiguilles du cèdre de l'Atlas provenant de deux régions différentes (Chr a et Batna) pour,  ventuellement, les substituer au bois. Pour cela, nous comparerons du point de vue quantitatif les rendements obtenus par diff rentes techniques (extraction par solvant, entra nement   la vapeur d'eau et hydrodistillation) et qualitatif la composition des diff rentes huiles r cup r es.

Caract risation de la mati re v g tale utilis e :

Les aiguilles du c dre de Chr a proviennent d'un arbre d'un  ge moyen estim    50 ans; la situation g ographique du lieu est :

- Station	Hakoni F�raoun,
- Versant	Nord,
- Altitude	1100 m�tres,
- Pente	50 degr�s,

Les aiguilles du c dre de Batna sont issus d'un arbre de 70 ans ( ge approximatif); les seules informations que nous avons pu obtenir sur la situation g ographique du lieu sont :

- R�gion	Ch�lia,
- Versant	Nord,

CHAPITRE V

*EXTRACTION PAR
HYDRODISTILLATION*

IV - EXTRACTION PAR HYDRODISTILLATION :

L'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur d'eau sont des procédés d'extraction des parties légères, dites huiles essentielles, de la matière végétale.

Quelques travaux ont été effectués sur l'hydrodistillation du bois cèdre. Nous nous proposons de faire, est tant soit peu, l'étude de l'influence de certains paramètres sur l'hydrodistillation des aiguilles du cèdre.

Les travaux antérieurs sur le bois ont montré que la durée est de 5 heures et que le pH de la solution influe peu sur le rendement. [54]

IV -1- Description de l'appareillage et le mode opératoire :

Le montage schématisé par la figure 2 sera utilisé pour les essais d'hydrodistillation.

La matière végétale, aiguilles du cèdre sous formes de petits bouquets, est pesée puis introduite dans un ballon (1), nous lui ajoutons, en suite, la phase aqueuse. l'ensemble est porté à ébullition par un chauffe ballon réglé (2). Les vapeurs chargées en essence végétale, traversent un coude (3) jouant le rôle d'une petite colonne et se condensent dans un réfrigérant (4). Le distillât est recueilli dans une éprouvette graduée (5), permettant, en plus le contrôle du débit du distillât. Une ampoule à décanter (6) remplie d'eau alimente le ballon (1) de façon à maintenir son niveau d'eau constant.

La récupération se fait par fractions séparées à différents intervalles de temps jusqu'à 5 heures d'extraction

IV -2- Récupération huiles essentielles :

Chaque fraction recueillie sera mélangée avec le dichlorométhane et laissée décanter dans une ampoule. L'huile essentielle se dissout dans la phase organique qui, étant plus dense que l'eau, constituera la phase inférieure.

Nous faisons une distillation atmosphérique de la phase organique dans le montage de la figure 3. celui-ci comprend :

- un chauffe ballon réglé (1),
- un petit ballon de 50 ou 100 ml (2),
- une colonne vigreux (3),

- 1- Ballon
- 2- Chauffe ballon
- 3- Coude
- 4- Réfrigérant
- 5- Eprovette graduée

- 6- Ampoule à décanter
- 7- Entrée d'eau
- 8- Sortie d'eau
- 9- thermomètre

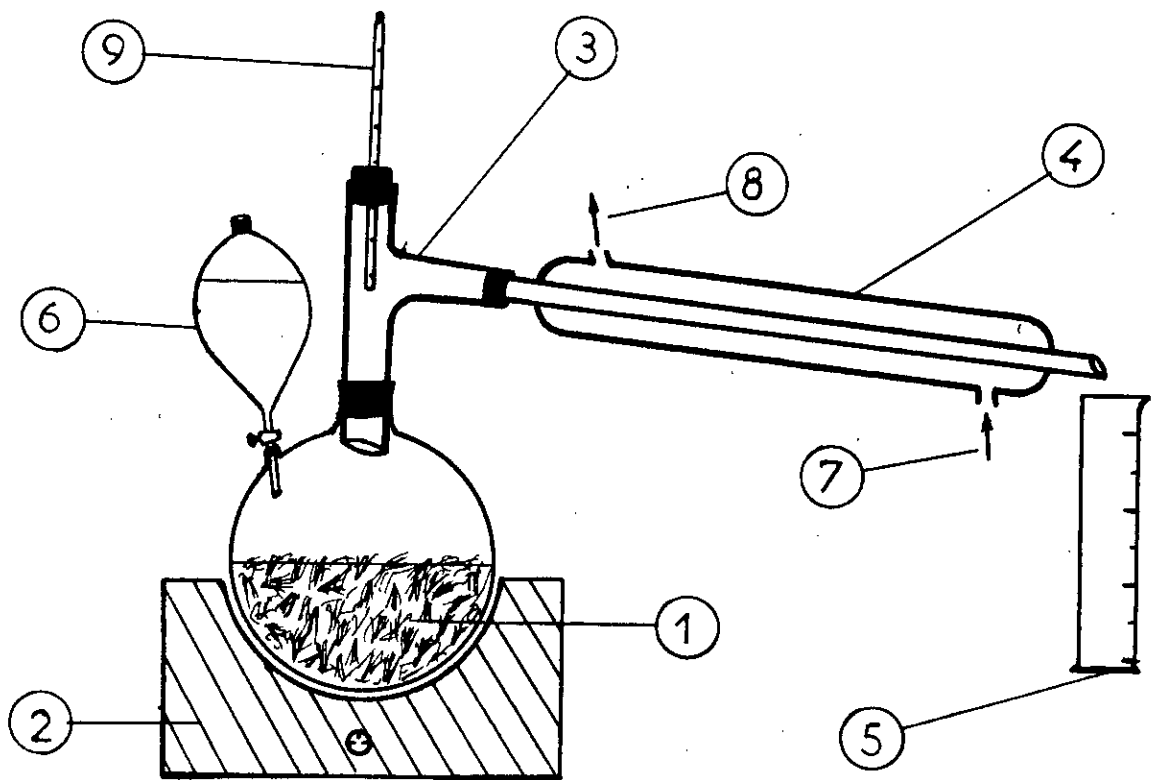


Figure 2 : Montage de l'hydrodistillation

- un coude (4) muni d'un thermomètre (5),
- un réfrigérant (6) et
- un ballon de récupération (7).

La phase organique est introduite dans le ballon (2), pesé à vide, et portée à ébullition. Les vapeurs de solvant, chargées en composés, traversent la colonne vigreux (3) jouant le rôle d'une colonne à plateaux; les composés lourds s'y condensent et retombent dans le ballon (2). Les vapeurs de solvant pur, passent à travers la colonne et se condensent dans le réfrigérant (6). le thermomètre (5) permet de contrôler la température des vapeurs et s'assurer que seul le solvant est recueilli dans le ballon (7).

lorsqu'il ne reste que peu de solvant, le ballon (2) est retiré et nous laissons le solvant s'évaporer à température modérée. Nous pesons le ballon (2) et nous déterminons la masse d'huile essentielle par différence.

Pour les fins d'analyse, un peu de solvant sera ajouté à l'huile essentielle qui sera transvasée dans un tube à essai.

IV -3- Conditions opératoires :

Etant donné que nous allons étudier l'influence de certains paramètres et faire plusieurs hydrodistillations, les conditions opératoires seront mentionnées dans chaque cas.

IV -4- Spécifications du solvant :

En absence d'ether diéthylique, nous avons opter pour l'utilisation du dichlorométhane pour son point d'ébullition bas, sa densité, nettement différente de celle de l'eau, et pour son pouvoir absorbant des composés organiques constituant l'huile essentielle. ses caractéristiques sont :

- Formule chimique	CH_2CL_2
- Température d'ébullition	37° - 40°C
- Densité d_4^{16}	1.325
- Indice de réfraction n_D^{20}	1.424

IV -5- Hydrodistillation des aiguilles du cèdre de Batna et de Chréa :

- 1- Chauffe ballon
- 2- Ballon de 50 ml
- 3-Colonne vigreux
- 4- Coude
- 5- thermomètre
- 6-Réfrigérant

- 7- Ballon de recette
- 8- Coude
- 9- Entrée d'eau
- 10- Sortie d'eau
- 11- Ampoule

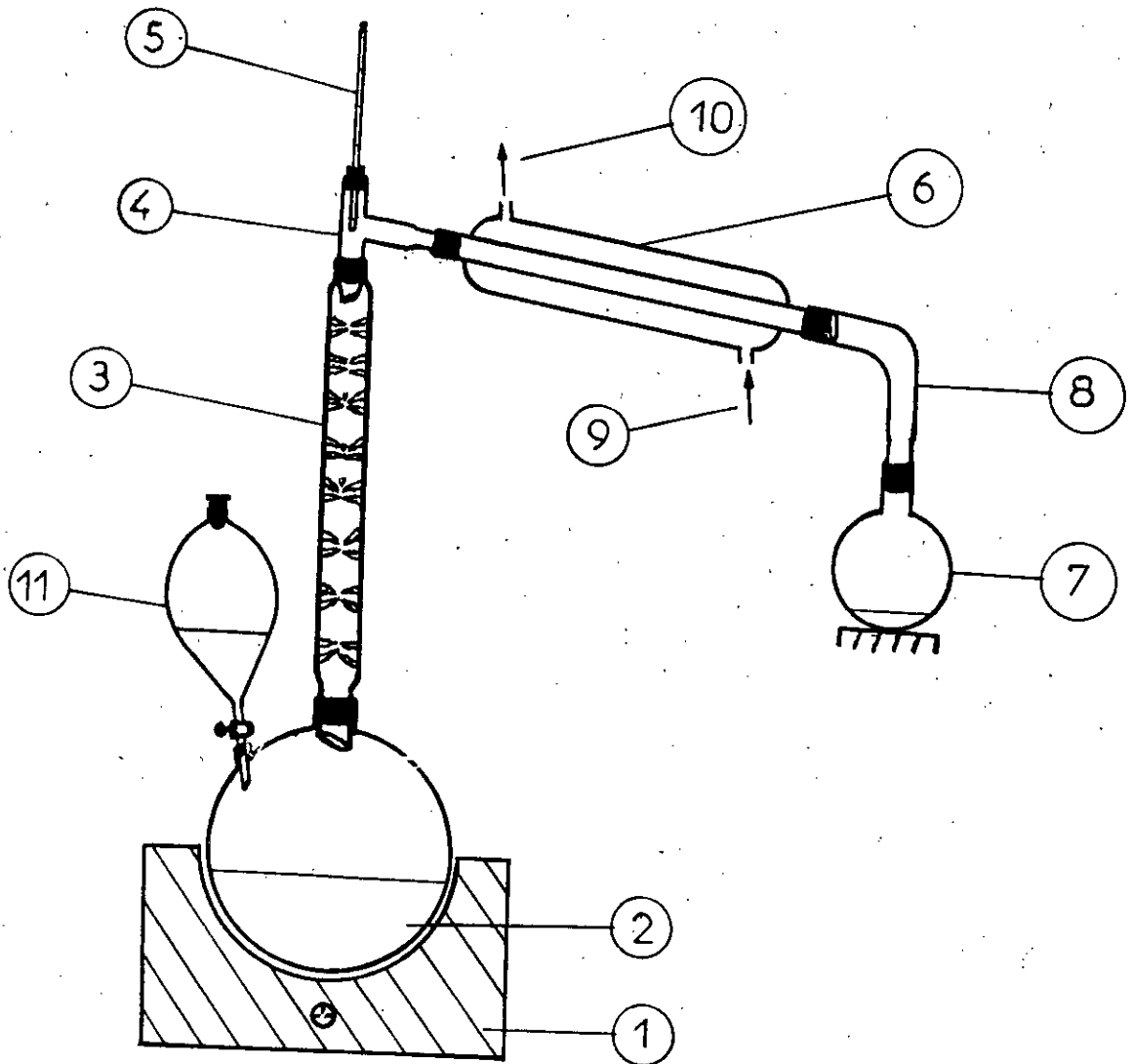


Figure 3 : Montage de la distillation atmosphérique

Les cédraies de l'Aurés et de Chréa sont les plus peuplées de l'Algérie, elles comptent des surfaces forestières de 20058 et 1000 hectares respectivement [4]. Pour ce fait, nous avons pensé à faire l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation des échantillons des aiguilles des deux cédraies. La comparaison des rendement, nous orientera dans le choix de la matière végétale pour des extractions des huiles essentielles.

L'appareillage utilisé ainsi que le mode opératoire étant déjà définis, il nous restera à spécifier uniquement les conditions opératoires.

Ⅴ -5.1 Condition opératoires :

- Capacité du ballon 3 litres
- Volume de la phase aqueuse 2 litres
- Temps d'extraction 5 heures
- Débit du distillât 0.4 - 0.6 litres / heure

Ⅴ -5.2 Résultats et discussion :

Les expériences étant effectuées selon le protocole pré défini, les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau Ⅴ. Celui-ci regroupe, en plus, quelques paramètre opératoires.

Temps d'extraction	5 heures			
Débit du distillat	0.4 - 0.6 litres / heure			
Cédraie	Batna		Chréa	
Masse des aiguilles (gramme)	75	100	75	100
Taux d'humidité	13.75 %		11.95 %	
Masse HE* (g)	0.0109	0.0143	0.0135	0.0171
Rs (%)	0.0169	0.0166	0.0204	0.0194

* Masse HE : masse de l'huile essentielle.

Tableau IV :

Rendement en huile essentielle de hydrodistillation des aiguilles du cèdre de Batna et de Chréa.

En premier lieu, nous tenons à faire remarquer que les rendements obtenus sont très faibles; le meilleur d'entre eux est de l'ordre de 0.02 %. Par comparaison avec le bois de cèdre, nous constatons que ce rendement est environ 100 fois plus petit.

De plus, nous voyons que les aiguilles du cèdre de Chréa sont plus riches en huile essentielle que celles du cèdre de Batna; elles offrent un supplément de 17 %. Nous pouvons éventuellement expliquer cet écart par le fait que l'arbre de Chréa est plus jeune que celui de Batna.

Sur la base de ces données, nous utilisons les aiguilles du cèdre de Chréa pour la suite des expériences.

IV -6- *Influence des paramètres opératoires sur l'hydrodistillation :*

IV -6.1 *Influence du volume de phase aqueuse (eau) :*

Par le biais d'une série d'extractions, en faisant varier le volume de la phase aqueuse, nous étudierons le sens de variation du rendement pour une masse de matière végétale constante et des conditions opératoires identiques.

IV -6.1.1 *Conditions opératoires :*

Les conditions adoptées sont :

- Masse des aiguilles	75 grammes
- Taux d'humidité	8.66 %
- Capacité du ballon	3 litres
- Temps d'extraction	5 heures
- Débit du distillât	0.4 - 0.6 litres / heure

IV -6.1.2 *Résultats et discussion :*

Les résultats sont représentés dans le tableau IV et illustrés par la fig 4.

Volume d'eau (litre)	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
Masse HE (gramme)	0.0121	0.0156	0.0175	0.0184	0.0189
Rs (%)	0.0177	0.0228	0.0255	0.0269	0.0276

Tableau : V

Influence du volume d'eau sur le rendement en huile essentielle.

La figure 4 reflète une augmentation du rendement avec le volume de la phase aqueuse. Cette augmentation est continue mais devient peu significative au fur et à mesure que le volume d'eau augmente, l'écart est négligeable entre 2.0 et 2.5 litre. Nous pouvons donc opter pour un volume de 2 litres pour la suite des essais.

Nous pensons que plus le volume d'eau est important, plus la concentration de l'huile extraite sera faible au voisinage de la surface des aiguilles; ainsi le gradient de concentration sera relativement grand et la diffusion sera favorisée dans le sens où la concentration est faible.

IV -6.2 Influence de la classe granulométrique :

L'extraction des huiles essentielles obéit aux lois de transfert de matière. Pour cela, on procède généralement à la subdivision de la matière végétale pour augmenter la surface d'échange et par la même occasion la quantité d'extrait.

Pour notre part, nous avons fait un broyage des aiguilles du cèdre de Chrèa et une séparation en classe granulométriques suivant l'ouverture des tamis.

IV -6.2.1 Conditions opératoires :

Chaque classe granulométrique subit une hydrodistillation sous les conditions suivantes :

- Volume d'eau 2 litres
- Temps d'extraction 5 heures
- Taux d'humidité 8.40 %
- Débit du distillât 0.4 - 0.6 litres / heure

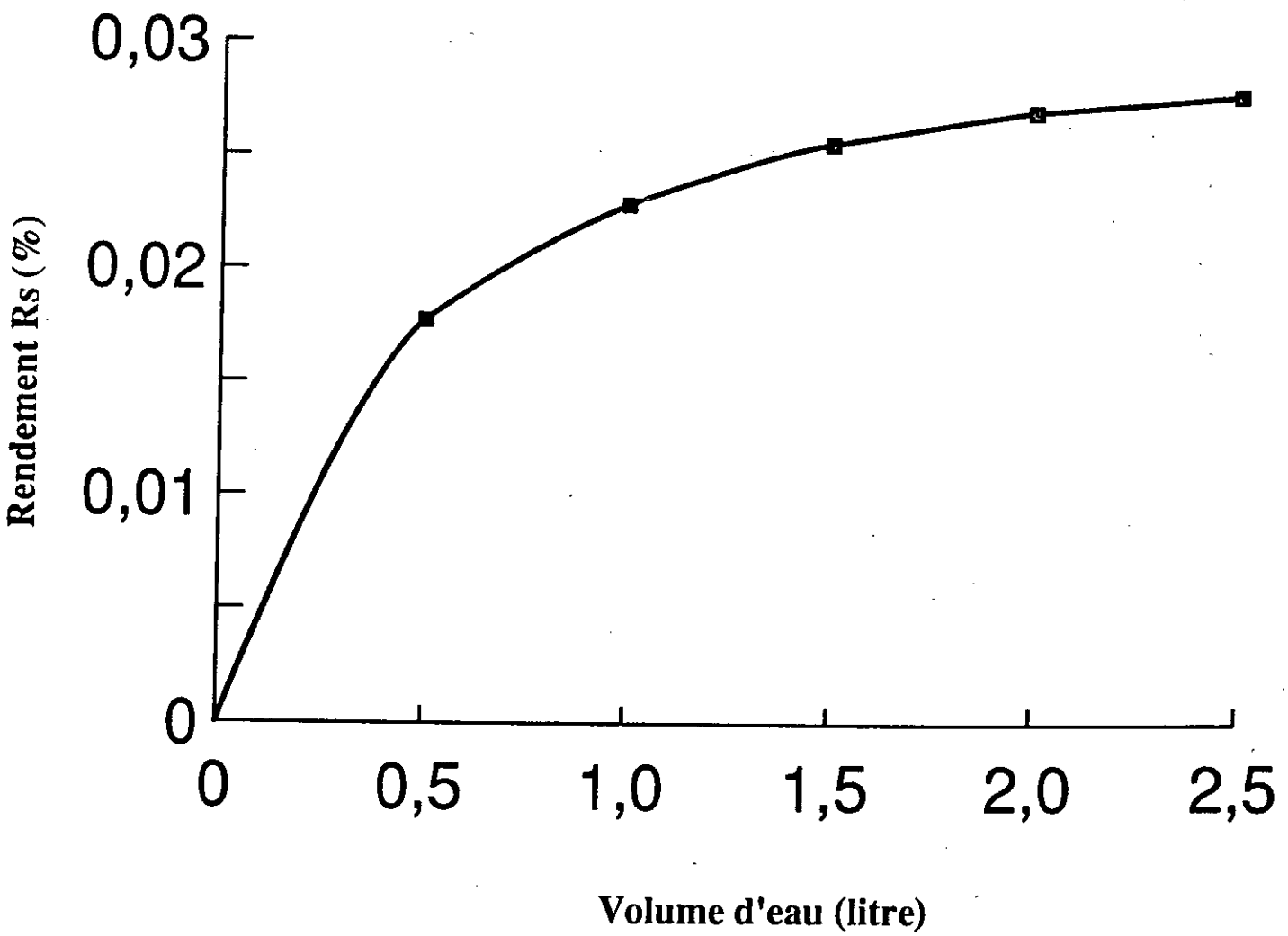


Figure 4 :
Variation du rendement global en huile essentielle en fonction
du volume d'eau.

V -6.2.2 Résultats et discussion :

Le tableau VI résume les données et résultats de l'expérience.

Classe	Overture des tamis (mm)	Masse de la Classe (gr)	Teneur des Classes (%)	Masse HE (gr)	Rs (gr)
1	Sup. à 2.0	102.71	40.81	0.0087	0.0092
2	1.12 - 2.0	92.90	36.91	0.0153	0.0180
3	Inf. à 1.12	56.06	22.28	0.0047	0.0092
4	Mélange des classe	251.67	100.00	0.0287	0.0124

Tableau VI :

Influence de la classe granulométrique sur le rendement.

Les résultats obtenus montrent que le meilleur rendement correspond aux aiguilles broyées et ayant les dimensions comprises entre 1.12 et 2.0 mm. Il est 2 fois supérieur aux classes dont les dimensions sont respectivement supérieures à 2.0 mm et inférieures à 1.2 mm, chose tout à fait remarquable étant donné que la plus grande subdivision ne correspond pas au bon rendement. cela peut s'expliquer par le fait que les aiguilles broyées finement se collent et forment une pâte d'ou la difficulté d'extraire l'huile esentielle.

Nous remarquons aussi que le rendement global pour les trois classes confodues est de 0.0124 % qui est une valeur plus petite que tout rendement obtenu jusqu'à présent avec les mêmes conditions.

Selon la théorie, le rendement diminue avec la subdivision dans le cas de dépôts exogènes des extraits; la subdivision entraine des pertes en huile essentielle. [7] Nous concluons, ainsi, que les aiguilles présentent, en majorité, des dépôts exogènes de l'huile essentielle. Ceci nous parrait tout à fait possible vue que les dimension de ces aiguilles et notamment leur épaisseur qui ne dépasse pas 1 mm.

Nous faisons remaquer que les aiguilles du cèdre ne se prêtent pas facilement au broyage, surtout dans le cas d'un fort taux d'humidité. compte tenu de celà et des rendements obtenus, nous conseillons leur utilisation telle qu'elles se présentent : sous forme de petits bouquets.

IV -6.3 Influence de la masse des aiguilles sur le rendement en huile essentielle pour un volume d'eau constant :

Pour étudier la variation du rendement global en huile essentielle en fonction de la masse des aiguilles du cèdre de Chréa, nous réalisons une série d'extractions correspondant à des masses d'aiguilles différentes.

IV -6.3.1 Conditions opératoires :

Nous optons pour les conditions opératoires suivantes :

- Volume d'eau 2 litres
- Temps d'extraction 5 heures
- Taux d'humidité 8.26 - 7.91 %
- Débit du distillât 0.4 - 0.6 litres / heure
- Masse des aiguilles 50, 75, 100 et 150 grs

IV -6.3.2 Résultat et discussion :

Masse des aiguilles (gr)	0.5	75	100	150
Taux d'humidité (%)	8.26		7.91	
Masse HE (gr)	0.0094	0.0121	0.0156	0.0181
Rendement Rs (%)	0.0204	0.0176	0.0169	0.0131

Tableau VII :

Influence de la masse des aiguilles sur le rendement.

La figure 5 révèle une augmentation de la masse d'huile essentielle extraite lorsque la masse de la matière végétal augmente. Seulement l'augmentation n'est pas lineaire et tend vers un palier pour les grandes masses. Ceci influe sur le rendement en sens inverse et nous voyons bien par la figure 6 que le rendement diminue. La diminution est importante puisque un écart de 0.0073 % est observé lorsque nous passons d'une masse de 50 grammes à une autre de 150 grammes.

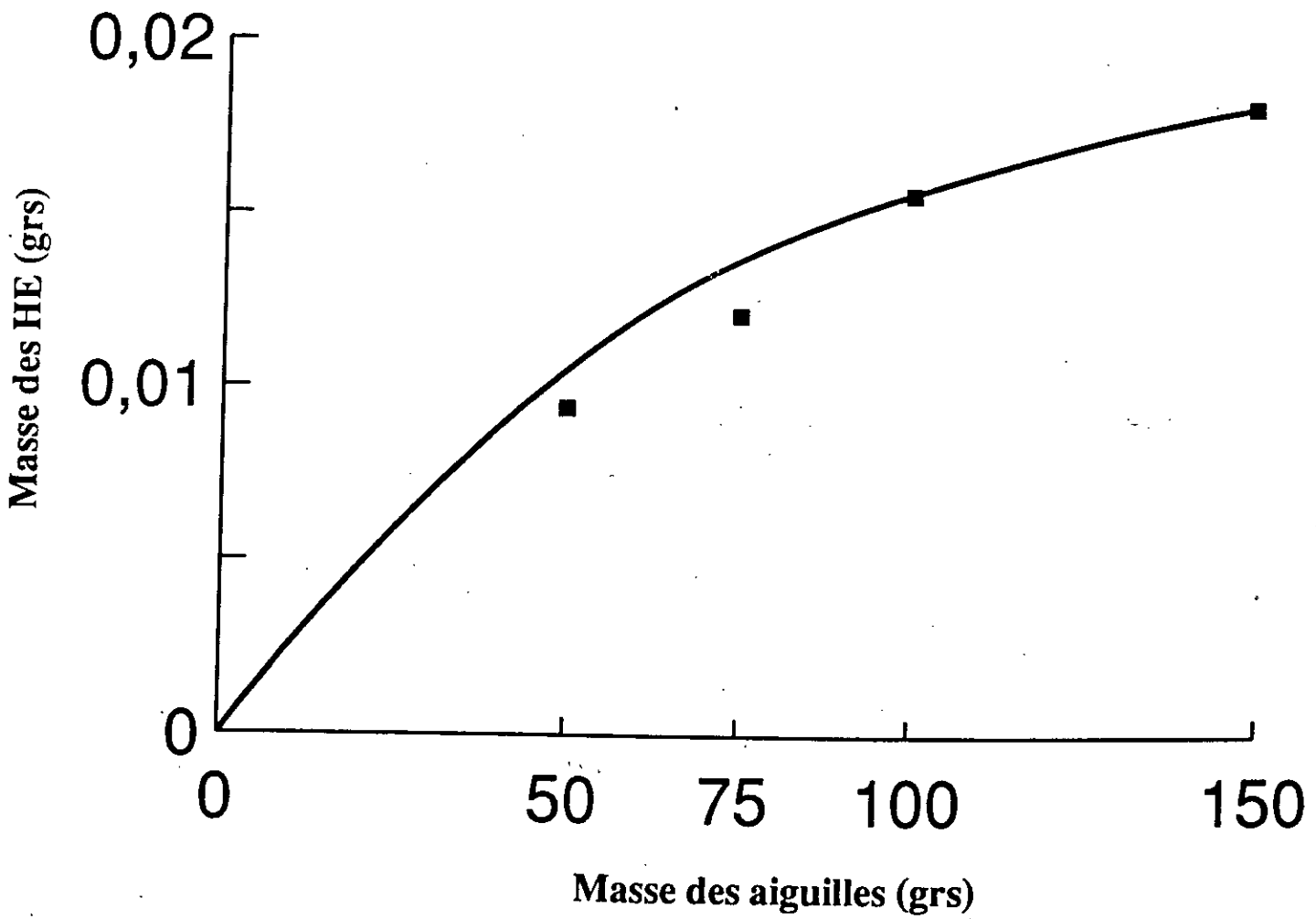


Figure 5 :
Variation de la masse d'huile essentielle en fonction de
la masse des aiguilles

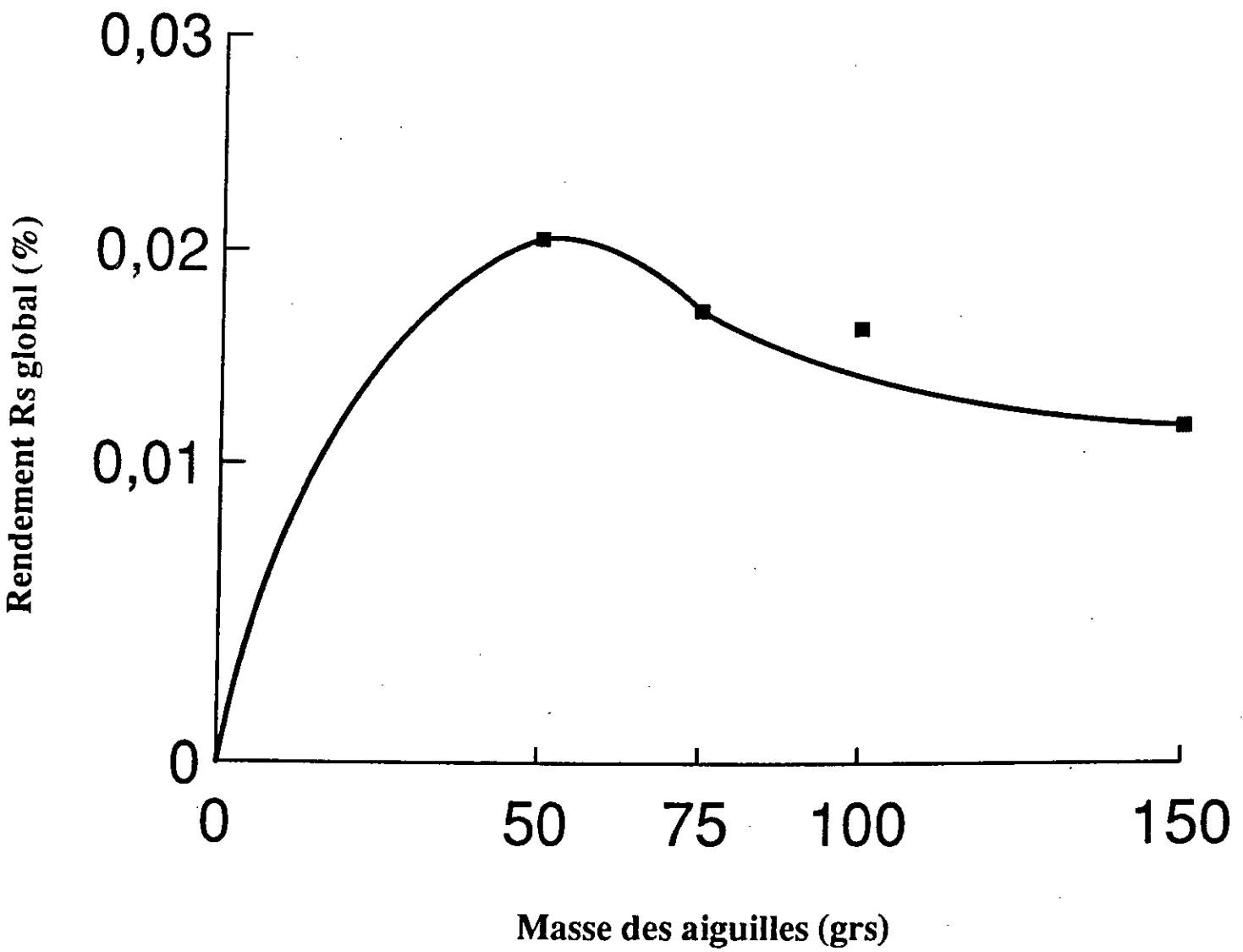


Figure 6 :
Variation du rendement global en huile essentielle en fonction de la
masse des aiguilles.

Nous pouvons dire que c'est le même phénomène qui a été obtenue lorsque nous augmentions le volume d'eau. En effet, augmenter la masse de la matière végétale équivaut à augmenter la concentration dans la phase aqueuse, donc diminuer le gradient de concentration d'où une diminution de la vitesse de transfert ce qui limite la diffusion et diminue le rendement.

Pour un même rapport masse de végétal sur volume d'eau, nous constatons une amélioration du rendement de 40 à 50 % lorsque le volume d'eau est important nous favorisons l'hydrodiffusion.

IV -6.4 Influence de la durée d'extraction sur le rendement :

Pour suivre l'évolution du rendement en huile essentielle avec le temps, nous réalisons pour des masses différentes, une hydrodistillation au cours de laquelle nous prélevons des fractions du distillât à des intervalles de temps choisis.

IV -6.4.1 Conditions opératoires :

Les conditions adoptées sont :

- Volume d'eau	2 litres
- Débit de distillation	0.4 - 0.6 litres / heure
- Masse des aiguilles	50, 75 et 100 grammes
- Taux d'humidité	5.57 %

IV -6.4.2 Résultats et discussion :

Les masses d'huiles essentielles obtenues pour chaque fractions et les rendements trouvés figurent dans le tableau VIII et sont illustrés par la figure 7.

l'examen du tableau VIII montre que le rendement des fractions augmente, pour les trois cas étudiés, jusqu'à une valeur optimale puis diminue considérablement. Les rendements optimaux s'obtiennent après 110 mn d'extraction et peuvent être localisés dans l'intervalle 120 - 150 mn. Cependant, l'extraction de quantités, non sans importance, continue et nous pouvons dire qu'au bout de 230 mn, environ 92 % de l'huile essentielle aura été extraite.

La figure 7, quand à elle, montre une augmentation continue du rendement global mais qui s'atténue considérablement après 250 mn d'extraction, l'évolution tend vers un palier.

Durée (mn)	Masse aiguilles : 50g Masse aiguilles : 75g Masse aiguilles : 100g								
	Taux d'humidité : 5.57 %								
	Masse HE (g)	Rs (%)	Rs glob. (%)	Masse HE (g)	Rs (%)	Rs glob. (%)	Masse HE (g)	Rs (%)	Rs glob. (%)
15	0.0002	0.0004	0.0004	0.0003	0.0004	0.0004	0.0005	0.0005	0.0005
30	0.0004	0.0008	0.0012	0.0007	0.0010	0.0014	0.0006	0.0006	0.0011
45	0.0009	0.0019	0.0031	0.0011	0.0016	0.0030	0.0011	0.0012	0.0023
60	0.0011	0.0023	0.0054	0.0016	0.0022	0.0052	0.0017	0.0018	0.0041
90	0.0013	0.0028	0.0082	0.0021	0.0030	0.0082	0.0026	0.0028	0.0069
120	0.0018	0.0038	0.0120	0.0027	0.0038	0.0120	0.0035	0.0037	0.0106
150	0.0025	0.0053	0.0173	0.0034	0.0048	0.0168	0.0032	0.0034	0.0140
210	0.0016	0.0034	0.0207	0.0019	0.0027	0.0195	0.0025	0.0026	0.0166
270	0.0007	0.0015	0.0222	0.0011	0.0015	0.0210	0.0015	0.0016	0.0182
Total	0.0105	0.0222	0.0222	0.0149	0.0210	0.0210	0.0172	0.0182	0.0182

Tableau VIII :
Influence de durée d'extraction sur le rendement
en huile essentielle

Des différents essais effectués nous pouvons tirer l'erreur expérimentale puisque certains d'entre eux ont été faits plusieurs fois dans les mêmes conditions opératoires. Cette erreur est, dans le cas le plus défavorable, inférieure à 9 %.

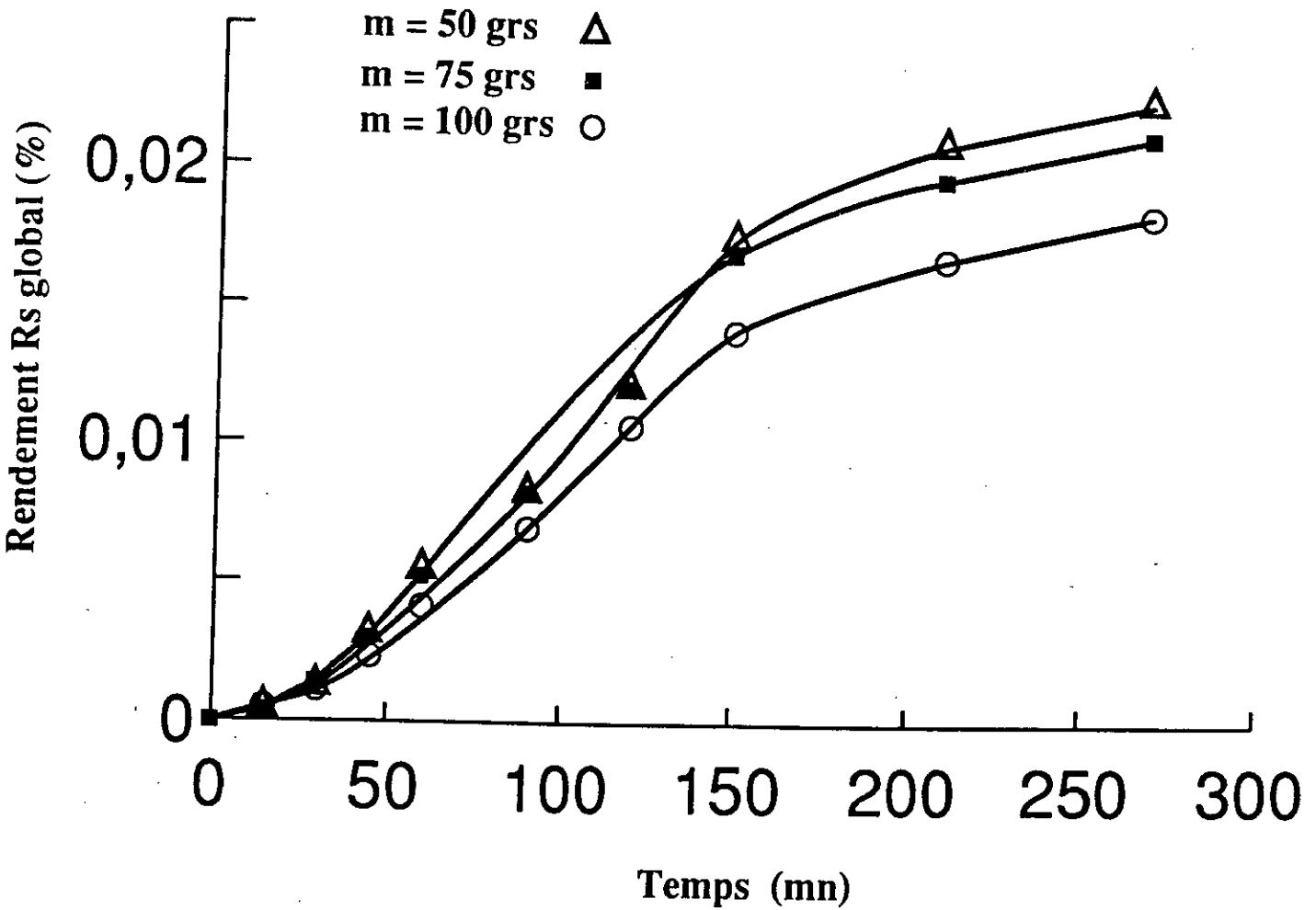


Figure 7 :

Variation du rendement global en huile essentielle en fonction du temps d'extraction à différentes masses des aiguilles.

CHAPITRE V

**EXTRACTION PAR
ENTRAÎNEMENT A LA
VAPEUR D'EAU**

Y - EXTRACTION PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU :

Les rendements obtenus par hydrodistillation étant très faibles, nous nous proposons de faire un entraînement à la vapeur d'eau et comparer les rendements des deux procédés.

Dans un premier temps, nous allons faire un entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire; nous passerons, ensuite, à l'échelle semi-pilote. Les résultats nous permettront de conclure sur l'influence de l'échelle.

Y -1- Echelle laboratoire :

Y -1.1 Description de l'appareillage et mode opératoire :

Le montage utilisé, figure 8, comporte un ballon (1) rempli d'eau et chauffé par un chauffe ballon (2). La puissance de chauffe est réglée pour porter l'eau à ébullition; la vapeur générée passe à travers la matière végétale dans la colonne d'extraction (3). Chargée en extraits, la vapeur passe dans un réfrigérant (4) où elle se condense et est recueillie dans un Erlen. Meyer (5).

La colonne d'extraction (3) est une colonne à double paroi dans laquelle circule de l'eau chaude pour éviter la condensation de la la vapeur et des extraits sur la paroi de la colonne et sur la matière végétale.

Y -1.2 Récupération des huiles essentielles :

A des intervalles de temps choisis, l'Erlen (5) est remplacé par un autre, son contenu est mélangé avec le dichlorométhane et laissé décanter dans une ampoule. L'huile essentielle étant soluble dans le dichlorométhane et présentant un caractère hydrophobe, elle passe dans la phase organique. Celle-ci subit une distillation atmosphérique en utilisant le montage habituelle de la figure 3; le résidu est pesé pour déterminer la masse d'huile essentielle extraite et le rendement obtenu.

Y -1.3 Conditions opératoires :

Dans cette partie, nous réalisons deux expériences successives sur des aiguilles du cèdre de Chréa au cours des quelles nous suivons l'évolution de la quantité d'extraits. Les paramètres opératoires, pour les deux expériences, sont les suivants :

1- Ballon
2- Chauffe ballon
3- Colonne d'extraction
4- Réfrigérante
5- Erlen de recette

6- Coude
7- Entrée d'eau chaude
8- Sortie d'eau chaude
9- Entrée d'eau froide
10- Sortie d'eau froide

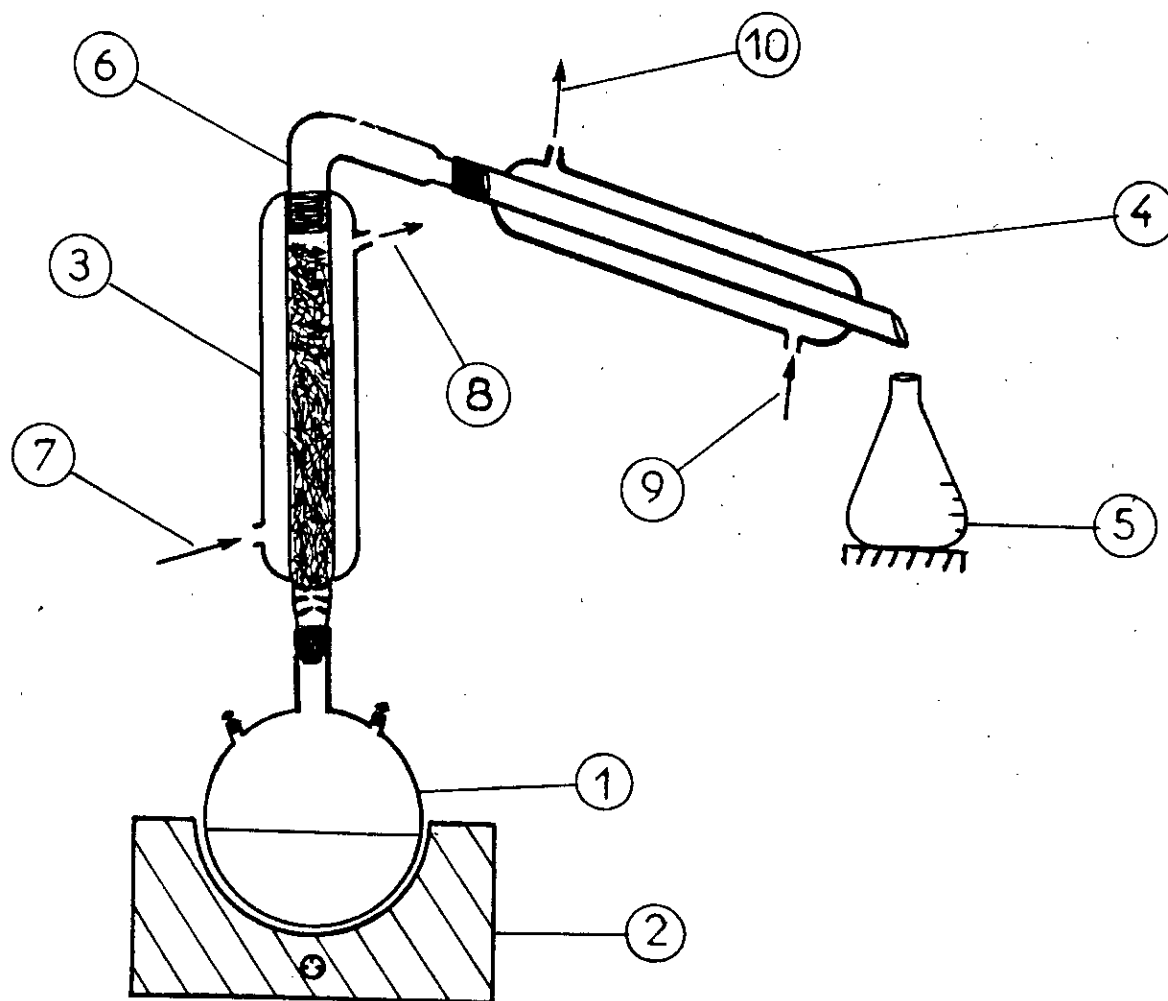


Figure 8 :
Appareil de l'entraînement à la vapeur d'eau

- Capacité du ballon 3 litres
- Débit de distillation 0.4 - 0.6 litres / heure
- Masse des aiguilles 80 grammes
- Taux d'humidité 6.49 %
- Diamètre de la colonne 6.49 cm

Y -1.4 Résultats et discussion :

Les résultats de l'étude sont portés dans le tableau X comprenant la variation du rendement de chaque fraction et le rendement global.

La figure 9 traduisant les résultats obtenus, reflète les variations qui suivent la même allure que les courbes de la figure 7.

Durée (mn)	Expérience 1			Expérience 2		
	Masse HE (g)	Rs (%)	Rs glob. (%)	Masse HE (g)	Rs (%)	Rs glob. (%)
15	0.0006	0.0008	0.0008	0.0005	0.0007	0.0007
30	0.0004	0.0005	0.0013	0.0007	0.0009	0.0016
45	0.0009	0.0012	0.0025	0.0011	0.0015	0.0031
60	0.0014	0.0019	0.0044	0.0015	0.0020	0.0051
90	0.0016	0.0021	0.0065	0.0024	0.0032	0.0083
120	0.0028	0.0037	0.0102	0.0036	0.0048	0.0131
150	0.0037	0.0049	0.0151	0.0021	0.0028	0.0159
210	0.0016	0.0021	0.0172	0.0017	0.0023	0.0182
270	0.0005	0.0009	0.0181	0.0011	0.0011	0.0193
Total	0.0135	0.0181	0.0181	0.0144	0.0193	0.0193

Tableau X :

Influence de la durée d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau sur le rendement.

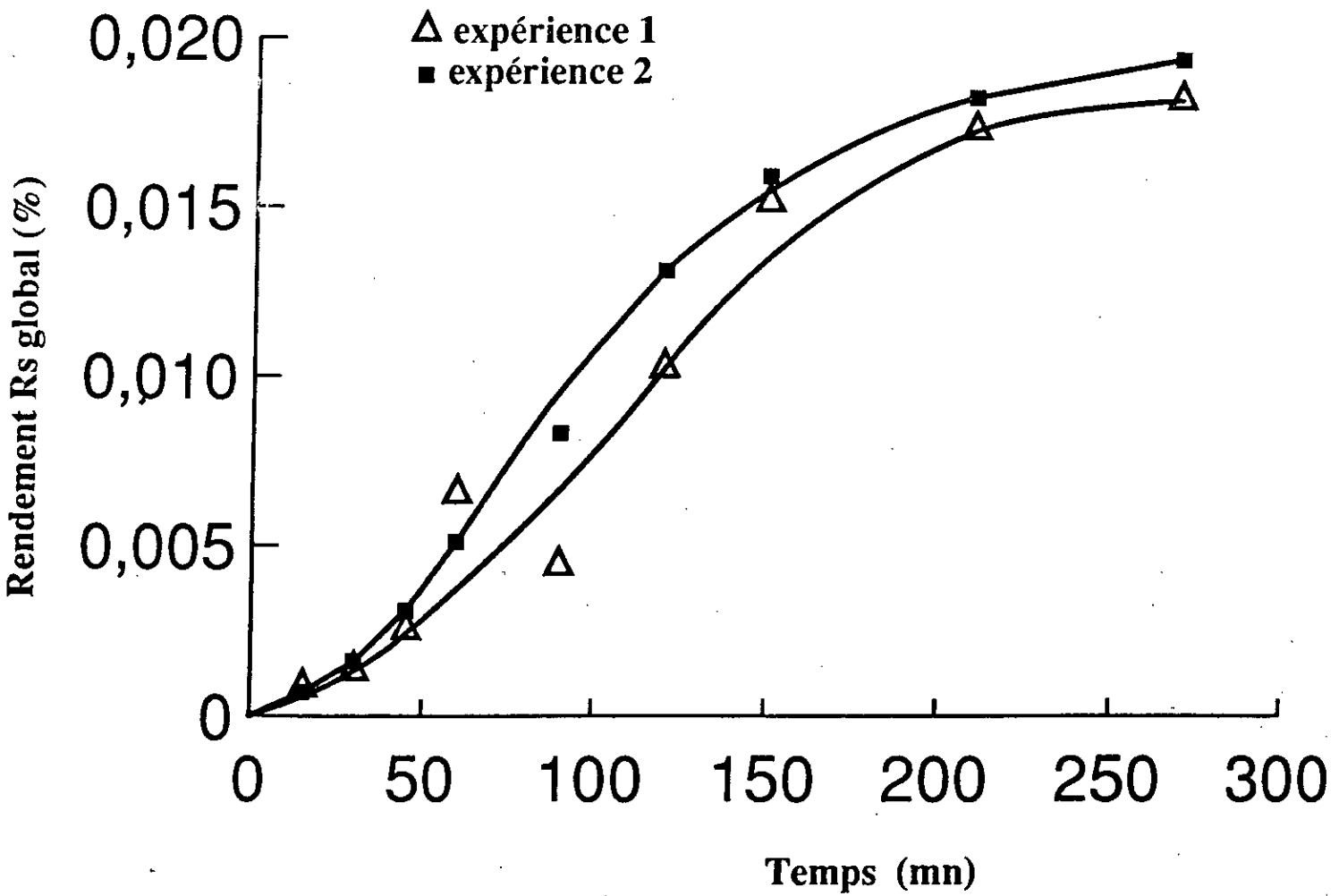


Figure 9 :
Variation du rendement global en huile essentielle en fonction du temps d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.

Un maximum de rendement est récupéré entre 120 et 150 minutes d'extraction. Après 220 - 240 minutes, environ 94 à 96% de l'huile essentielle sont extraits.

Nous constatons, aussi, que le rendement global obtenu par entraînement à la vapeur d'eau est pratiquement du même ordre de grandeur que celui obtenu par l'hydrodistillation.

L'erreur expérimentale dans ce cas est de 6.4%.

Y -2- Echelle semi-pilote :

Tout comme dans la partie précédente, celle-ci a pour objectif l'étude de la variation du rendement global en huile essentielle en fonction du temps. De plus, nous pourrons comparer les rendements globaux obtenus.

Y -2.1 Description de l'appareillage :

L'échelle semi-pilote est une échelle intermédiaire entre le laboratoire et l'industrie. L'appareil distillatoire schématisé par la figure 10, comporte trois parties essentielles : la chaudière, le distillateur ou alambic et le condenseur.

Y -2.1.1 La chaudière :

La chaudière ou génératrice de vapeur est de forme cylindrique et de dimensions 1000 X 400 mm; elle est réalisée en acier inoxydable recouverte d'une couche de liège pour diminuer les pertes de chaleur.

A la partie inférieure se trouve une conduite pour alimenter la chaudière en eau et à la partie supérieure une autre conduite pour la vapeur d'eau. Elle est munie d'un manomètre, d'un thermomètre, d'une soupape de sécurité et d'un indicateur de niveau placé sur la paroi latérale. Le chauffage et la puissance de chauffe sont contrôlés par des résistances immergées dans l'eau

Y -2.1.2 Le distillateur :

Le distillateur ou alambic est constitué de deux parties, un cylindre en cuivre à double paroi, dit curcubite et un chapiteau de forme conique se terminant par un col de cygne.

Deux distributeurs de vapeur sont placés en bas de la curcubite, l'un servant à réchauffer la double paroi et l'autre pour faire l'extraction.

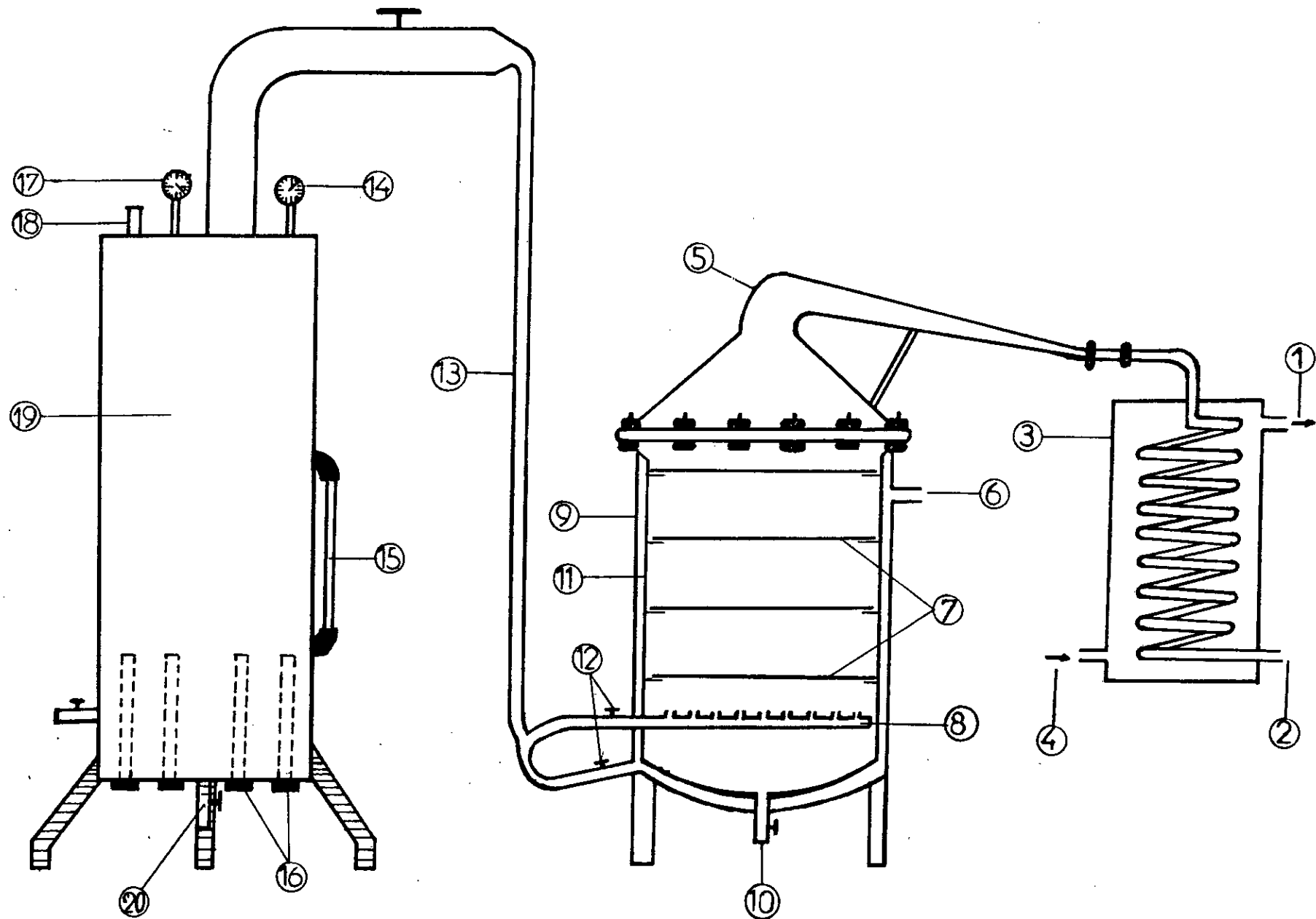


Figure 10 : Appareil de distillation.

Légende de la figure 10 :

- 1- Sortie d'eau
- 2- Récupération du distillât
- 3- Condenseur
- 4- Entré d'eau
- 5- Chapiteau à col de cygne
- 6- Sortie de vapeur
- 7- Plateaux
- 8- Distributeur de vapeur
- 9- Alambic
- 10- Vanne de récupération des eaux de condensation
- 11- Paroi interieur de l'alambic
- 12- Vannes de contrôle
- 13- Conduite de vapeur
- 14- Sonde thermométrique
- 15- Indicateur du niveau d'eau
- 16- Résistances
- 17- Sonde barométrique
- 18- Soupape de sécurité
- 19- Chaudière
- 20- Vanne de purge

- Masse des aiguilles
- Taux d'humidité

300 grammes
9.12 %

Y -2.4 Résultats et discussions :

Le tableau X, regroupe les résultats obtenus et le calcul des rendements.

Sur la base de ces résultats, nous remarquons que la quantité d'huile essentielle extraite est environ 3 fois plus importante que dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire ou de l'hydrodistillation.

Durée (mn)	Expérience 1			Expérience 2		
	Masse HE (g)	Rs (%)	Rs glob. (%)	Masse HE (g)	Rs (%)	Rs glob. (%)
15	0.0140	0.0051	0.0051	0.0159	0.0058	0.0058
30	0.0190	0.0070	0.0121	0.0177	0.0065	0.0123
45	0.0172	0.0063	0.0184	0.0198	0.0073	0.0196
60	0.0209	0.0077	0.0261	0.0203	0.0074	0.0270
90	0.0235	0.0086	0.0347	0.0226	0.0083	0.0353
120	0.0185	0.0068	0.0415	0.0261	0.0096	0.0449
150	0.0098	0.0036	0.0451	0.0191	0.0070	0.0519
210	0.0087	0.0032	0.0483	0.0114	0.0042	0.0561
270	0.0043	0.0016	0.0499	0.0062	0.0023	0.0584
Total	0.1359	0.0499	0.0499	0.1591	0.0584	0.0584

Tableau X :

**Influence de la durée d'extraction et de la répartition
sur le rendement.**

Ceci est du, à notre avis, au fait que la matière végétale soit plus espacée, à la quantité de vapeur importante et que le contact vapeur-aiguilles soit meilleur. En effet, l'augmentation du débit fait augmenter le rendement jusqu'à un optimum.

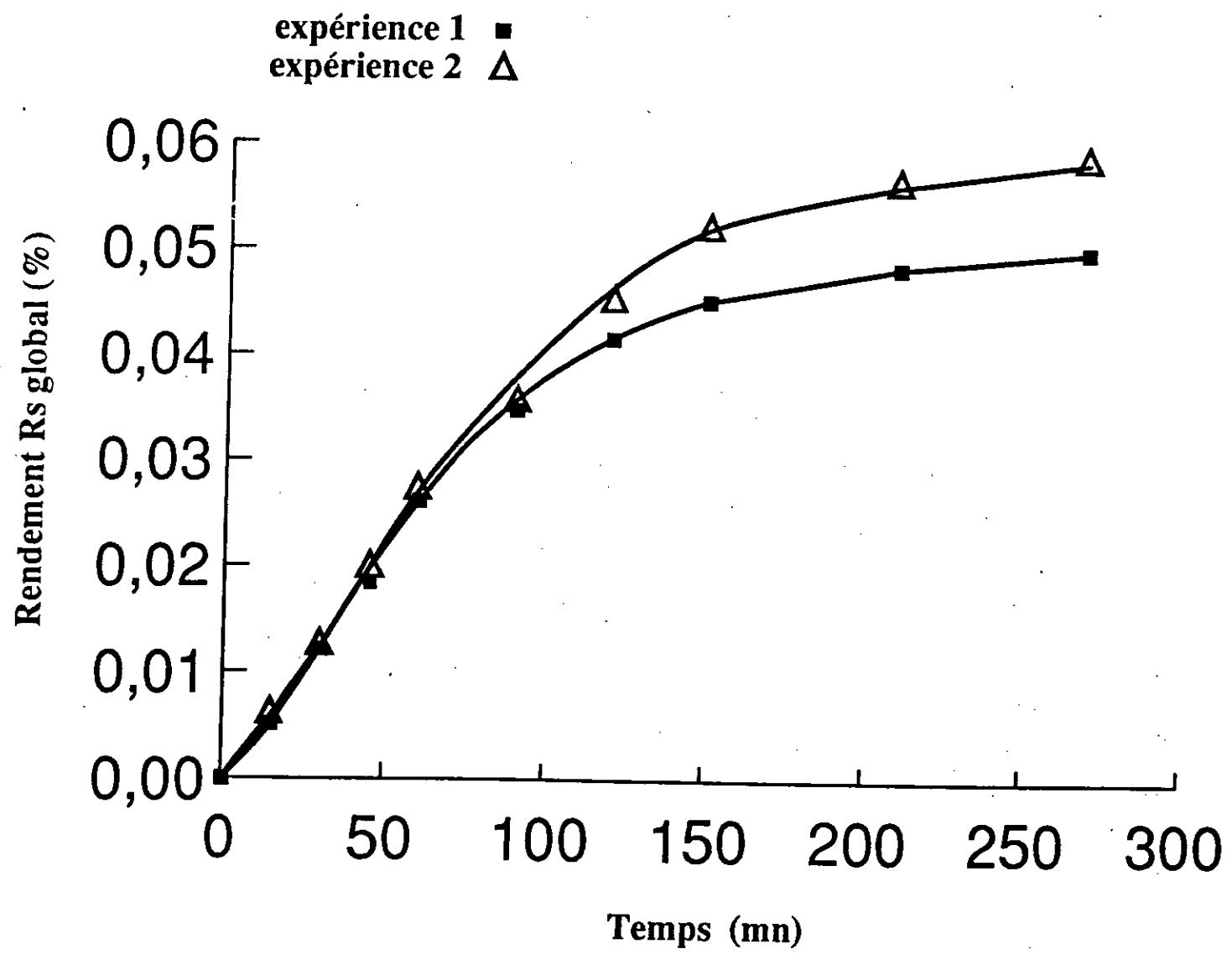
Dans le cas de la colonne d'extraction, son diamètre étant de 6,49 cm les aiguilles s'y tassaient au fur et à mesure qu'elles s'imprégnaient de vapeur, l'échange de matières est ainsi diminué.

Nous constatons, d'ailleurs, l'effet positif de la répartition; nous obtenons 0,0232 grammes d'huile essentielle en plus, ce qui correspond à une variation relative à 17%.

En ce qui concerne l'évolution en fonction du temps, la figure 11 relate la même allure obtenue auparavant. Un rendement maximum est obtenu à 100-140 mn d'extraction et à 210 mn, 96% de l'huile essentielle est déjà extraite.

D'après plusieurs travaux effectués sur cette installation semi-pilote et sur plusieurs plantes (feuilles d'eucalyptus, aiguilles de pin...), le rendement devrait augmenter avec le débit, il serait donc possible d'atteindre des rendements supérieurs.

Variation du rendement global en huile essentielle en fonction de la répartition et du temps d'extraction dans un alambic .
Figure 11



CHAPITRE VI

*EXTRACTION PAR
SOLVANTS VOLATILS*

VI - EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS :

VI -1- Introduction :

Cette partie est consacrée à l'étude de l'extraction des essences des aiguilles du cèdre par circulation continue d'un solvant volatil, le n-héxane. La matière végétale provient de deux cèdres différentes à savoir celle de Batna et celle de Chréa.

VI -2- Appareillage et mode opératoire :

L'extracteur utilisé est de type Soxhlet, figure 12; le corps de ce dernier (1) contenant une cartouche (2) remplie de matière végétale (aiguilles), surmonte un ballon (3) contenant le solvant. Celui-ci est vaporisé puis condensé dans le réfrigérant (4) et traverse le lit d'aiguilles par percolation; le solvant se sature périodiquement et par l'amorçage d'un siphon (5) se déverse dans le ballon.

La solution du ballon s'enrichit continuellement en extraits et les aiguilles se trouvent toujours en contact avec un solvant frais. Un chauffe ballon (6) réglé permet la distillation continue du solvant.

VI -3- Purification du solvant :

Avant de procéder à l'extraction proprement dite, nous purifions le solvant car la qualité de l'essence dépend dans une large mesure de la pureté du solvant.

La purification n'est autre que la distillation simple faite dans un montage similaire à celui de la figure 3. Le solvant technique est mis dans le ballon, muni cette fois-ci d'une ampoule à décanter pour assurer une alimentation continue en solvant dans le ballon.

L'opération se fait de la même manière décrite dans le paragraphe IV-2. Il faut, cependant, s'assurer que la température des vapeurs montantes soit voisine de 68 °C correspondant à celle des vapeurs du n-héxane.

VI -4- Spécifications du solvant :

Le solvant obtenu, après purification, présente les caractéristiques suivantes :

- 1- Soxhlet
- 2- Cartouche
- 3- Ballon
- 4-Réfrigérant

- 5- Siphon
- 6- Chauffe ballon
- 7- Entrée d'eau
- 8- Sortie d'eau

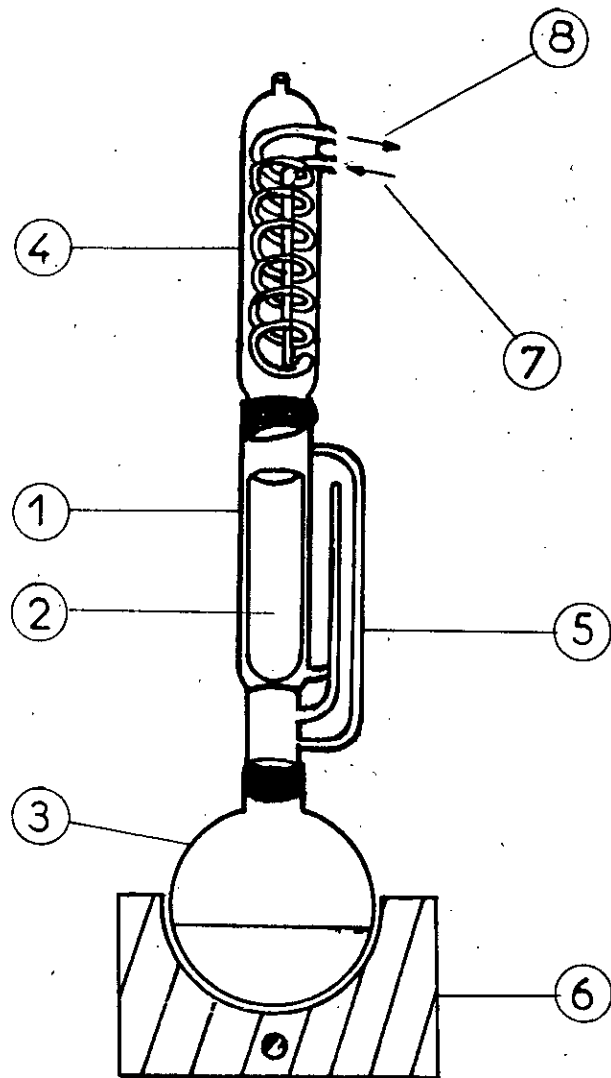


Figure 12 : Extracteur soxhlet

- Densité d_4^{20}	0.6815
- Indice de réfraction n_D^{20}	1.3749
- Température d'ébullition	68 °C

VI -5- Séparation des extraits :

Après l'opération d'extraction, nous procédons à une étape de récupération du solvant et qui consiste à isoler les extraits du solvant. Cette étape suit le même protocole que la purification, sauf que nous utiliserons un évaporateur rotatif, figure 13, fonctionnant sous vide. Le vide permet de réduire la température d'ébullition des produits et évité ainsi la détérioration de l'essence végétale extraite.

VI -6- Conditions opératoires :

Les seuls paramètres important sont la durée d'extraction et la nature du solvant. Le n-héxane demeure le solvant le plus utilisé de par ses qualités techniques et économiques. Quand à la durée d'extraction, nous avons opter pour une durée variant entre 24 et 26 heures pour récupérer le maximum d'extraits.

VI -7- Obtention de l'absolue :

L'essence végétale obtenue par circulation continue du n-héxane jusqu'à l'épuisement total est dite concrète. Celle-ci contient des composés légers et des composés lourds constitués de cires et de résines. La concrète est pesée à sec pour calculer le rendement de l'opération.

L'ajout de l'éthanol à la concrète, après pesée, permet une solubilisation des légers et une cristallisation des composés lourds, qui est d'autant plus efficace que la température est basse (-13 °C) une filtration à froid permet donc d'obtenir un extrait formé par les composés légers et dit l'absolue.

Après évaporation de l'éthanol, nous pesons l'absolue pour déterminer le rendement.

VI -8- Résultats et discussion :

Le tableau XI met en évidence les résultats obtenus pour différentes masses et différentes charges (aiguilles provenant de Batna et de Chréa).

- 1- Bain d'huile
- 2- Ballon de la charge
- 3- Moteur
- 4- Réfrigérant

- 5- Entrée d'eau
- 6- Sortie d'eau
- 7- Ballon de recette
- 8- Support

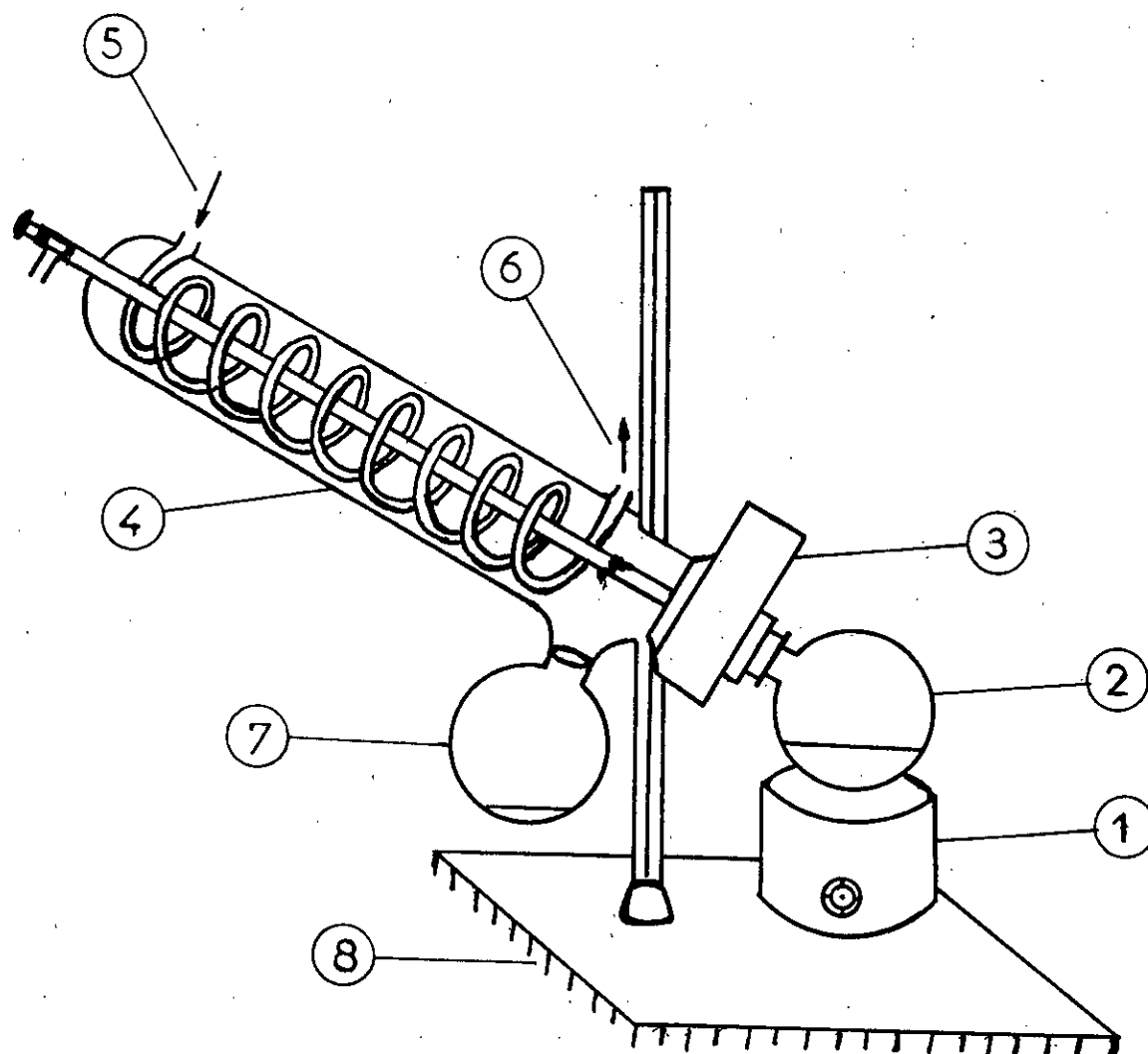


Figure 13 : Evaporateur rotatif

Temps d'extraction	24 - 26 heures			
Cédraie	Batna		Chr�a	
Masse des aiguilles (gramme)	15	20	15	20
Taux d'humidit�	13.77 %		11.98 %	
Masse concr�te (gr)	0.2382	0.4759	0.3138	0.5425
Rh (%)	1.588	2.380	2.092	2.713
Rs (%)	1.842	2.759	2.377	3.082
Masse absolue (gr)	0.1722	0.2371	0.1608	0.2186
Rh (%)	1.148	1.185	1.072	1.093
Rs (%)	1.331	1.373	1.218	1.242

Tableau XI :
Rendement en concr tes et absolues des aiguilles du c dre de l'Atlas

Nous avons d j  vu que les aiguilles du c dre de Chr a contenaient plus d'huile essentielle que celles du c dre de Batna. La encore, nous remarquons quelles sont plus riches en concr te; dans le cas des aiguilles du c dre de Chr a, nous obtenons un rendement plus important en concr te.

Cependant et en ce qui concerne l'absolue, l'ordre est invers ; les aiguilles du c dre de Batna comptent dans leur concr te plus de compos s l gers que de lourds.

Toute fois l'écart n'est pas très important, mais les rendements en concrètes et absolues récupérées sont largement plus importants que ceux des huiles essentielles et représentent environ le tiers du rendement obtenue avec le bois.

VII - ANALYSES DES ESSENCES DES AIGUILLES DU CEDRE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Dans le but de valoriser notre essence extraite par les différents procédés cités avant, pour les aiguilles, il serait très utile de les analyser et de visualiser l'influence du mode d'extraction sur la composition des huiles essentielles.

Les analyses sont effectuées sur un appareil équipé d'une colonne DB5 5% phényl greffé (phényl méthyl polysiloxane) de longueur 30 mètres, le débit est fixé à 1 ml / mn et la division à 1 / 50.

Mais étant donné que nos analyses ont été réalisées sur une phase apolaire, l'identification des constituants majoritaires de l'huile essentielle n'a pu être faite vu que les travaux d'analyses antérieurs ont été fait sur des colonnes non équivalente et dans des conditions opératoires différentes.

Cependant, certains composés ont pu être identifiés, ces composés sont :

- α pinéne	2.63 %
- α cédréne	52.88 %
- β cédréne	9.6 %
- cédrénol	1.24 %

Les chromatogrammes sont regroupés dans l'annexe 2.

L'appareil utilisée est un HP 5710 A
Détecteur FID, T° : 300 °C
Injecteur à diviseur d'entrée 1/50, T° : 250 °C

CONCLUSION

CONCLUSION

Cette étude, menée dans le but de valoriser les aiguilles du cèdre de l'Atlas mais pour des rendements concurrentiels avec ceux obtenus dans le cas du bois pour éviter la détérioration de nos cèdraies, montre que les huiles essentielles récupérées par entraînement à la vapeur d'eau ou par hydrodistillation sont en très faible quantité, de l'ordre de 0.02 % à l'échelle laboratoire ou de l'ordre de 0.06 % à l'échelle semi-pilote. ces résultats sont non encourageants quant au développement de cette technique.

Par contre l'extraction par solvant (n-héxane) donne des rendements de l'ordre de 3 %, qui sont environ le 1/3 de ceux obtenus avec le bois. Ce résultat est très favorable à la récupération des concrètes des aiguilles au lieu du bois; néanmoins il faut vérifier si les compositions sont similaires, pour cela une analyse qualitative des extraits doit être effectué sur colonne polaire.

Pour cela nous suggérons qu'une analyse approfondie soit menée pour apprécier la qualité de l'huile, et ce ci effectué en couplant la spectrométrie de masse à la chromatographie en phase gazeuse.

- [1] - Toth. Le cèdre, "BULL DE LA VULGARISATION FORÉSTIÈRE", 114, 1971
- [2] - P. Boudy "GUIDE DU FORÉSTIER EN AFRIQUE DU NORD", Ed la Maison Rustique. Paris 1952.
- [3] - Halimi "L'ATLAS BLIDÉEN". INA 1984.
- [4] - P. Boudy "ECONOMIE FORÉSTIERE NORD AFRICAINE, MONOGRAPHIE ET TRAITEMENT DES ESSENCES FORÉSTIÈRES". Ed. La Rose Tom 2, 878 Paris 1950.
- [5] - A. Azzouni "ETUDE DE LA CROISSANCE ET DE LA PRODUCTIVITÉ DU CEDRUS ATLANTICA MANETTI". INA 1980.
- [6] - A. Nedjahi "LA CROISSANCE ET LA PRODUCTIVITÉ DU CEDRE DE L'ATLAS À CHRÉA". Annales de la recherche forestière en Algérie. Sem INRF Vol 2, 27, 1987.
- [7] - E. Gueorguiev "TECHNOLOGIE DES PRODUITS AROMATIQUES". Plodiv 1980, 7.
- [8] - T. Bernardi, F. Perineau, R. Bravo, M. Delmas, A. Gaset "INFORMATION CHIMIQUE". 1988, 179-184, 298.
- [9] - Y. R. Naves "QU'EST CE QU'UNE HUILE ESSENTIELLE". Ind. Chim. Belyc (1) 1964.
- [10] - E. Guenther "THE ESSENTIAL OILS". Tom 3 Ed. Robert E. Krieger 1948, nouvelle ed.
- [11] - E. Geldmeister, F. R. Hoffmann "LES HUILES ESSENTIELLES". Vol. 1 Ed. Technip Paris 1972.
- [12] - R. Delange. "ESSENCES NATURELLES ET PARFUMS". Ed. Armand Colin Paris 1930.
- [13] - Y. R. Naves "TECHNOLOGIE ET CHIMIE DES PARFUMS NATURELS". Ed. Masso et Cie Paris 1974.
- [14] - "LA PARFUMERIE MODERNE". Revue scientifique 1922.
- [15] - M. Plattier, M. Teisseire "CONTRIBUTION À LA CONNAISSANCE DE L'HUILE ESSENTIELLE DU CEDRE DE L'ATLAS". Août 1972.
- [16] - Grimal "COMPTES RENDUS DE L'ACADEMIE DES SCIENCES". Paris 1902.
- [17] - S. Chandra, M. C. Prassard "INDIAN VET JOURNAL". 30-34, janvier 1989.
- [18] - R. Anton "ACTUALITÉS PHARMACEUTIQUES". 154, 23-30, Avril 1979.
- [19] - A. G. Appell, T. P. Mack "JOURNAL OF ECONOMIC ENTOMOLOGY". 82 (1), 152-155, 1989.
- [20] - J. V. R. Chemier, B. J. R. Philogene "JOURNAL OF CHEMICAL ECOLOGY". 15 (6), 1729-1745, 1989.
- [21] - "THE ESSENTIAL OILS SUB-COMITTEE". Analyst 1971, 887-894, 96.
- [22] - D. J. Cram, G. S. Hammand "CHIMIE ORGANIQUE". Vol. 2, Gauthier Villars, 1963.
- [23] - E. Geldmeister, F. R. Hoffmann "DIE ATERISCHEN". Tom 2, 2ème Ed. 1919.
- [24] - A. Pfeau "HELV. CHIM. ACTA". 1932, 15.
- [25] - A. Pfeau, P. Plattner "HELV. CHIM. ACTA". 1934, 17.

- [26] - M. Pattier, P. Teisseire "RECHERCHES". 19, 1974, 153.
- [27] - M. Pattier, P. Teisseire "RECHERCHES". 24, 1974, 167.
- [28] - M. Y. Boumghar, thèse Majister, ENP, Alger, 1989.
- [29] - E. Ben Youssef, thèse Majister, ENP, Alger, 1990.
- [30] - Y. Dahoun, Projet de fin d'étude, ENP, Alger, 1990.
- [31] - P. Whuitier, "RAFFINAGE ET GENIE CHIMIQUE". Tom 1, Ed. Technip, Paris 1972.
- [32] - "NORME AFNOR". NFT 75-113.
- [33] - "NORME AFNOR". NFT 75-112.
- [34] - "NORME AFNOR". NFT 75-101.
- [35] - Massy., "BULL SOC SCI NATUR.". Maroc, Botton Applli, 16, 1924, n°1.
- [36] - Anonyme, "BULL IMP INST". 21, 1923, 501.
- [37] - Roberts, "JOURNAL CHEM SOC". 109, 1916, 791.
- [38] - Berschimmel & Co. Avril 1915, 54.
- [39] - K. Rao, "INDIAN FOREST RECORDS". 9, 1922, 111.
- [40] - Berschimmel & Co. Octobre 1930, 130.
- [41] - Massy, "CHIMIE ET INDUSTRIE". 8, 1922, 464.
- [42] - Berschimmel & Co. Octobre 1911, 105.
- [43] - E. Geldmeister, F. R. Hoffmann "DIE ATERISCHEN". Tom 3, 2éme Ed. 1919.
- [44] - H. Tatu, "L'INDUSTRIE MODERNE DES PARFUMS". J. B. Baillere 1932.
- [45] - A. Shreves "CHEMICAL INDUSTRIES". Mc Graw - Hill 1985.
- [46] - R. Gelu "INDUSTRIE ALIMENTAIRE ET AGRICOLE". 1989.
- [47] - Bocchio "PARFUMS, COSMETIQUES, AROMES". 61, 1985.
- [48] - Ph. Morin, C. Gunther, L. Peyron, H. Richard "BULL SOC CHIM FR". 1985, 921-930, 5.
- [49] - B. S. Lemberg "PARFUMER AND FLARONST EDITION". 11, 1981.
- [50] - T. Bernardi, F. Perineau, R. Bravo, A. Gaset "INFORMATION CHIMIQUE". 298 (10), 1988.
- [51] - C. V. Rechenberg "THEORIE GWINNUNG AND TERNNUNG DER ATHERISCHEN OLE DURCH DISTILLATION". Mittiz Beileipzig, Selbesverlag Von Schimmel & Co, 261-317, 1910.
- [52] - O. H. Angeledis "REVUE DES OLEAGINEUX". n°8, 9 Août, Sept. 1968.
- [53] - N. Ben Yahia, Projet de fin d'étude, ENP, Alger, 1988.
- [54] - S. Boustilla, Projet de fin d'étude, ENP, Alger, 1992.

ANNEXE I

*DÉTERMINATION DU
TAUX D'HUMIDITÉ DE LA
MATIÈRE VÉGÉTALE*

Un appareil dit de Dean & Stark et schématisé par la figure 14, est largement utilisé pour la détermination des teneurs en eau des matières végétales et des produits liquides.

Dans un ballon de 500 ml, nous introduisons 15 grs d'aiguilles de cèdre et nous versons 200 ml de xylène. Le ballon est surmonté d'un réfrigérant qui sert à condenser les vapeurs constituées d'eau provenant de la matière végétale et de xylène. L'eau se sépare du xylène et s'accumule dans le tube de recette gradué.

La lecture se fait après s'en être assuré que le niveau d'eau surmonté par le solvant reste constant. Le taux d'humidité est ainsi calculé en utilisant l'expression suivante :

$$H = \frac{V \times 0.998}{M} \times 100$$

- H : taux d'humidité en %
- V : volume d'eau en ml
- M : masse de la matière végétale en grs

1- Ballon de distillation
2-Réfrigérant
3-Sortie d'eau

4-Chauffe ballon
5- Tube de recette
6-Entrée d'eau

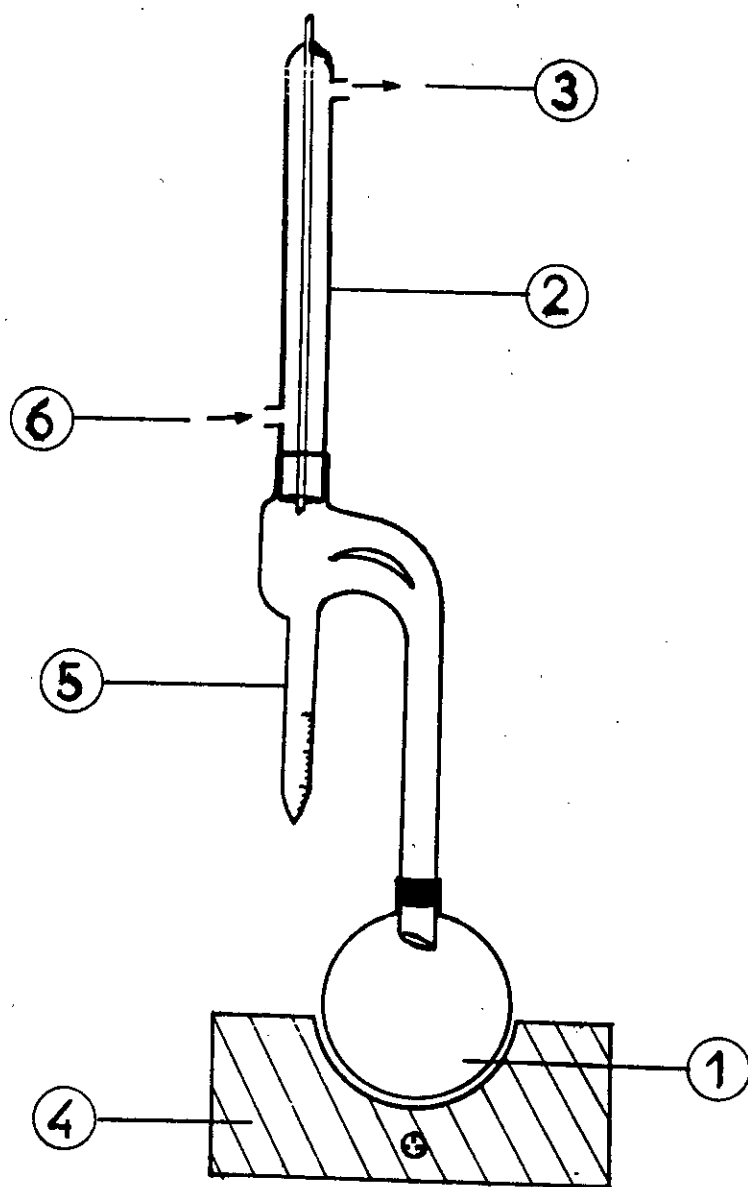
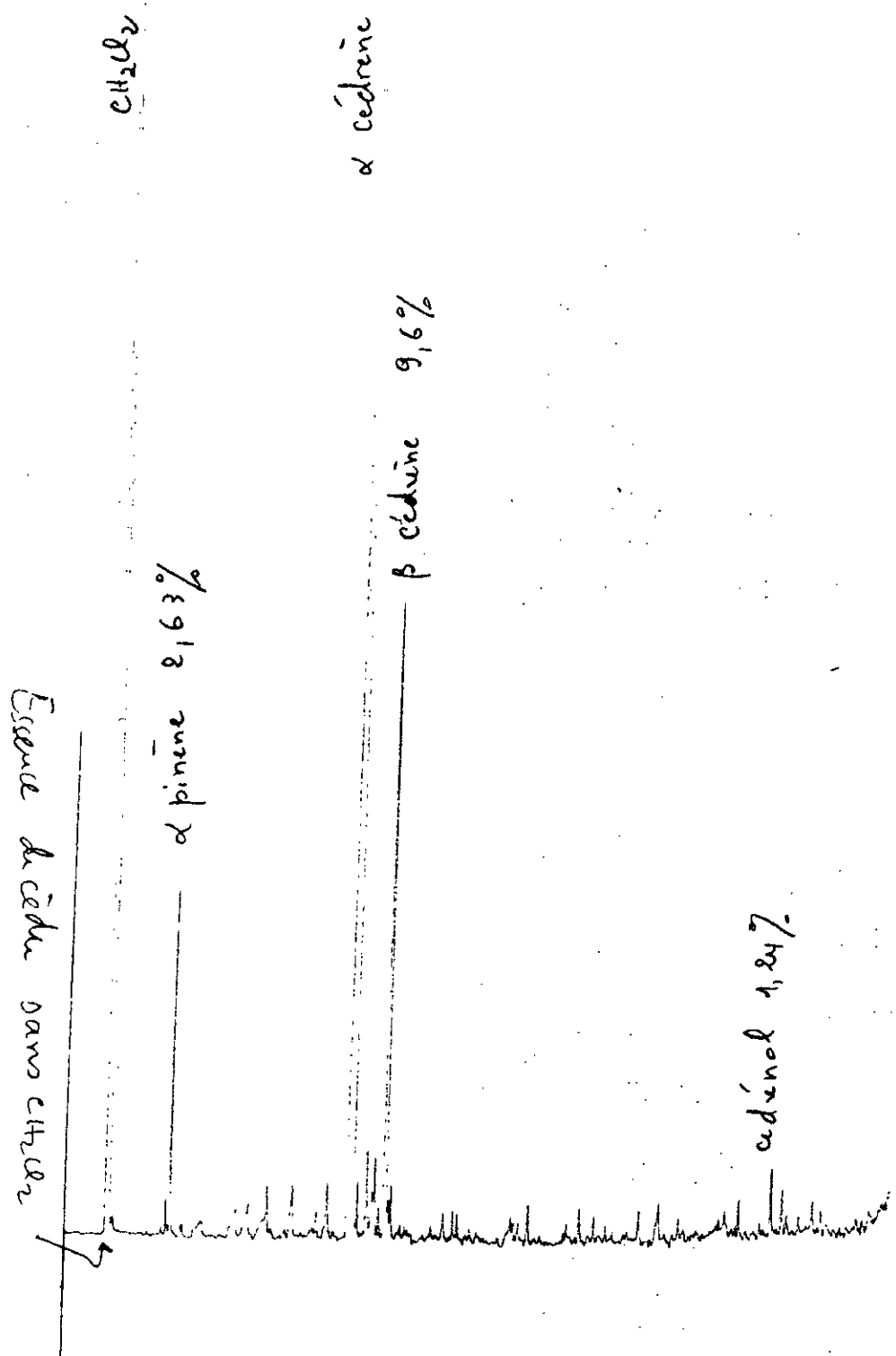


Figure 14 : Appareil de Dean & Stark

ANNEXE II

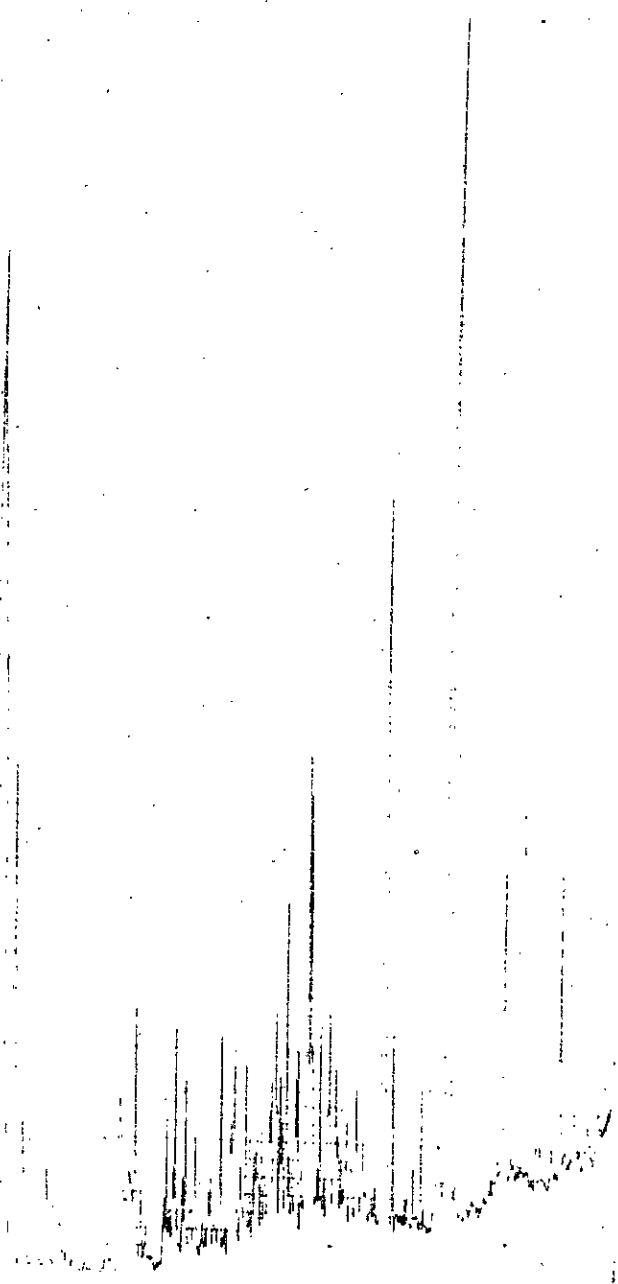
Analyse de l'HE
des aiguilles de cèdre

T₀: 60°C. 4°C/min.



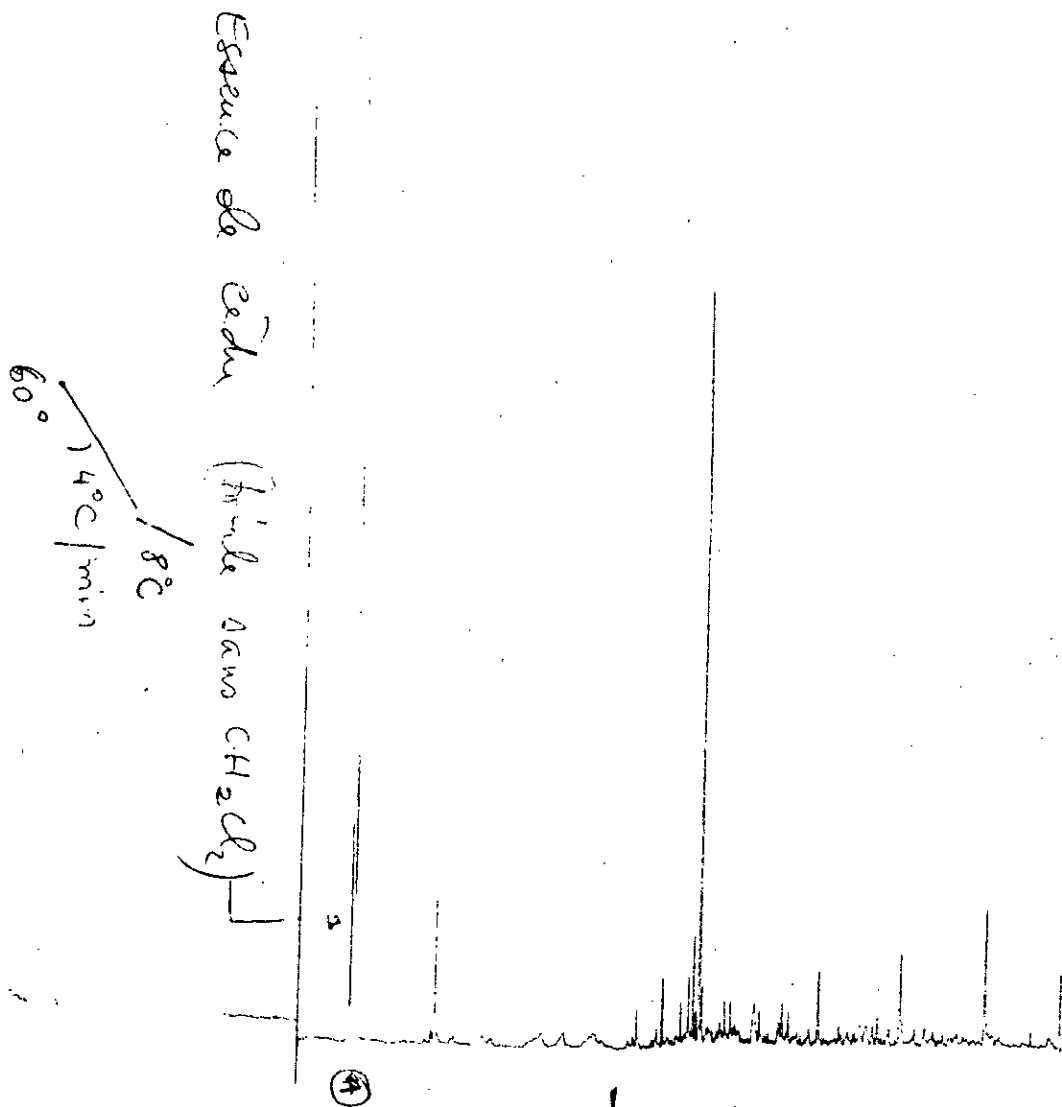
Analyse de l'H.E.
des aiguilles de cèdre.

$T_0: 60^\circ\text{C}$.. $4^\circ\text{C}/\text{mn}$



Analyse de l'H.E.
des aiguilles de cèdre

T₀: 60°C. 4°C/min



Fraction 0-15 mn

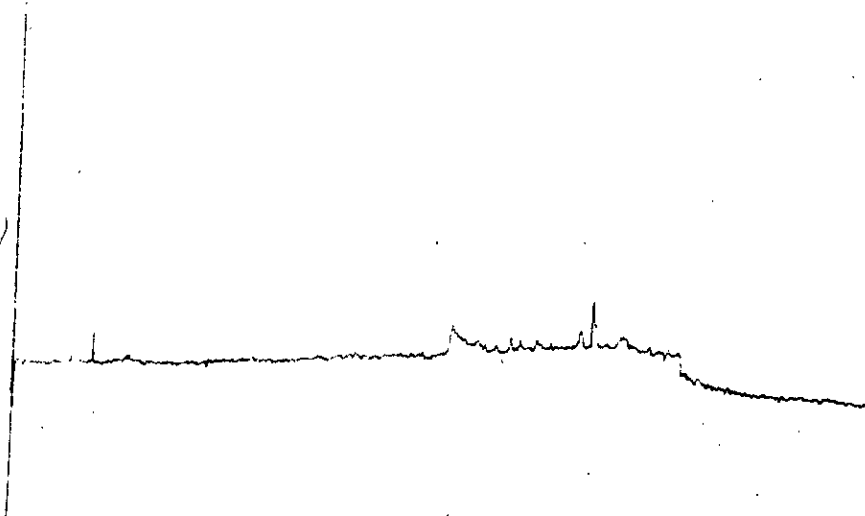
pour $m = 75\text{g}$.

$T_0: 100^\circ\text{C}$. $8^\circ\text{C}/\text{mn}$

100
~~50~~

4'

(11)

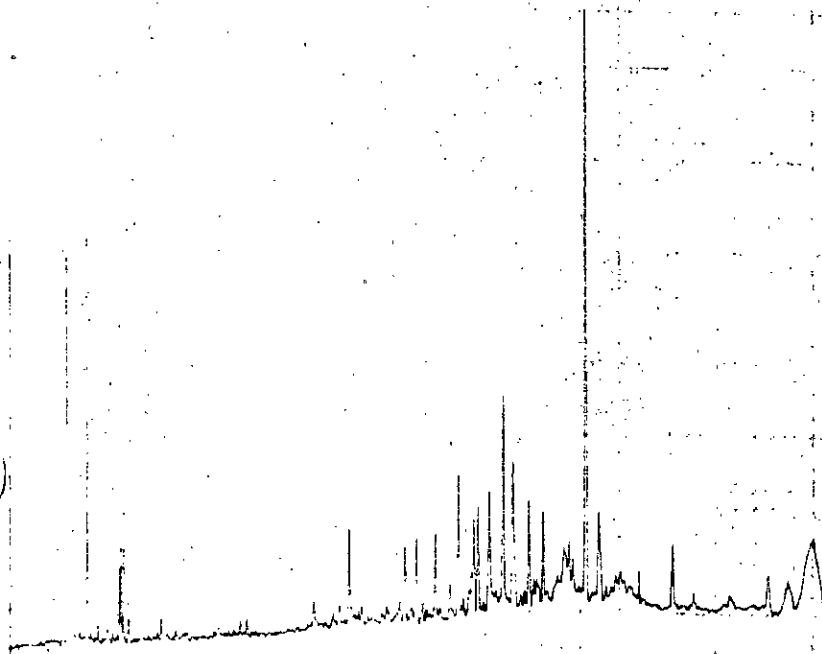


Fraction 0.15 m μ

pour m = 35g.

100.5 μ

(11)

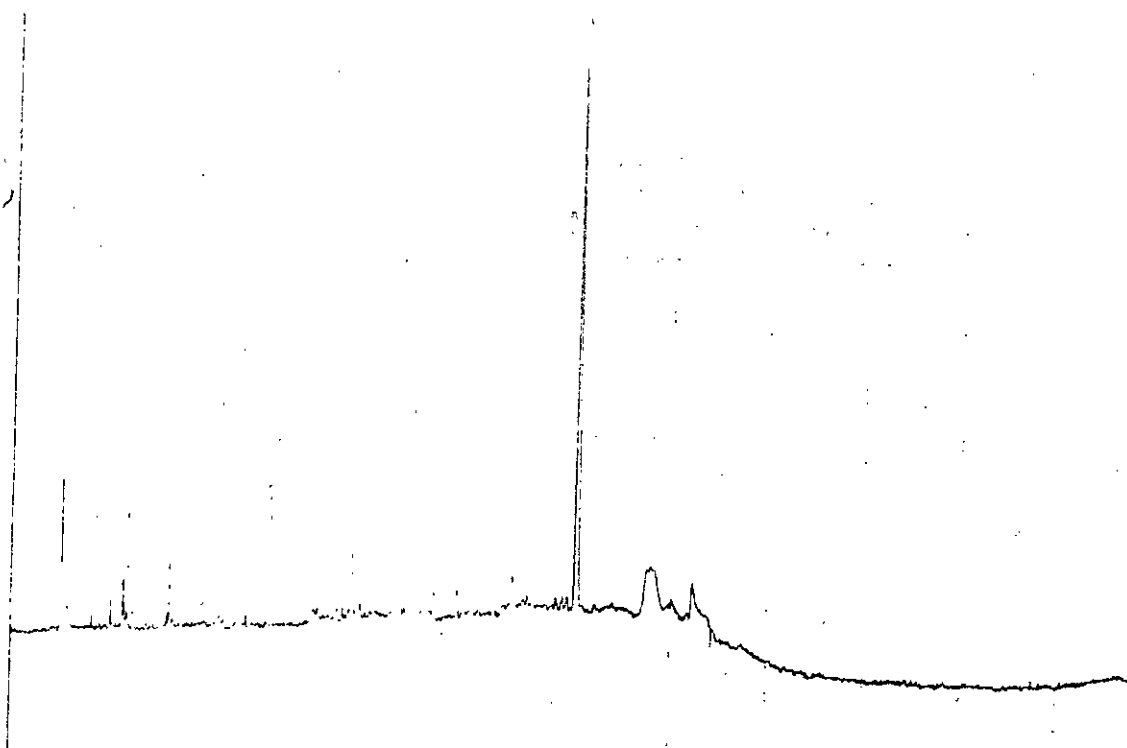


Fraction 30-45 mn

pour m = 75g

~~100 / 18°C~~

(21)



Fraction 45-60 mn

pour $m = 75g$

100. 8. 001

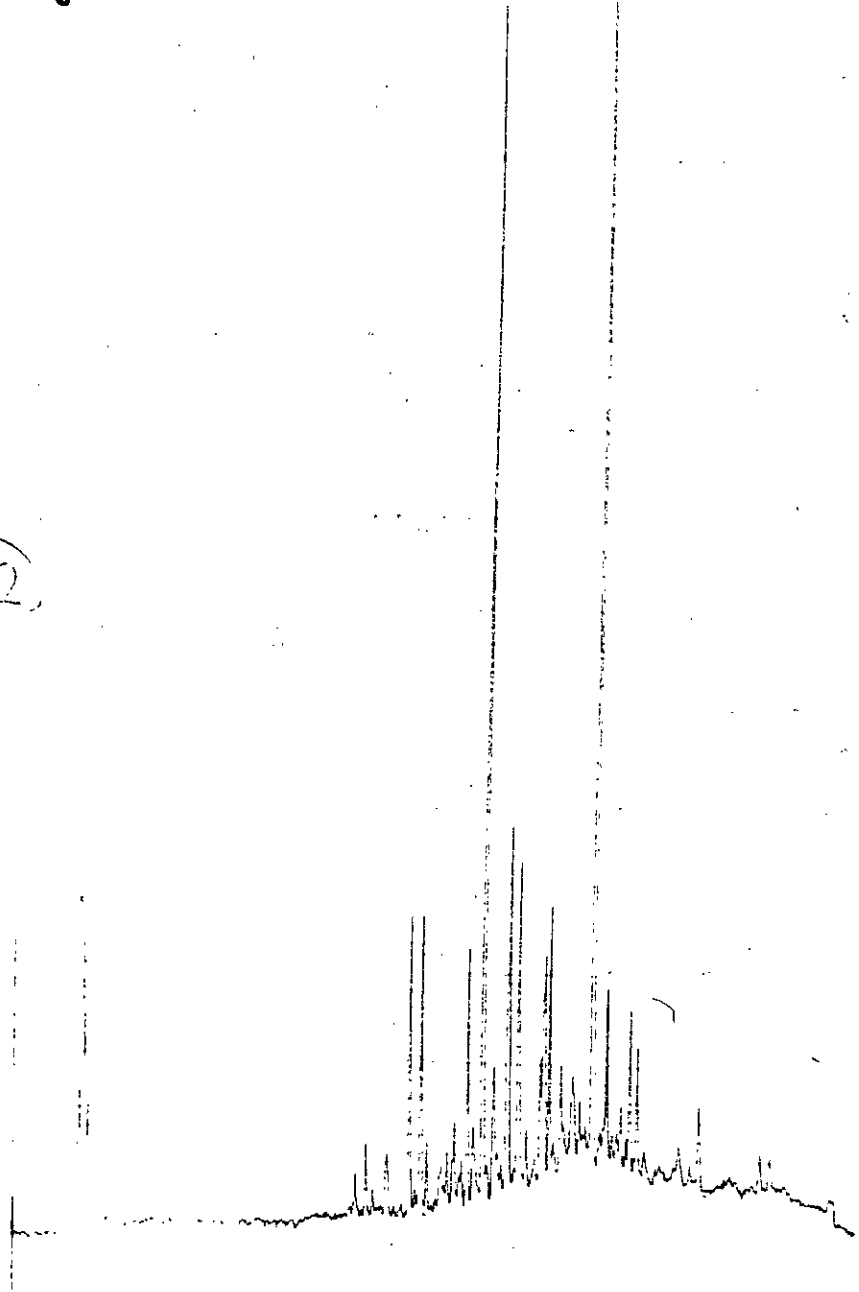
(17)

Fraction 60-90 mm

pour $m = 75g$.

100.58.

(5)



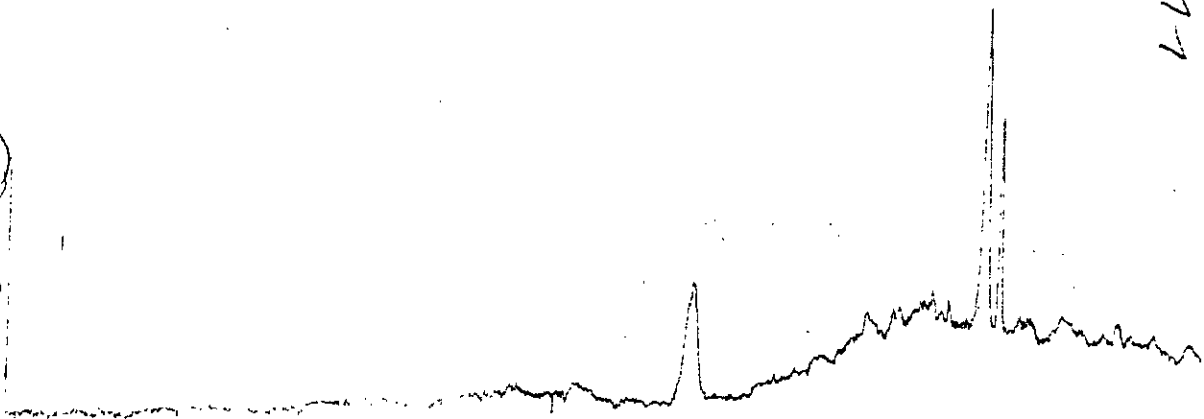
Fraction 120 - 150 min

pour $m = 75g$.

$T_s: 100^\circ C$. $8^\circ C/min$

100.
8.

(7)
(17)

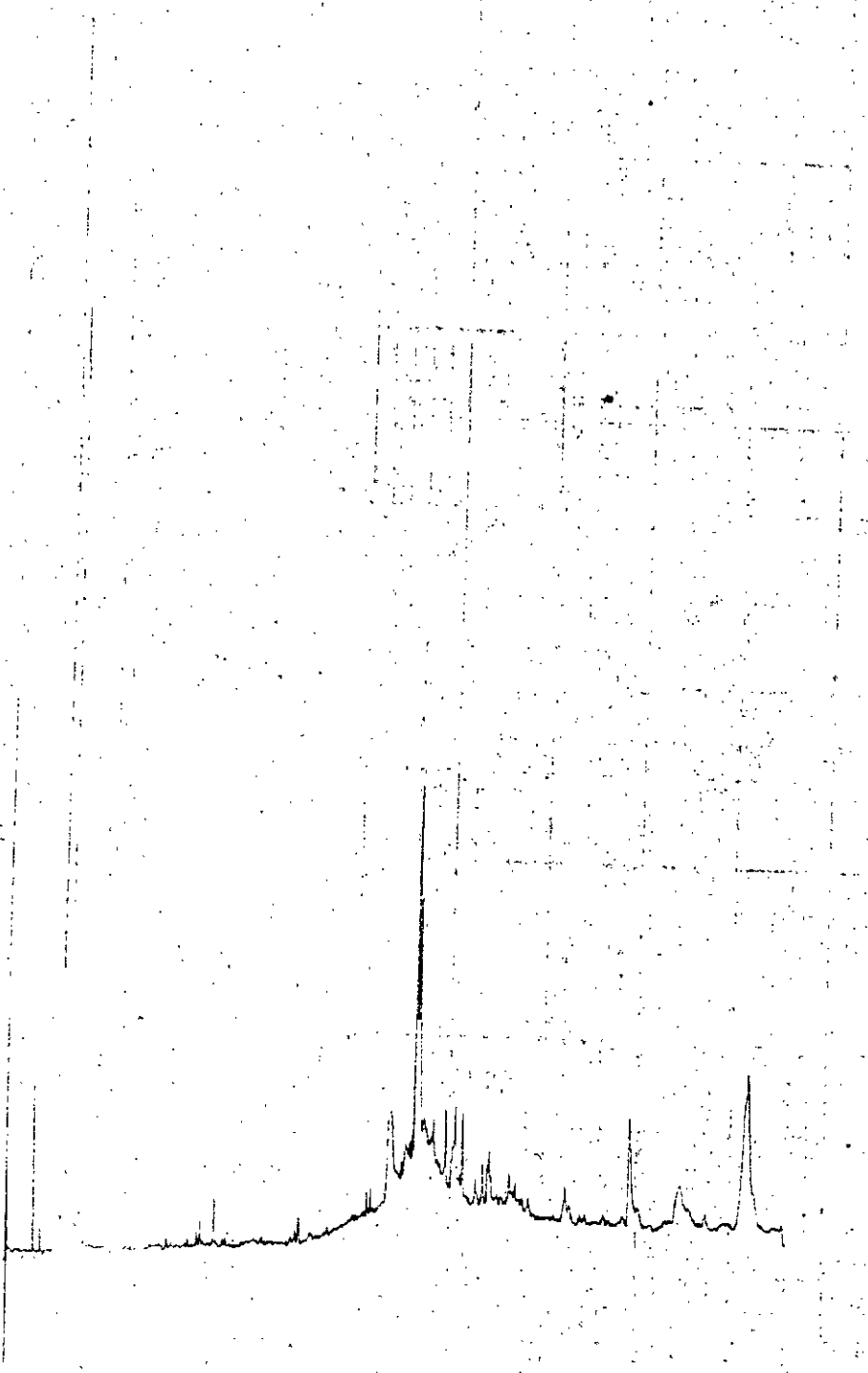


Analyse de la concrète
issue des aiguilles de Chréa.

$T_0: 60^\circ\text{C}$ $4^\circ\text{C}/\text{mn}$

60°C
 $14'$

Hexane



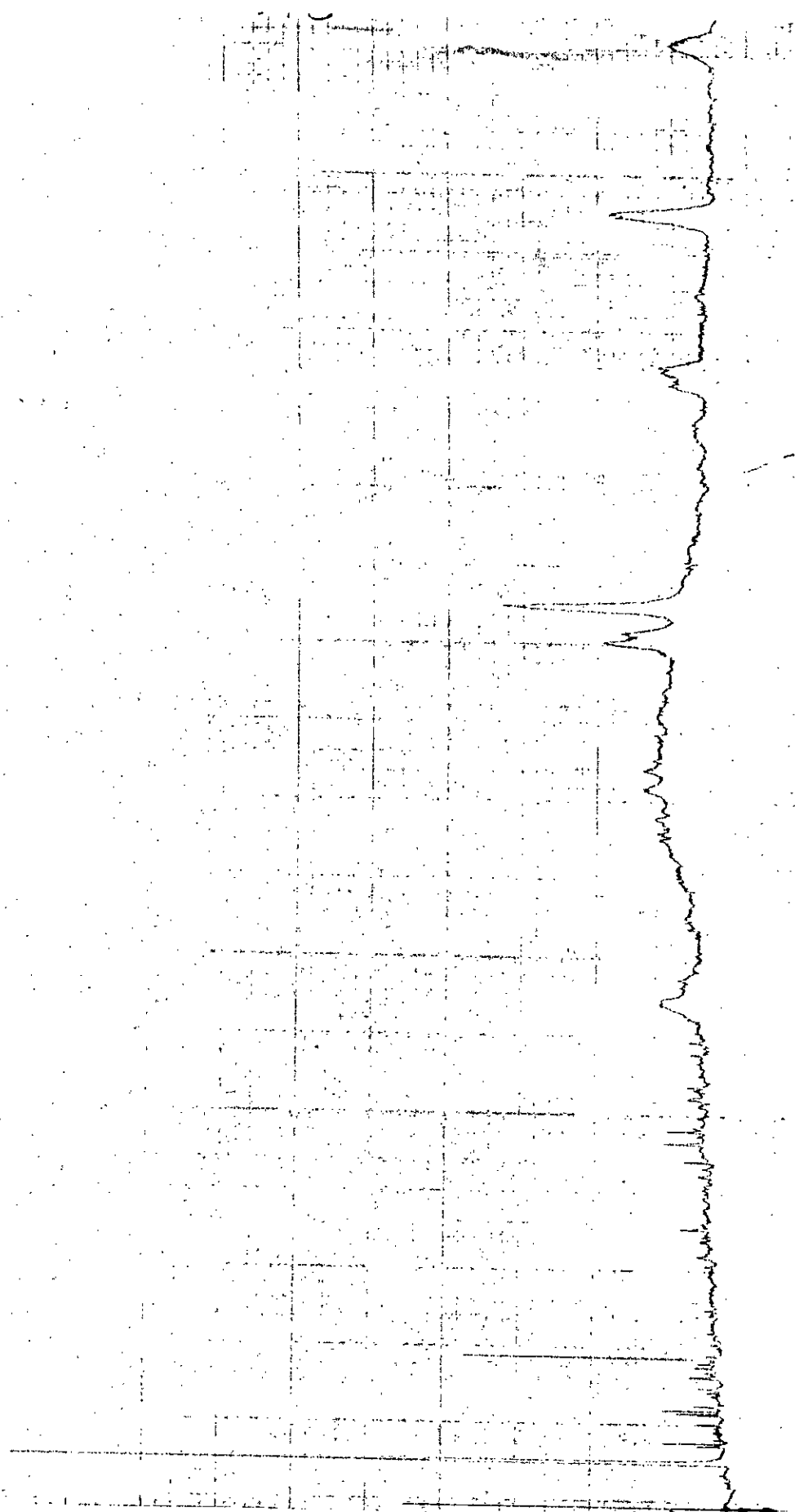
Contaminants a la vapeur

aiguilles de Sphera.

T: 100°C. 8°C/min

100° 68°

10



Analyse de la concrète
issue des aiguilles de Chréa
T₀: 100°C . 8°C/mm

100°
18°

Hexane

