

وزارة الجامعات والبحث العلمي
Ministère aux Universités et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT GENIE - CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

EXTRACTION DE L'ESSENCE
DU BOIS DE CEDRE PAR
ENTRAINEMENT A LA
VAPEUR DE SOLVANT

Proposé par :

Mr E.H BENYOUSSEF

Etudié par :

Melle O. YAHIAOUI

Dirigé par :

Mr E.H BENYOUSSEF

PROMOTION Juin 1992

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة الجامعات والبحث العلمي
Ministère aux Universités et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT GENIE - CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

EXTRACTION DE L'ESSENCE
DU BOIS DE CEDRE PAR
ENTRAINEMENT A LA
VAPEUR DE SOLVANT

Proposé par :
Mr E.H BENYOUSSEF

Etudié par :
Melle O. YAHIAOUI

Dirigé par :
Mr E.H BENYOUSSEF

PROMOTION Juin 1992

Ministère de l'enseignement supérieur
Ecole Nationale Polytechniques
Departement Genie Chimique

وزارة التعليم العالي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
دايرة الهندسة الكيميائية

Eleve Ingénieur : M elle O.YAHIAOUI
Promoteur : Mr E.H BENYOUSSEF

التلميذة المهندسة: الأئمة و. يحيى
الموجه: السيد بن يوسف

الملخص:
يتمثل هذا البحث في تصور وضع جهاز للخلع بواسطة الجربجار المعمل.
قمنا باختبار هذا الجهاز بالقيام بخلع شجرة الأرز ودراسة تأثير
بعض العوامل على المردود الإجمالي للمخالغ. كما قمنا بتحليل
بعض المخالغ المحصل عليها بواسطة الكروماتوغرافيا.

Résumé:

Lors de notre travail nous avons conçu et réalisé à l'échelle laboratoire un appareil d'extraction à la vapeur de solvant que nous avons testé en procédant à l'extraction de l'essence du bois de cèdre et à l'étude de l'influence de certains paramètres sur le rendement en extrait ainsi qu'en analysant certains extraits par chromatographie en phase gazeuse .

Abstract :

During our work we imagined and realized an apparatus for the extraction by steam solvent distillation . We tested it by the extraction of cedar wood , the studying of some operatory parameters influence in the extract yield and the analysis of the extracts by gas chromatography .

Dedicaces

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

A ma mère et mon père

A ma soeur

A mes frères

A mon amie Nassima

A toutes mes amies

A tous ceux qui me sont chers

Membres du jury

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

President : Mr BELABBES
Professeur à l'ENP

Examineurs: Mme Charchari
Chargee de cours à l'ENP

Mme Derriche
Chargee de cours à l'ENP

Mme Djellas
Chargee de cours à l'ENP

Remerciements

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Je remercie vivement Monsieur Benyoussef de m'avoir estimee capable de mener à bien le travail et de m'avoir aidee , conseillee et dirigee .

J'exprime ma sincere reconnaissance a Monsieur le Professeur BELABBES pour l'honneur qu'il me fait de presider le jury .

Mes remerciements vont a Madame Charchari , Madame Derriche et Madame Djellas pour leur presence au jury .

Ma reconnaissance va egalement à mes camarades et à toutes mes amies pour leur soutien moral .

Que tous ceux qui m'ont aide dans l'elaboration de mon travail trouvent ici l'expression de ma sincere reconnaissance .

Je ne saurai oublier de remercier ma famille pour ses encouragements tout au long de mon travail .

| | |
|--|----|
| Introduction..... | 1 |
| Chapitre I : Le cèdre..... | |
| I.1 Caracteristiques botaniques du cédrus atlantica Manetti. | 2 |
| I.2 Localisation de l'huile essentielle dans le cèdre..... | 3 |
| Chapitre II : Travaux anterieurs..... | |
| II.1-Travaux antérieurs relatifs au cèdre..... | 4 |
| II.1.1-Composition chimique des extraits de bois de cèdre... | 4 |
| II.1.1.1-Bois de cèdre de l'Atlas..... | 4 |
| II.1.1.1.1-Bois de cèdre de l'Atlas algérien..... | 4 |
| II.1.1.1.2-Bois de cèdre de l'Atlas marocain..... | 7 |
| II.1.1.2-Bois de cedre des Etats-Unis..... | 7 |
| II.1.2-Propriétés physico-chimiques des huiles..... | 9 |
| essentiels des différents types de cèdre | |
| II.1.2.1-Densité..... | 9 |
| II.1.2.2-Pouvoir rotatoire..... | 9 |
| II.1.2.3-Indice de réfraction..... | 9 |
| II.1.2.4-Indice d'acide..... | 10 |
| II.1.2.5-Indice d'ester..... | 10 |
| II.1.2.6-Solubilite dans l'alcool à 90 % | 10 |
| II.2-Les procédés d'extraction | 11 |
| II.2.1-Enfleurage..... | 11 |
| II.2.2-Maceration..... | 11 |
| II.2.3-Entrainement à la vapeur d'eau et hydrodistillation. | 12 |
| II.2.4-Extraction par solvants volatils..... | 12 |
| II.2.5-Extraction par dioxyde de carbone supercritique..... | 12 |
| ou liquide | |
| II.2.6-Extraction au forane..... | 13 |
| II.2.7-Extraction par circulation continue du solvant..... | 13 |
| II.2.8-Préparation de concentrés décolorés à partir de | |
| concrètes florales par entrainement, aux glycols..... | 15 |
| II.3-Mécanisme de l'extraction par solvant des plantes..... | 17 |
| II.4-Mécanisme de l'extraction par entrainement à la | |
| vapeur d'eau..... | 17 |
| II.5-Facteurs à considérer pour la mise en oeuvre de | |
| l'extraction..... | 18 |
| II.5.1-La nature du solvant..... | 18 |

II.5.2-Teneur en humidite de la matière végétale 18
 II.5.3-Hydromodule..... 18
 II.5.4-La durée d'extraction..... 18
 II.5.5-Température..... 18
 II.5.6-Degré de division de la matière végétale..... 18

PARTIE EXPERIMENTALE.....

.....
 III.1-Matière première..... 19
 III.1.1-Matière végétale..... 19
 III.1.2-Solvant..... 19
 III.1.2.1-Hexane..... 20
 III.1.2.2-Heptane..... 20
 III.2-Appareillage et mode opératoire..... 20
 III.3-Influence de la durée d'extraction..... 23
 III.3.1-Extraction par entrainement à lavapeur d'hexane..... 23
 III.3.1.1-Résultats expérimentaux..... 23
 III.3.1.2-Interpretations..... 25
 III.3.2-Extraction par entrainement à la vapeur d'eau..... 27
 III.3.2.1-Résultats experimentaux..... 27
 III.3.2.2-Interprétations..... 29
 III.3.3-Conclusion..... 29
 III.4-Calcul des vitesses..... 31
 III.4.1-Extraction par entrainement à la vapeur d'hexane... 31
 III.4.2-Extraction par entrainement à la vapeur d'eau..... 31
 III.4.3-Conclusion..... 35
 III.5-Application de certains modèles mathématiques pour
 les courbes rendement en fonction de la durée
 d'extraction..... 35
 III.5.1-Application du modèle $1/R_s=A(1/t)+B$ pour les
 courbes rendement obtenues par extraction à la
 vapeur d'hexane..... 36
 III.5.2-Application du modèle $1/R_s=A(1/t)+B$ pour les
 courbes rendement obtenues par l'extraction a la
 vapeur d'eau..... 36
 III.5.3-Conclusion..... 39

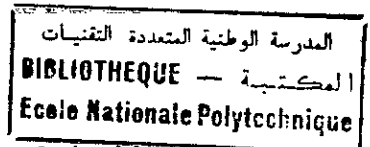
| | |
|--|----|
| III.6-Influence de la masse de matière végétale..... | |
| III.6.1-Entrainement à la vapeur d'hexane..... | 40 |
| III.6.2-Entrainement à la vapeur d'eau..... | 40 |
| III.6.3-Interpretation des résultats..... | 40 |
| III.6.4-Conclusion..... | 40 |
| III.7-Influence de la nature du solvant..... | 41 |
| III.7.1-Résultats expérimentaux..... | 41 |
| III.7.2-Interpretation des résultats..... | 44 |
| III.7.3-Conclusion..... | 44 |
| III.8-Analyse..... | 45 |
| III.8.1-Principe..... | 45 |
| III.8.2-Conditions opératoires..... | 46 |
| III.8.3-Identification..... | 46 |
| III.8.4-Résultats et interpretation..... | 46 |
| III.8.4.1-Entrainement a la vapeur d'hexane..... | 48 |
| III.8.4.2-Entrainement a la vapeur d'eau..... | 49 |
| III.8.4.3-Entrainement a la vapeur d'heptane..... | 52 |
| III.8.5-Conclusion..... | 53 |

Conclusion

Bibliographie

Annexes

Liste des tableaux



- Tableau 1 : Teneur des principaux constituants de l'huile essentielle du bois de cedre de Djurdjura (Algerie).
- Tableau 2 : Teneur des principaux constituants de l'extrait du bois de cedre de Chréa.
- Tableau 3 : Composition des huiles des Etats-Unis.
- Tableau 4 : Proprietes des huiles des Etats-Unis.
- Tableau 5 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour une masse de 30g. Entraînement a la vapeur d'hexane.
- Tableau 6 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour une masse de 20g. Entraînement à la vapeur d'hexane.
- Tableau 7 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour une masse de 10g. Entraînement à la vapeur d'hexane.
- Tableau 8 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour une masse de 30g. Entraînement a la vapeur d'eau
- Tableau 9 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour une masse de 20g. Entraînement à la vapeur d'eau
- Tableau 10: Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour une masse de 10g. Entraînement à la vapeur d'eau
- Tableau 11: Vitesses instantanees d'extraction en fonction de la duree d'extraction. Entraînement a la vapeur d'hexane.
- Tableau 12: Vitesses instantanees d'extraction en fonction de la duree d'extraction. Entraînement a la vapeur d'eau.
- Tableau 13: Modele $1/R_s=A(1/t)+B$ extraction a la vapeur d'hexane.
- Tableau 14: Modele $1/R_s=A(1/t)+B$ extraction a la vapeur d'eau.
- Tableau 15: Influence de la masse de matiere vegetale sur le rendement en extrait. Entraînement a la vapeur d'hexane

- Tableau 16: Influence de la masse de matiere vegetale sur le rendement en extrait. Entraînement a la vapeur d'eau.
- Tableau 17: Influence de la nature du solvant sur le rendement en extrait pour une masse de 30g
- Tableau 18: Influence de la nature du solvant sur le rendement en extrait pour une masse de 20g
- Tableau 19: Influence de la nature du solvant sur le rendement en extrait pour une masse de 10g
- Tableau 20: Rendement des constituants majoritaires extraits par la vapeur d'hexane en fonction de la duree d'extraction.
- Tableau 21: Rendement des constituants majoritaires extraits par l'hexane liquide.
- Tableau 22: Rendement des constituants majoritaires extraits par la vapeur d'eau en fonction de la duree d'extraction
- Tableau 23: Rendement des constituants majoritaires extraits par l'heptane liquide.

Liste des figures

- Figure 1 : Principaux constituants identifiés dans l'huile essentielle du bois de cedre de l'Atlas marocain.
- Figure 2 : Appareil d'extraction par circulation continu du solvant.
- Figure 3 : Appareil a entrainement par les polyols.
- Figure 4 : Appareillage de l'extraction par entrainement a la vapeur de solvant.
- Figure 5 : Evaporateur rotatif.
- Figure 6 : Rendement en extrait en fonction de la duree d'extraction. Entrainement a la vapeur d'hexane.
- Figure 7 : Rendement en extrait en fonction de la duree d'extraction. Entrainement a la vapeur d'eau.
- Figure 8 : Vitesse instantanee en fonction de la duree d'extraction Entrainement a la vapeur d'hexane.
- Figure 9 : Vitesse instantanee en fonction de la duree d'extraction Entrainement a la vapeur d'eau.
- Figure 10: L'inverse du rendement en fonction de l'inverse du temps Entrainement a la vapeur d'hexane.
- Figure 11: L'inverse du rendement en fonction de l'inverse du temps Entrainement a la vapeur d'eau.
- Figure 12: Cinetique d'extraction des constituants majoritaires . Entrainement a la vapeur d'hexane.
- Figure 13: Cinetique d'extraction des constituants majoritaires . Entrainement a la vapeur d'eau.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

Depuis l'aube des temps, l'homme a toujours été lié à son environnement végétal qui représentait pour lui non seulement une source d'extraits utilisés en parfumerie et en médecine, mais aussi un moyen pour se nourrir.

Ces extraits sont des mélanges complexes de divers composés organiques contenus dans les tissus végétaux.

Ces essences peuvent être extraites par entraînement à la vapeur d'eau ou par hydrodistillation que par épuisement de certaines parties spécifiques de la plante dans des solvants organiques [1,2,3].

A cet effet, nous avons abordé l'étude de l'extraction de l'essence de bois de cedre par entraînement à la vapeur de solvant. Une étude cinétique a été faite ainsi qu'une analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'extrait pour suivre l'évolution de sa composition au cours de l'extraction.

CHAPITRE I : LE CEDRE

Avant de procéder à son extraction , il est utile de présenter la matière végétale.

Le cèdre est un grand arbre d'Asie et d'Afrique, à branches étalées horizontalement en plans superposés .

Il existe quatre espèces de cèdre :

- _ Cèdus Atlantica Manetti : en Afrique du nord.
- _ Cèdus Libani Burel : en Turquie Syrie et au Liban
- _ Cèdus Brevifolia Dode : à Chypre .
- _ Cèdus Deodora Loudon : dans l'Himalaya [4]

Notre étude concernera le cèdus Atlantica Manetti ou cèdre de l'Atlas.

1.1 - Caractéristiques botaniques du cèdus Atlantica Manetti

Le cèdre de l'Atlas est un arbre montagnard de première grandeur , il peut atteindre 40 et même 60 mètres de hauteur [5] .

Le tronc est droit à écorce écaillée et de couleur grisâtre . Les feuilles sont groupées au sommet de courts rameaux en petits bouquets de 10 à 30 aiguilles ayant un à deux centimètres de long. Le cèdre de l'Atlas trouve son aire naturelle au Maroc et en Algérie , et couvre environ 145000 hectares [6].

La cédraie algérienne occupe environ 2 % de la superficie forestière , 28500 hectares , repartis en 20058 hectares dans les Aurès , 4000 hectares dans la chaîne de Hodna , 400 hectares au mont Babor , 200 hectares au Djurdjura , 1000 hectares à Chréa et 1000 hectares à Thniét El-Had [6].

Le cèdre de Djurdjura et de Thniét El-Had apparaît vers 1300-1400 mètres et s'étend jusqu'à 1900 mètres d'altitude ; il se localise entre 1500 et 2000 mètres d'altitude sur le versant sud au mont Babor , par contre sur le versant nord il descend jusqu'à 1300 mètres [7] . A Chréa on le trouve à l'état naturel entre 1200 et 1600 mètres d'altitude , mais il peut trouver les conditions du milieu les plus favorables à une croissance à partir de 1100 mètres d'altitude.

En termes de croissance et de productivité du cèdre en Algérie , la cédraie de Chréa , relativement jeune (âge moyen 80 ans) , avec une surface terrière moyenne de 26.25 mètres carrés par hectare , et un volume sur pied moyen de 318.34 mètres cubes par hectare est classée parmi les plus productives avec la cédraie sapinère du mont Babor , alors que les cédraies des Aurès , plus méridionales , sont soumises à des conditions climatiques très sévères . Leur peuplement constitue de vieilles futaies irrégulières , présentant parfois une allure jardinée ayant subi une dégradation accentuée par le pâturage excessif , les incendies répétés et l'absence de sylviculture [8] .

1.2 - Localisation de l'huile essentielle dans le cèdre

Les huiles essentielles sont présentes dans les végétaux sous forme de dépôts exogènes et endogènes .

Lorsque l'huile essentielle est produite à la surface des organes du végétal les dépôts sont dits exogènes . Par contre les dépôts endogènes se trouvent à l'intérieur des organes du végétal , dans ce cas les cellules qui constituent ces dépôts peuvent être vivantes ou mortes .

Dans le cèdre , l'huile essentielle est contenue dans des canaux de type chisogène (formés par la dilatation des espaces inter-cellulaires) . Leurs parois sont formées de cellules à sécrétion. Pour éviter l'applatissennet des canaux , ces derniers sont entourés d'une couche de cellules mortes . Dans les racines et le tronc cette couche est mince mais dure .

Les canaux sont sous forme d'un réseau infini dans le tronc et dans les racines , alors que dans les feuilles (aiguilles) il ne sont pas nombreux et sont disposés sur la longueur des feuilles .

Le cèdre, ayant des dépôts endogènes , est relativement riche en huile essentielle ; il peut être séché et stocké longtemps avant l'extraction de son essence [9]

CHAPITRE II : TRAVAUX ANTERIEURS

II.1-Travaux anterieurs relatifs au cèdre

L'huile essentielle de cèdre a été préparée la première fois a Alger en 1899 .Peu après la maison Gros et chiris traitant dans l'usine de Boufarik du bois de cedre eut un rendement de 5 % [10]. M.E GRIMAL établit partiellement sa composition chimique en 1902 [11,12].

D'une manière générale , les travaux effectués sur le cèdre traitent des propriétés physico-chimiques , de la composition chimique des huiles extraites de son bois , de la structure chimique des constituants de l'huile et de leur synthèse .

II.1.1-Composition chimique des extraits du bois de cèdre

Des travaux récents on été menés dans le but de contribuer a la connaissance de l'huile essentielle du bois de cèdre algerien , nous recapitulons dans ce chapitre les principaux resultats aux quels ces travaux ont abouti.

II.1.1.1-Bois de cèdre de l'Atlas

La majorité des travaux effectués s'intéressent au bois de cèdre de l'Atlas marocain . Néanmoins des recherches récentes [13,14] ont permis d'identifier les principaux constituants de l'extrait du bois de cèdre algerien.

II.1.1.1.1-Bois de cèdre de l'Atlas algerien

Des travaux récents ont été menés dans le but de contribuer a la connaissance des huiles essentielles . Les tableaux suivants donnent les constituants majeurs de l'huile ainsi que leur teneur.

| Tableau 1 : Teneur des principaux constituants de l'huile essentielle du bois de cèdre de Djurdjura (Algerie) [13] | | | |
|--|--------------|--------------------------------|--------------|
| Analyse sur colonne non polaire | | Analyse sur colonne polaire | |
| Constituants | Teneur % | Constituants | Teneur % |
| α Himachalène | 1.17 - 7.98 | α Himachalène | 1.37 - 10.75 |
| α Caryophyllène | 2.24 - 6.96 | α Caryophyllène | 1.83 - 7.32 |
| β Himachalène | 1.84 - 20.89 | β Himachalène | 3.81 - 26.87 |
| Epoxyde du β Himachalène | 3.58 - 9.30 | Epoxyde du β Himachalène | 6.86 - 17.46 |
| Sésquiterpène | 5.21 - 14.55 | Alcool sésquiterpénique | 6.91 - 9.40 |
| Déodorone | 2.04 - 2.86 | Déodorone | 1.34 - 2.04 |
| Alcool sésquiterpénique | - | Alcool sésquiterpénique | 4.08 - 4.37 |
| Cis α Atlantone | 2.56 - 3.64 | Cis α Atlantone | 2.94 - 4.20 |
| Trans α Atlantone | 14.99-17.00 | Trans α Atlantone | 20.24-22.46 |

Tableau 2 : Teneur des principaux constituants de l'extrait du bois de cèdre de Chrèa [14]

| Constituants | Teneur % |
|--------------------------|------------|
| α Himachalène | 0.3 - 13.9 |
| γ Himachalène | 0.1 - 7.8 |
| β Himachalène | 0.5 - 31.3 |
| Dihydroaryl Himachalène | 1.5 - 4.9 |
| Epoxy Himachalène | 6.7 - 22.4 |
| γ Atlantone | 0.6 - 2.4 |
| Cis α Atlantone | 0.6 - 5.8 |
| Trans α Atlantone | 7.5 - 22.8 |
| α Colarofène | 0.8 - 4.2 |
| C15H22 | 3.0 - 3.6 |
| C15H22O | 9.3 - 10.0 |
| C15H26O (a) | 7.7 - 8.9 |
| C15H26O (b) | 5.5 - 6.8 |
| C15H24 | 2.5 - 3.6 |

II.1.1.1.2-Bois de cèdre de l'Atlas marocain

Nous présenterons les travaux effectués pour connaître la composition de l'huile essentielle du cèdre de l'Atlas marocain.

En 1902, GRIMAL [12] signala pour la première fois un constituant de l'huile essentielle du cèdre de l'Atlas ; il s'agissait du méthyl-1 acetyl-4 cyclohexane(1). Au cours des années 1932-1934, A.PFAU et P.PLATTNER [15,16] signalèrent la présence de α atlantone (2) et du γ atlantone (3) comme cétones caractéristiques, à la fois dans le cèdre de l'Atlas, et dans celui de l'himalaya (cedrus déodora).

En 1961, JB.BREDENBERG et H.ERDETMANN ont isolé l' α et le β himachalène (4) et (5) de l'huile de l'Atlas [17]. Les sésquiterpènes ont été isolés également de l'huile de l'himalaya par SUKH.DEV & COLL [18,19].

En 1974 M.PLATTIER et P.TEISSEIRE [20] ont réussi à isoler cinq nouveaux terpènes en l'occurrence le δ himachalène (6), le ϵ dihydro 7.8 aryl-himalachène (7), l' α epoxy 6.7 himachalène 2.3 (8), la dihydro 12.13, trans α atlantone (9) et une cétone sésquiterpénique bicyclique (10) dont la structure exacte n'a pu être déterminée, mais qui a fait l'objet d'un autre travail [21] dans lequel ils signalèrent que la structure du composé (10) serait le résultat d'un réarrangement de l' α epoxy 6.7 himachalène 2.3 (8) ils ont aussi déterminé la structure exacte et la configuration absolue.

II.1.1.1.2-Bois de cèdre des Etats-Unis

Il existe deux catégories de bois de cèdre au Etats-Unis, le bois de cèdre de Virginie (Juniperus Virginiaux) et celui du Texas (Juniperus Mexicains), donnant des huiles de composition similaires.

Plusieurs travaux ont été menés [22 à 26] depuis 1960 et ont contribué à la connaissance de la composition de ces deux huiles. En 1980 M.LAWRENCE [27] a déterminé les compositions de chacune des deux huiles en utilisant comme moyen d'identification la spectroscopie infra-rouge.

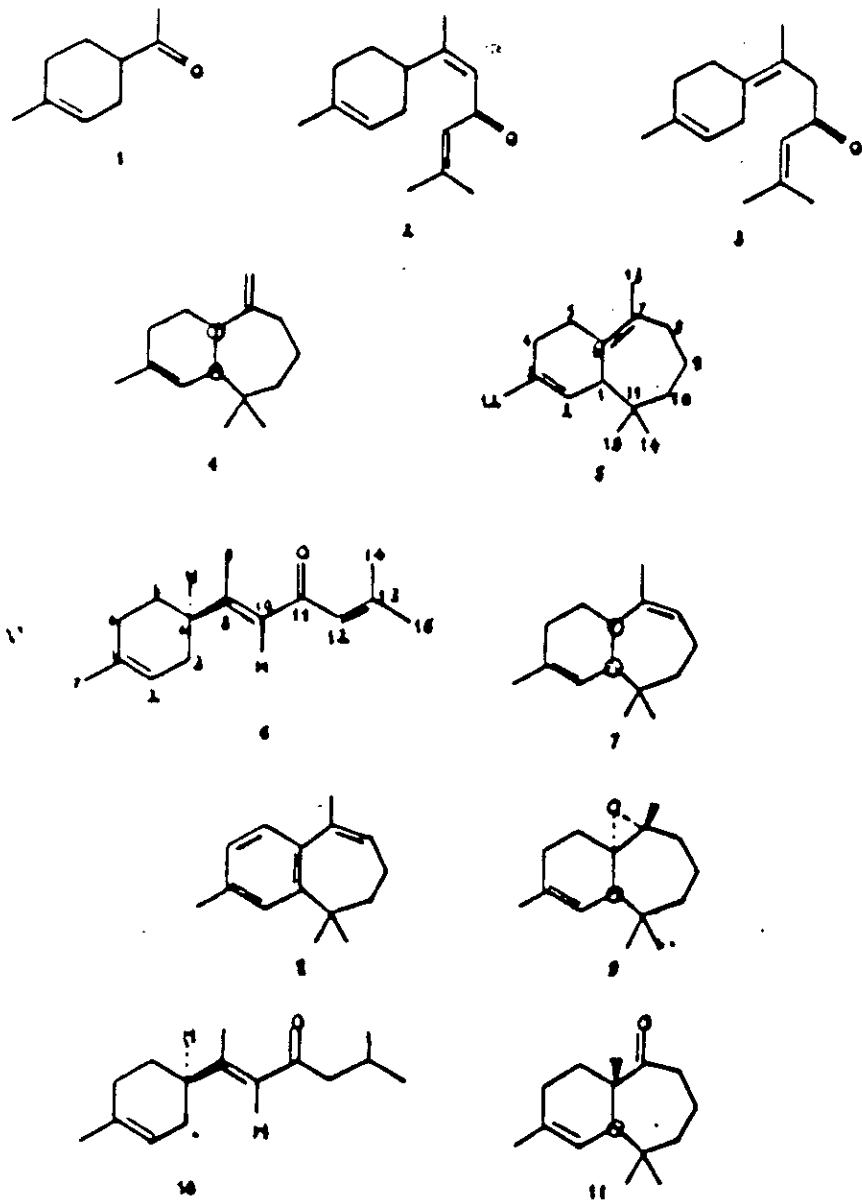


Figure N°1

PRINCIPAUX COMPOSES IDENTIFIES DANS L'HUILE
DU BOIS DE CEDRE DE LATLAS MAROCAIN.

| Tableau 3 : Composition des huiles des Etats-Unis | | |
|---|------------------------------------|----------------------------------|
| Constituants | Juniperus Virginiana Teneur (%) | Juniperus Mexicana Teneur (%) |
| α pinène | 0.3 - 0.5 | 0.2 - 0.3 |
| α cédrène | 18.2 - 30.9 | 23.7 - 24.5 |
| Caryophyllène | 2.5 - 2.8 | 0.5 - 0.6 |
| β Cédrène | 4.6 - 8.9 | 5.5 - 5.8 |
| Thujospène | 14.6 - 15.6 | 30.3 - 34.7 |
| Cédrol | 21.6 - 30.6 | 14.5 - 17.6 |
| γ Eudesmol | 4.1 - 6.3 | 2.3 - 2.6 |

II.1.2-Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles des différents types de cèdre

Nous rappelons les définitions de certaines grandeurs physico-chimiques qui caractérisent une essence végétale .

II.1.2.1-Densité d_t^t

C'est le poids d'un certain volume d'échantillon pris à une température t rapporté au poids du même volume d'eau pris à température standard [28] .

II.1.2.2-Pouvoir rotatoire α_D^t

C'est l'angle exprimé en milliradians ou en degrés , dont tourne le plan de polarisation d'une lumière de longueur d'onde 589.3 ± 0.3 nm (raies D du sodium) l'orsque celle-ci traverse une épaisseur de 100 millimètres d'échantillon pri à une température t [29].

II.1.2.3-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 d'un rayon lumineux de longueur d'onde 589.3 ± 0.3 nm (radiations D1 et D2 du spectre de sodium) ; passant de l'air dans l'échantillon , maintenu à température constante . La température de référence est de 20°C , sauf pour les extraits qui ne sont pas liquides à cette température [30] .

II.1.2.4-Indice d'acide:IA

C'est le nombre de milligrammes de potasse , nécessaires pour neutraliser l'acidite libre contenue dans un gramme de substance [31] .

II.1.2.5-Indice d'ester:IE

C'est le nombre de milligrammes de potasse , nécessaires pour réaliser la saponification totale des esters-sels , contenus dans un gramme de substance [31] .

II.1.2.6-Solubilité dans l'alcool à 90 % : S90

Une huile essentielle est dite miscible à V volumes et plus d'éthanol de titre alcoométrique déterminé , à la température de 20°C ; lorsque le mélange d'un volume d'huile avec V volumes d'éthanol est limpide et le reste , après addition graduelle d'éthanol de même titre , jusqu'à un total de 20 volumes [31].

Tableau 4: Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles des différents types de bois de cèdre

| Type: region | d_{4}^{16} | α_{D}^{20} | n_{D}^{20} | IA | IE | IE(AC) | S90 |
|---------------------|----------------------------|--------------------|------------------|--------------|---------------|----------------|----------------|
| Djur: Algerie [13] | 0.9487 0.9604 | + 42°2' + 43°7' | 1.5095 1.5155 | 2.24 2.94 | 3.24 3.70 | - | 4.8 a 5.2 V |
| Chrèa: Algérie [14] | d 20/4 1.0066 1.0331 | - | 1.5096 1.5178 | 13.7 19.1 | - | - | - |
| MAROC [32] | 0.946 0.968 | + 43°0' + 62°0' | 1.512 1.517 | > 2 | 3 à 11 | 16 à 30 | 1 à 10V |
| MAROC [33] | 0.9384 0.9587 | + 35°2' + 40°1' | 1.5061 1.5132 | 0.50 2.16 | 3.75 8.86 | 28.26 40.01 | 1 à 6V |
| MAROC [34] | 0.939 0.945 | + 45°0' + 55°0' | - | >1 | >20 | 28 à 40 | < 10V |
| HYMA [35à37] | 0.9530 0.9756 | + 34°0' + 53°8' | 1.515 1.523 | 1.60 5.60 | 4.90 20.50 | 30.80 39.20 | - |
| LIBAN [38] | 0.940 0.947 | + 68°0' + 86°0' | 1.5125 1.5134 | 0.50 1.50 | 2.0 3.0 | 19.80 | 5 à 6V |

Suite du tableau 4 :

| | | | | | | | |
|---------------------|----------------|--------------------|------------------|--------|------------|----------|-------------|
| LIBAN [39] | 0.957 | + 43°3' | - | 0.7 | 4.84 | 33.77 | 1V |
| Virg [40] | 0.943 0.964 | - 18°0' - 4°1' | 1.50 1.51 | >1.5 | >12 | 26 28 | - |
| Texas [40] | 0.945 0.978 | + 33°5' + 62°3' | 1.5029 1.5084 | - | - | - | 8 à 10V |
| Afrique Est [32] | 0.968 0.988 | + 16°0 +38°30' | 1.4805 1.5090 | 1 à 15 | 1.0 9.0 | 70.0 | 0.5 à 5V |

NB : - Djur = Djurdjura
HYMA = HYMALAYA
Virg = Virginie
IE(AC) = Indice d'ester après acétylation

II.2-Les procédés d'extraction

Les caractéristiques de l'huile essentielle extraite doivent se rapprocher le plus possible de celles de l'essence contenue dans l'organe de la plante considérée . Ce qui rend l'opération d'extraction difficile . Néanmoins pour atteindre ce but plusieurs techniques ont été mises en oeuvre [41,42] . Parmi lesquelles nous citons :

II.2.1-Enfleurage

C'est une méthode très ancienne , appliquée pour les matières végétales fragiles telles que les pétales de rose . C'est une extraction à température ambiante par contact des pétales avec des corps gras . On renouvelle ensuite les fleurs jusqu'à l'obtention d'une pommade de plus en plus parfumée . La pommade ainsi obtenue est épuisée par l'ethanol absolu dans lequel les corps gras sont peu solubles . Les composés volatils extraits par la fraction ethanologique sont isolés par simple évaporation de l'alcool [43] .

II.2.2-Macération

En utilisant les graisses a chaud lors de la macération ceci a l'avantage d'augmenter leur pouvoir absorbant [41] . Les fleurs sont introduites dans la matière grasse fondue vers 50-70°C , on laisse en contact 12 à 48 heures . La pommade est ensuite décantée de l'eau de végétation apportée par les fleurs [44] .

II.2.3-Entrainement à la vapeur d'eau et hydrodistillation

L'entraînement à la vapeur d'eau est le plus ancien des procédés d'extraction d'huiles essentielles à partir des végétaux . Le procédé est basé sur le fait que la plupart des composés odorants volatils sont susceptibles d'être entraînés par des aérosols de vapeur d'eau . Du fait de leurs points d'ébullition relativement bas et de leur caractère hydrophobe , les constituants ne sont donc ni retenus dans les bio-polymères de la plante, ni solubilisés dans l'eau.

La plante ou organe de la plante est déposé sur un plateau perforé à une certaine distance du fond de l'appareil distillatoire . Traversant la matière végétale , la vapeur d'eau entraîne les principes volatils qui sont après condensation , séparés du distillat par décantation [45] .

L'hydrodistillation consiste à placer la matière végétale directement dans l'eau , portée ensuite à ébullition . Cette technique [46] est réservée habituellement au dosage des huiles essentielles au laboratoire .

II.2.4-Extraction par solvant volatil

L'extraction par solvant est de nos jours la méthode la plus utilisée pour l'extraction de nombreux odorants .

Ces derniers ont la propriété d'être solubles dans la plupart des solvants organiques aliphatiques (hexane , pentane) ou aromatiques (benzène , toluène , xylène) . La séparation du solvant de l'extrait se fait par distillation [47] .

II.2.5-Extraction par dioxyde de carbone supercritique ou liquide

Le principe du procédé repose sur la bonne solubilité dans le dioxyde de carbone de la majorité des constituants de l'extrait. Le CO_2 est introduit dans un extracteur préalablement rempli de matière végétale ou de produit semi-fini , et où règne les conditions opératoires optimales de pression et de température . Après absorption des constituants , la solution de CO_2 saturée d'extrait subit une détente avant d'être envoyée dans un séparateur, pour la condensation des produits et l'élimination du solvant (CO_2) qui après purification dans un piège utilisant du charbon et recompression dans un compresseur est recyclé et introduit dans l'extracteur .

L'extracteur au CO_2 peut s'effectuer de deux façons , soit au CO_2 liquide soit encore au CO_2 supercritique représentant un état intermédiaire entre l'état liquide et gazeux .

Comparativement aux autres procédés , l'extraction au CO_2 permet d'obtenir des produits plus concentrés et d'odeur plus fine que ceux extraits par entraînement à la vapeur ou par solvants volatils moins sélectifs .

De plus , ces produits présentent l'avantage d'être exempts de solvants et d'artéfacts qui se retrouvent dans les huiles essentielles fraîchement distillées que l'on a laissées mûrir [48].

II.2.6-Extraction au forane

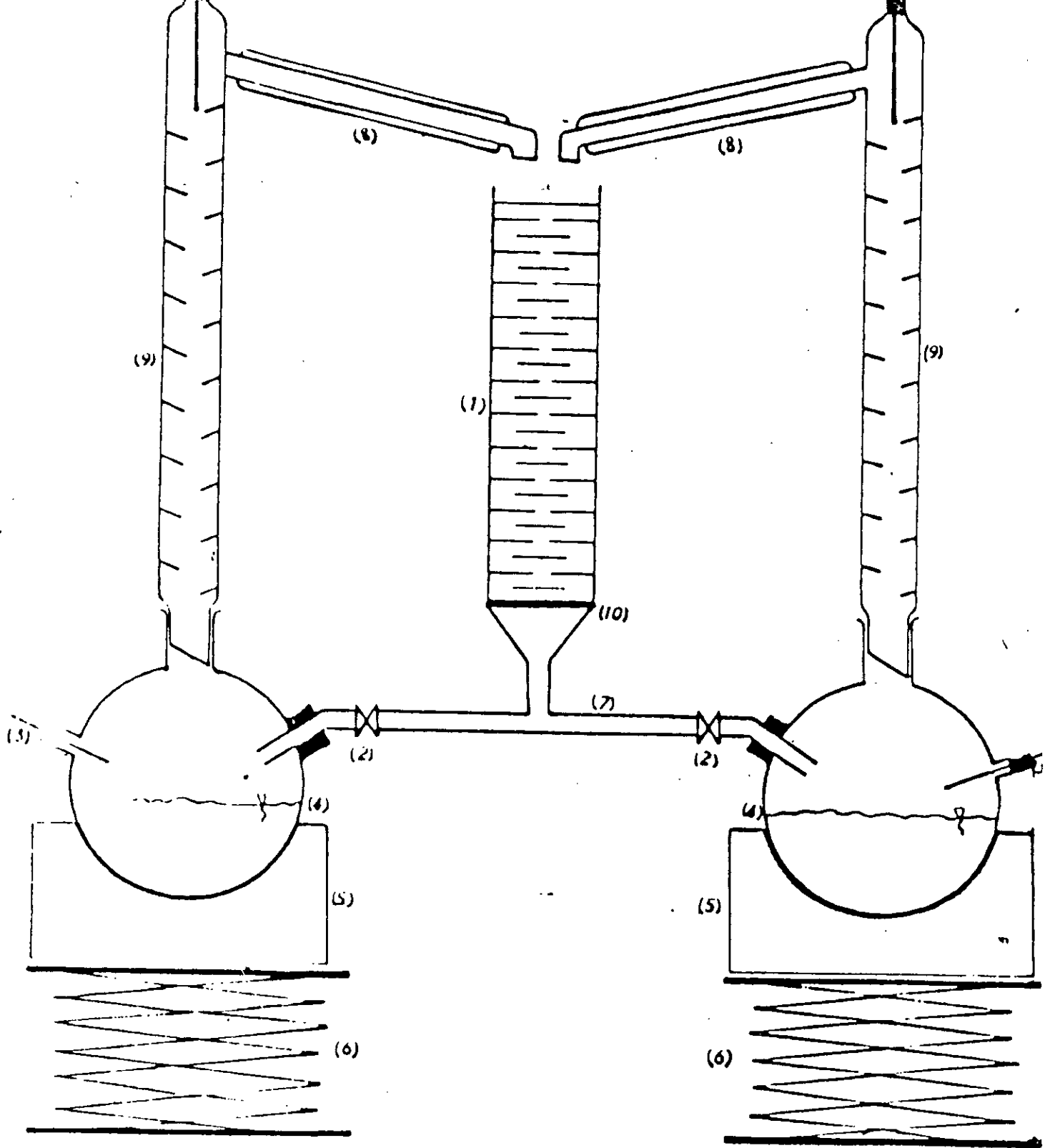
Le forane 113 chargé en extraits végétaux est soumis a une distillation avec entrainement a la vapeur avec entrainement auxiliaire d'azote . La mise en oeuvre consiste à chauffer le mélange a 47°C (température d'ébullition du forane 113) tout en maintenant un bullage d'azote à travers un diffuseur , les vapeurs du forane 113 sont entraînées par l'azote vers deux condenseurs a liquide cryogénique maintenu à -20°C , le solvant est ainsi récupéré . La phase concrète est ensuite fractionnée .

Dans une première série d'experimentation , cette opération est réalisée par extraction liquide , au moyen d'un alcool telque l'ethanol , le solvant est ensuite éliminé par évaporation sous vide . Dans une deuxième série d'experimentation le fractionnement a lieu par entrainement à la vapeur [49] .

II.2.7-Extraction par circulation continue du solvant

En 1990 , Benyoussef_ E.H [14] conçut et réalisa un montage à l'échelle laboratoire où l'extraction de la matière végétale se fait par circulation continue du solvant . Les résultats trouvés montrent une amélioration considérable du rendement global en extrait . La matière végétale est placée dans une colonne en verre avec support ,(diamètre : 6 cm , longueur : 50 cm) , et baigne dans le solvant , le bas de la colonne se termine par un tube relié au ballon par un flexible muni d'un système de réglage du débit de la miscella sortant de la colonne . Le ballon (4) contenant la miscella , est relié à l'extracteur (1) par l'ensemble colonne vigreux (10) - réfrigérant (9) , est porté à la température d'ébullition du solvant . La vapeur de ce dernier , apres avoir traversé la colonne vigreux est condensée dans le réfrigérant , donne du solvant purifié qui s'écoulera sur la charge végétale dans l'extracteur .

Sur la figure (2) , nous remarquons une symétrie de part et d'autre de la colonne (1) , mais le fractionnement des deux parties du montage n'est pas simultané , ce doublement a été fait dans le but d'obtenir des fractions de miscella en fonction de la durée d'extraction . L'origine des temps est fixée comme étant l'instant où la première goutte de solvant chargé est récupérée.



- | | |
|--------------------------|------------------------------|
| (1) Colonne avec support | (6) Élévateur |
| (2) Robinet | (7) Flexible |
| (3) Thermomètre | (8) Réfrigérant |
| (4) Ballon | (9) Colonne à vigreux |
| (5) Chauffe ballon | (10) Support en verre fritté |

FIGURE 9: APPAREILLAGE D'EXTRACTION PAR
CIRCULATION CONTINUE DU SOLVANT.

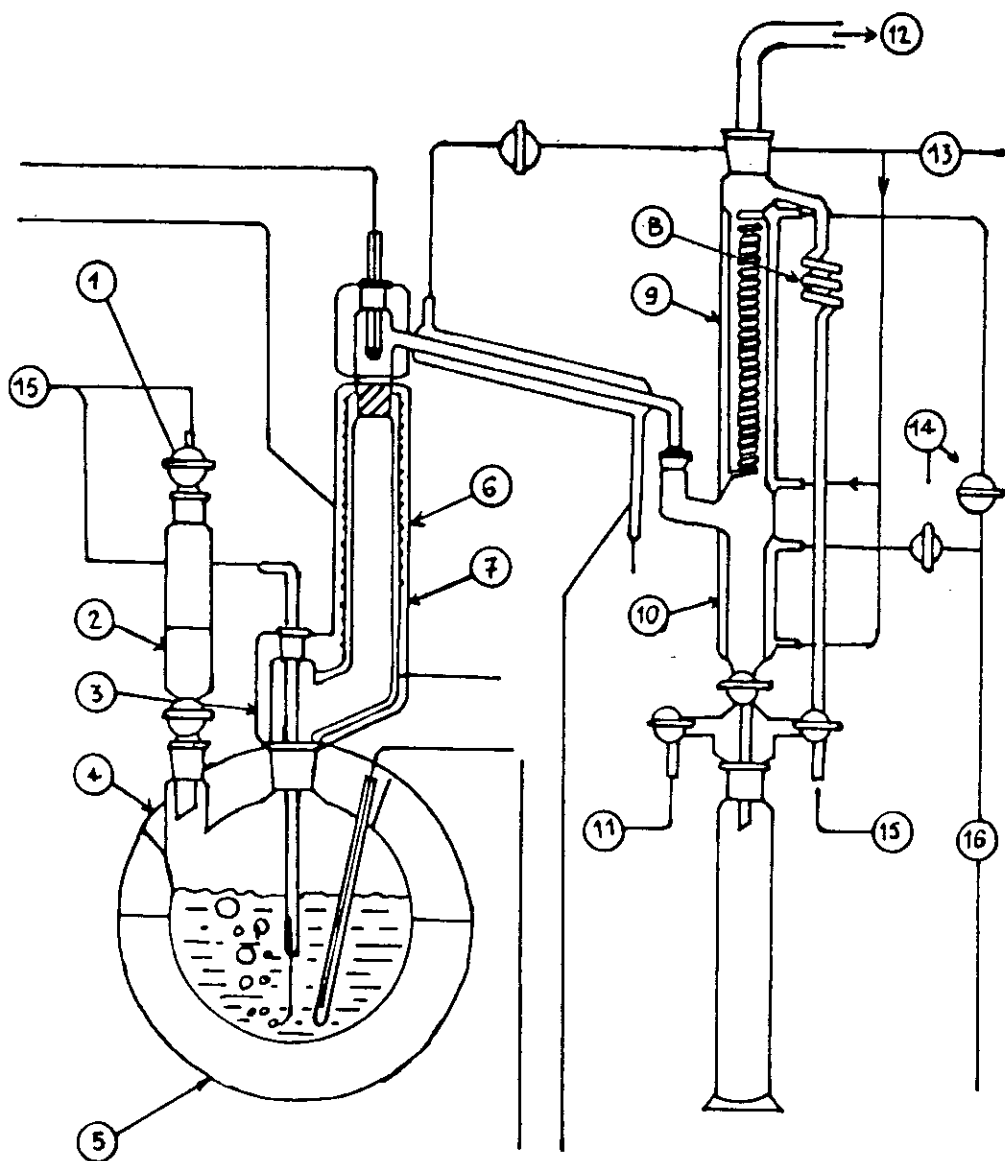
II.2.8-Préparation de concentrés décolorés à partir de concrètes florales par entraînement aux glycols

Les concrètes florales se présentent sous forme d'un liquide foncé qui se concrétise à froid en une graisse puissamment odorante . Elles sont constituées par un mélange complexe de tous les produits extractibles de la plante et possèdent une coloration intense dont sont responsables , d'une part , les colorants naturels , pigments flavoniques , xanthoniques, surtout pigments chlorophylliens et d'autre part , les produits condensés et les produits d'oxydation formés au cours de leur fabrication , en particulier durant l'évaporation du solvant . La séparation des constituants odorants et des colorants ne peut être efficace par une extraction simple car ils ne présentent pas de différence de solubilité suffisamment marquée . Les polyols les plus simples , glycol et glycérine , sont couramment employés comme agents entraîneurs pour préparer à partir des concrètes des concentrés peu colorés . Le glycol qui donne des azéotropes avec la plupart de leurs constituants odorants est un produit de choix sous des pressions de 20 à 40 mmHg mais son point d'ébullition peu élevé , dans ces conditions , ne lui permet pas de former des mélanges azéotropiques à forte teneur en produit odorant , à poids moléculaire élevé . La glycérine , dont le point d'ébullition sous les pressions citées est supérieur de 80°C à celui du glycol , est alors préférable .

Dans une opération rationnelle , il convient cependant de ne pas employer l'un de ces deux entraîneurs seul mais de combiner leur action . Ces corps entraîneurs sont aisément séparés du distillat par dilution dans une saumure et extraction au pentane , ou mieux au butane qui peut être éliminé à la température ordinaire sans laisser de traces .

L'appareil mis en oeuvre (figure 3) est formé de trois pièces principales en pyrex :

- _ Le ballon de 2 litres contenant le mélange .
- _ La colonne de type Vigreux a quatre plateaux de pointes .
- _ Un tube vertical contenant deux circuits de réfrigération [50,51,52] .



- 1. Robinet de sûreté
- 2. Alimentation en concrète
- 3. 4. Gaines isolantes
- 5. Jaquette chauffante
- 6. Gaine de protection
- 7. Résistance de chauffage
- 8. Spirales de dilatation

- 9. Réfrigérant à double circulation
- 10. Récepteur du distillat
- 11. Vers la pompe secondaire
- 12. Vers le piège de la pompe primaire
- 13. Arrivée de l'eau de réfrigération
- 14. Robinets régulateurs de débit
- 15. Introduction d'ajodé

Figure 3 : APPAREIL A ENTRAINEMENT PAR LES POLYOLS

II.3-Mécanisme de l'extraction par solvant des plantes

ANGELEDIS et COLL décrivent le mécanisme d'extraction par solvant des matières oléagineuses comme suit :

- _ La première phase comprend la dissolution de l'huile située à la surface et son voisinage immédiat par le solvant .
- _ La seconde phase est contrôlée par la diffusion de l'huile à l'intérieur des pores , lesquels entre temps ont été remplis de solvant . La vitesse d'entrée du solvant dans les pores est plus importante que la vitesse de diffusion et la quantité extraite dépend de cette dernière .
- _ La troisième phase consiste en un écoulement du solvant contenu dans les espaces vides restants des pores capillaires . Leurs dimensions étant très petites , l'écoulement est lent et par conséquent c'est lui qui contrôle la vitesse du processus durant cette phase et non la diffusion [53].

II.4-Mécanisme de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement de l'huile essentielle par la vapeur d'eau est un processus de transfert de matière complexe . Ceci est dû au fait que les dépôts de l'huile essentielle des végétaux sont différents de nature et de localisation et dans la plupart des cas le contact entre la vapeur et l'huile est empêché . Or ce contact direct vapeur - huile est la condition nécessaire pour l'entraînement de l'huile . Par conséquent , le processus s'effectue en deux étapes : Hydrodiffusion de l'huile jusqu'à la surface de la matière végétale suivie d'évaporation (ou distillation) .

Selon la théorie de l'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles formulées par VON RECHENBERG [9] , la diffusion de l'huile en milieu aqueux (hydrodiffusion) est la première phase du processus . En outre ces deux phénomènes influent directement sur la cinétique de l'entraînement , l'hydrodiffusion étant l'étape limitante . Lorsque la matière végétale à dépôts exogènes est traitée avec des organes du végétal dépourvus ou contenant peu d'huile (tiges , racines...) , une partie de l'huile peut être absorbée à leur surface et la désorption ayant lieu ensuite est très lente [54] .

II.5-Facteurs à considérer pour la mise en oeuvre de l'extraction

L'extraction par solvant peut être influencée par plusieurs facteurs , parmi lesquels , nous citons :

II.5.1-La nature du solvant

Un bon solvant doit répondre à plusieurs critères qui sont :

- _ La sélectivité vis à vis du produit à extraire .
- _ Le solvant doit être chimiquement inerte à l'égard des extraits et de l'appareillage .
- _ La non corrosivité car les ions métalliques solubles dans un solvant corrosif décolorent et désodorisent les extraits .
- _ L'ininflammabilité, la non toxicité et la stabilité .
- _ Le solvant doit avoir un point d'ébullition très bas pour faciliter la récupération du solvant lors de la distillation .
- _ Le solvant doit avoir un prix raisonnable [55] .

II.5.2-Teneur en humidité de la matière végétale

La diffusion diminue lorsque l'humidité augmente dans le cas d'utilisation de solvant hydrophobes qui ne peuvent pénétrer dans la cellule pour extraire les produits odorants [56] .

II.5.3-Hydromodule

C'est le rapport entre la masse de la matière végétale et le volume de solvant . Plus il est élevé , plus le rendement est meilleur .

II.5.4-La durée d'extraction

Il est conseillé d'arrêter l'extraction à l'instant où le produit extrait est de meilleure qualité avec un bon rendement car au delà de cet instant l'extrait contiendra des composés indésirables [28] .

II.5.5-Température

L'élévation de température est un facteur qui favorise la solubilité et la diffusion du soluté, seulement il y'a risque de dégradation thermique du soluté [57] .

II.5.6-Degré de division de la matière végétale

Le transfert de matière est favorisé quand la surface d'échange est grande . Dans le cas de plantes à dépôts endogènes , la division est conseillée par contre elle conduit à une perte de l'huile dans le cas de plantes à dépôts exogènes [9] .

Chapitre III: Partie Experimentale

Nous avons conçu et réalisé à l'échelle laboratoire un nouvel appareil d'extraction par entraînement à la vapeur de solvant .
Ainsi notre étude a deux aspects :

- Mettre au point une idée nouvelle et voir si on peut améliorer le rendement de la qualité des extraits .
- Contribuer à connaître le phénomène de diffusion qui est un transfert de matière gaz-liquide entre la vapeur de solvant et l'essence contenue dans le bois de cèdre .

Notre étude portera également sur la possibilité de séparer des fractions d'extrait de compositions différentes qui peuvent être intéressantes pour l'industrie .

Nous testerons notre nouveau procédé par l'étude de l'influence de certains paramètres opératoires sur le rendement global en extrait qui sont :

- La durée d'extraction .
- La nature du solvant .
- La masse de matière végétale .

Nous procéderons également à une analyse qualitative et quantitative de certains extraits en fonction de la durée d'extraction pour chaque solvant utilisé .

III.1-Matière première

Nous présenterons la nature et l'origine des matières utilisées lors de nos expériences .

III.1.1-Matière végétale

Pour réaliser nos expériences nous avons utilisé une portion de tronc d'arbre mort provenant de la cèdraie de Chréa , (willaya de Blida) dont les caractéristiques géographiques sont :

- Altitude : 1500 mètres
- Pente : 50 degrés
- Exposition : Sud

L'âge de l'arbre est d'environ 60 ans .

La masse de bois utilisé est réduite en lamelles de 0.1 millimètre d'épaisseur .

III.1.2-Solvant

Dans notre étude deux solvants ont été utilisés .

III.1.2.1-Hexane

L'hexane utilisé fabriqué par la firme FLUKA a les caractéristiques suivantes :

| | | |
|------------------------------|---|-------------|
| - Pureté | | 95 % . |
| - Température d'ébullition | | 68°C . |
| - Densité d_4^{20} | = | 20 0.6839 . |
| - Indice de réfraction n_D | | = 1.3782 . |

III.1.2.2-Heptane

L'heptane utilisé fabriqué par la firme Riedel-de Haën a les caractéristiques suivantes :

| | | |
|------------------------------|---|----------|
| - Température d'ébullition | | 98°C |
| - Densité d_4^{20} | = | 20 0.685 |
| - Indice de réfraction n_D | | = 1.3878 |

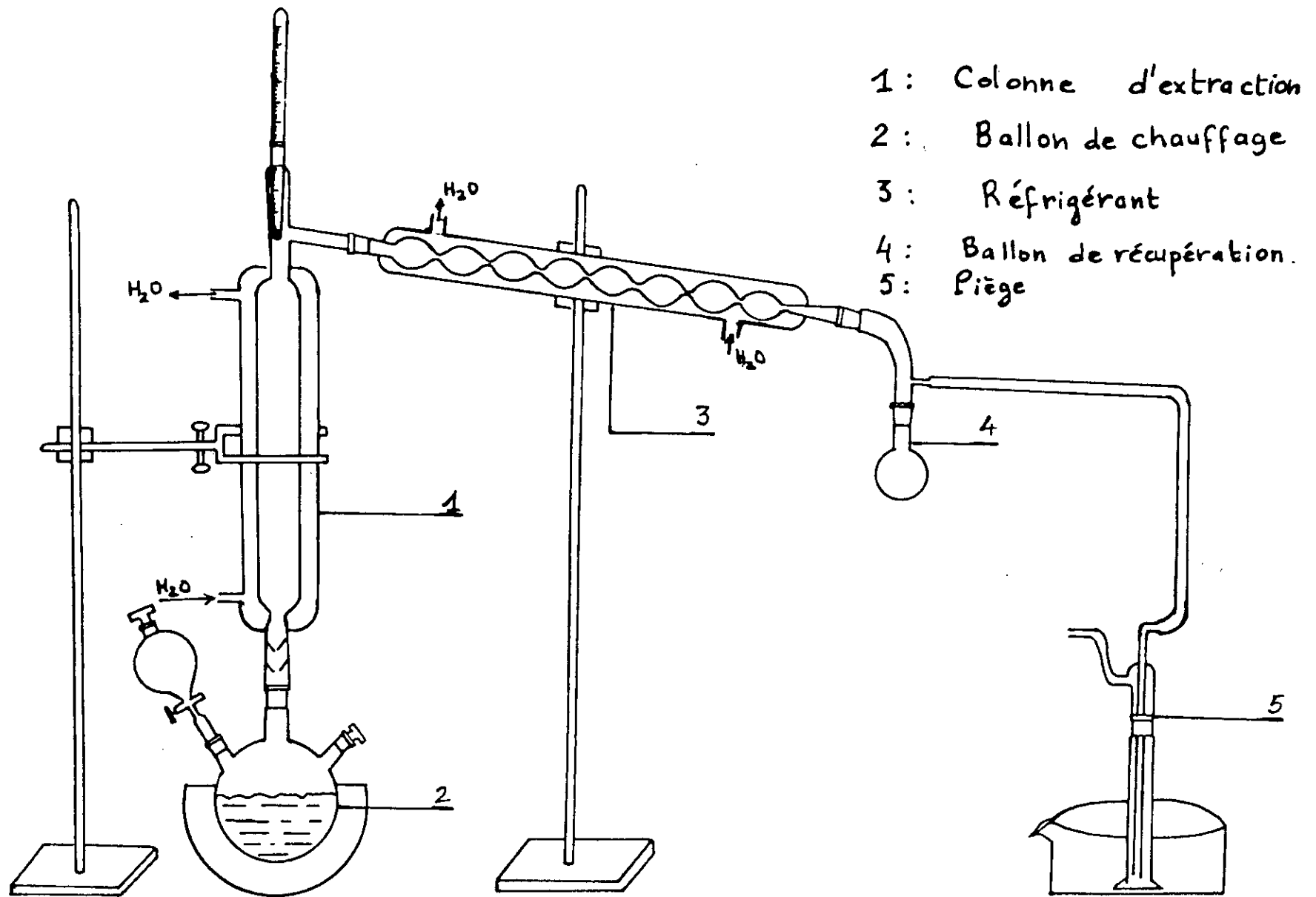
III.2-Appareillage et mode opératoire

La matière végétale est placée dans une colonne à double paroi (1) dans laquelle circule de l'eau chaude pour éviter la condensation des vapeurs de solvant sur la matière végétale puisque nous voulons extraire uniquement par la vapeur de solvant et non par le solvant liquide. Le ballon (2) contenant le solvant et raccordé à la colonne est porté à la température d'ébullition du solvant. Les vapeurs de ce dernier, après avoir traversé la colonne, sont condensées à l'aide d'un réfrigérant (3) traversé par l'eau maintenue à 0°C à l'aide de l'apport de glace. Ainsi tout au long de l'expérience l'eau de réfrigération est en équilibre eau-glace.

Un piège (4) est conçu afin de récupérer éventuellement les vapeurs de solvant non condensées. Le condensat obtenu est récupéré dans le ballon (5). Nous suivons ainsi la cinétique de l'extraction. L'origine des temps a été fixé comme étant l'instant où la première goutte de solvant changé est récupéré (Fig n° 4).

La séparation de l'extrait et du solvant se fait dans un évaporateur rotatif (Fig n° 5) fonctionnant sous vide pour éviter toute altération thermique de l'extrait.

Dans le cas de l'extraction à la vapeur d'eau la séparation de l'extrait et de l'eau se fait par simple décantation.



Figⁿ° 4: APPAREILLAGE DE L'EXTRACTION PAR ENTRAÎNEMENT

1.1. VAPEUR DE SOLVANT

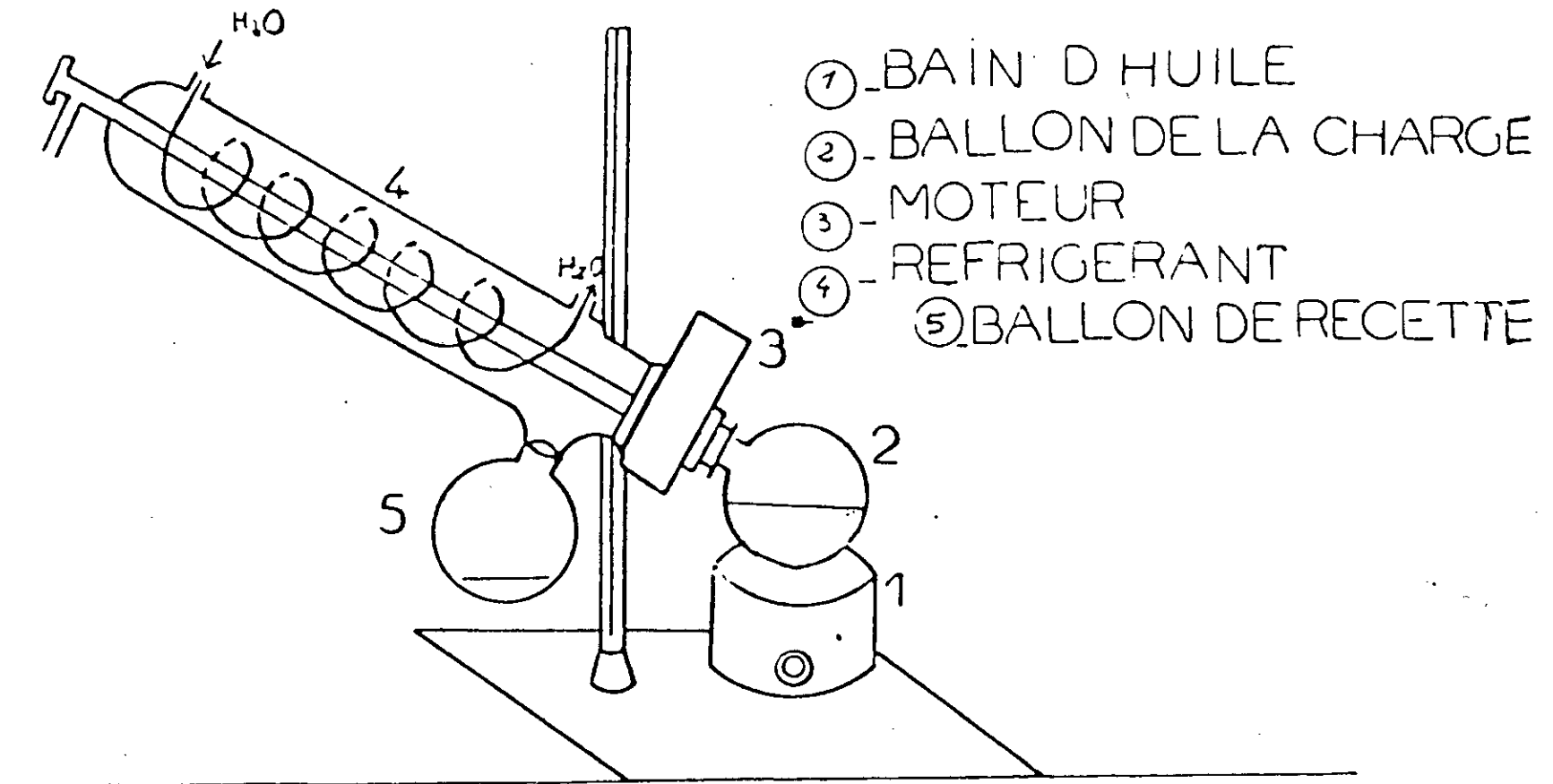


FIGURE 5: EVAPORATEUR ROTATIF

III.3-Variation du rendement avec la durée d'extraction

III.3.1-Extraction à la vapeur d'hexane

Cette étude consiste à suivre l'évolution de la quantité d'extrait avec la durée d'extraction .

Les paramètres opératoires sont fixés comme suit :

- _ Diamètre de la colonne : 4.67 cm
- _ Taux d'humidité : 10.23 %
- _ Le débit de solvant varie: 2.10 à 2.25 cm³/mn
dans un intervalle de

Le rendement global en extrait sera calculé à partir des relations suivantes :

$$_ Rh(\%) = (m / moH) * 100 \quad (1)$$

$$_ Rs(\%) = (m / moS) * 100 \quad (2)$$

ou m : masse de l'extrait en grammes .

moH : masse de la matière végétale humide en grammes .

moS : masse de la matière végétale sèche en grammes .

Rh : rendement en extrait par rapport à la matière végétale humide .

Rs : rendement en extrait par rapport à la matière végétale sèche .

III.3.1.1-Résultats expérimentaux

Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux suivants :

Tableau 5 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour M(masse)=30g

| Durée (h) | M - diff (g) | M - totale (g) | Rh (%) | Rs (%) |
|-----------|--------------|----------------|--------|--------|
| 0.25 | 0.0082 | 0.0082 | 0.027 | 0.03 |
| 0.5 | 0.0048 | 0.130 | 0.043 | 0.05 |
| 1 | 0.0884 | 0.1040 | 0.338 | 0.38 |
| 1.5 | 0.0267 | 0.1281 | 0.427 | 0.48 |
| 2 | 0.0257 | 0.1538 | 0.513 | 0.57 |
| 2.5 | 0.0092 | 0.163 | 0.543 | 0.61 |
| 3 | 0 | 0.163 | 0.543 | 0.61 |
| 4 | 0 | 0.163 | 0.543 | 0.61 |
| 5 | 0 | 0.163 | 0.543 | 0.61 |
| 6 | 0 | 0.163 | 0.543 | 0.61 |

Tableau 6 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la duree d'extraction pour M(masse)= 20g

| Durée (h) | M - diff (g) | M - totale (g) | Rh (%) | Rs (%) |
|-----------|--------------|----------------|--------|--------|
| 0.25 | 0.0387 | 0.0387 | 0.19 | 0.22 |
| 0.5 | 0.0214 | 0.0601 | 0.31 | 0.34 |
| 1 | 0.0541 | 0.1142 | 0.57 | 0.64 |
| 1.5 | 0.0285 | 0.1427 | 0.71 | 0.80 |
| 2 | 0.0472 | 0.1899 | 0.95 | 1.06 |
| 2.5 | 0.0432 | 0.2331 | 1.17 | 1.30 |
| 3 | 0.0414 | 0.2745 | 1.37 | 1.53 |
| 4 | 0.0426 | 0.3171 | 1.59 | 1.77 |
| 5 | 0.0097 | 0.3268 | 1.63 | 1.82 |
| 6 | 0.0141 | 0.3409 | 1.7045 | 1.90 |

| Tableau 7 : Variation du rendement global en extrait en fonction de la durée d'extraction pour M(masse)= 10g | | | | |
|--|---------------------------|----------------|-------|-------|
| Durée (h) | M - _z diff (g) | M - totale (g) | Rh(%) | Rs(%) |
| 0.25 | 0.0331 | 0.0331 | 0.33 | 0.37 |
| 0.5 | 0.0112 | 0.0443 | 0.44 | 0.49 |
| 1 | 0.0615 | 0.1058 | 1.06 | 1.18 |
| 1.5 | 0.0262 | 0.132 | 1.32 | 1.47 |
| 2 | 0.0254 | 0.1574 | 1.57 | 1.75 |
| 2.5 | 0.0378 | 0.1952 | 1.95 | 2.18 |
| 3 | 0.0268 | 0.222 | 2.22 | 2.47 |
| 4 | 0.0132 | 0.2352 | 2.35 | 2.62 |
| 5 | 0.0259 | 0.2611 | 2.64 | 2.91 |
| 6 | 0.0131 | 0.2742 | 2.74 | 3.05 |

Les courbes rendement en extrait en fonction de la durée d'extraction sont représentés sur la figure n° 6 .

III.3.1.2-Interprétation des résultats

Les courbes rendement global en extrait en fonction de la durée d'extraction ont la même allure . Celles-ci sont constituées de deux parties correspondant a deux phases distinctes du processus :

La première phase peut être attribuée à la dissolution de l'huile située à la surface de la matière végétale . Durant cette phase la quantité d'extrait croît rapidement avec le temps .

Au cours de la seconde phase la quantité d'extrait croît moins rapidement avec le temps ce qui peut être attribué a un phénomène de diffusion.

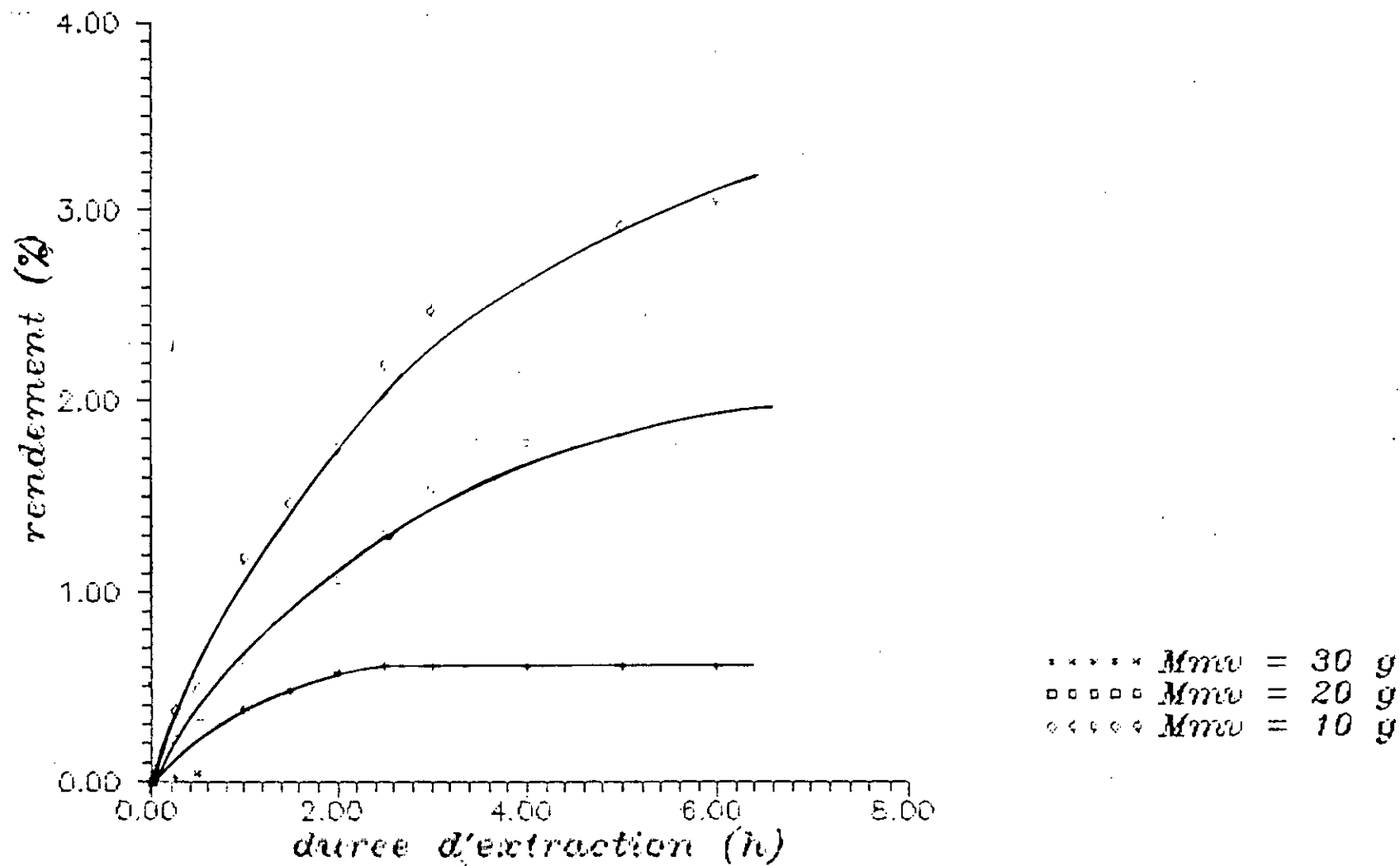


Fig 6 : Rendement en extrait en fonction de la durée d'extraction
Entraînement à la vapeur d'hexane

En principe , les courbes doivent atteindre un plier mais le temps fixé lors de nos expériences s'est avéré insuffisant dans certains cas .

III.3.2-Extraction à la vapeur d'eau

Les paramètres opératoires sont fixes comme suit :

- Diamètre de la colonne : 4.67 cm
- Taux d'humidité : 10.23 %
- Le débit d'eau varie dans: 2.20 à 2.67 cm³/mn , un intervalle de

III.3.2.1 Résultats expérimentaux

Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux suivants :

Tableau 8 : Rendement global en extrait en fonction de la durée d'extraction pour M(masse)= 30g

| Durée (h) | M - diff (g) | M - totale (g) | Rh(%) | Rs(%) |
|-----------|--------------|----------------|-------|-------|
| 0.25 | 0.0782 | 0.0782 | 0.26 | 0.29 |
| 0.5 | 0.0651 | 0.1433 | 0.48 | 0.53 |
| 1 | 0.1447 | 0.2880 | 0.69 | 1.07 |
| 1.5 | 0.1379 | 0.4259 | 1.42 | 1.58 |
| 2 | 0.0952 | 0.5211 | 1.74 | 1.94 |
| 2.5 | 0.1255 | 0.6466 | 2.16 | 2.40 |
| 3 | 0.0812 | 0.7278 | 2.43 | 2.70 |
| 3.5 | 0.1106 | 0.8384 | 2.79 | 3.11 |
| 4 | 0.0835 | 0.9219 | 3.07 | 3.42 |
| 5 | 0.1084 | 1.0303 | 3.43 | 3.83 |
| 6 | 0.0690 | 1.0993 | 3.64 | 4.06 |

Tableau 9 : Rendement global en extrait en fonction de la durée d'extraction pour M(masse)= 20g

| Durée (h) | M - diff (g) | M - totale (g) | Rh(%) | Rs(%) |
|-----------|--------------|----------------|-------|-------|
| 0.25 | 0.0882 | 0.0882 | 0.44 | 0.49 |
| 0.5 | 0.0934 | 0.1816 | 0.91 | 1.02 |
| 1 | 0.1242 | 0.3056 | 1.53 | 1.70 |
| 1.5 | 0.1447 | 0.4505 | 2.25 | 2.57 |
| 2 | 0.0930 | 0.5435 | 2.72 | 3.03 |
| 2.5 | 0.1032 | 0.6467 | 3.23 | 3.60 |
| 3 | 0.1129 | 0.7596 | 3.80 | 4.23 |
| 4 | 0.1003 | 0.8599 | 4.23 | 4.79 |
| 5 | 0.0855 | 0.9454 | 4.73 | 5.27 |
| 6 | 0.0690 | 1.0144 | 5.07 | 5.65 |

Tableau 10 : Rendement global en extrait en fonction de la durée d'extraction pour M m.v = 10 g

| Durée (h) | M - diff (g) | M - totale (g) | Rh(%) | Rs(%) |
|-----------|--------------|----------------|-------|-------|
| 0.25 | 0.0839 | 0.0839 | 0.84 | 0.84 |
| 0.5 | 0.1007 | 0.1846 | 1.85 | 2.06 |
| 1 | 0.0457 | 0.2303 | 2.30 | 2.57 |
| 1.5 | 0.0676 | 0.2979 | 2.98 | 3.32 |
| 2 | 0.0776 | 0.3755 | 3.76 | 4.18 |
| 2.5 | 0.0612 | 0.4367 | 4.37 | 4.87 |
| 3 | 0.0951 | 0.5318 | 5.32 | 5.92 |
| 4 | 0.0744 | 0.6062 | 6.06 | 6.75 |
| 5 | 0.0772 | 0.6834 | 6.83 | 7.60 |
| 6 | 0.1011 | 0.7845 | 7.85 | 8.74 |

Les courbes rendement global en fonction de la durée d'extraction sont représentées sur la figure n°7

III.3.2.1-Interprétation des résultats

Les courbes de rendement moyen d'extraction en fonction de la durée d'extraction ont la même allure que celles de l'extraction avec la vapeur d'hexane, nous pouvons donc dire a priori que les mêmes phénomènes se passent .

Les résultats obtenus^{montrent} également que l'extraction à la vapeur d'eau donne de meilleurs rendements. Ceci pourrait être dû à la polarité de l'eau car du fait que les constituants de l'huile essentielle sont oxygénés donc polaires ils sont entraînés plus aisément avec la vapeur d'eau qu'avec la vapeur d'hexane .

III.3.3-Conclusion

Comme les courbes de rendement global en fonction de la durée d'extraction ont la même allure pour les deux cas d'extraction à la vapeur d'hexane et à la vapeur d'eau , nous pouvons dire que le phénomène d'extraction à la vapeur d'hexane est semblable à celui présent dans le cas de l'extraction à la vapeur d'eau . Néanmoins ce dernier donne de meilleurs résultats .

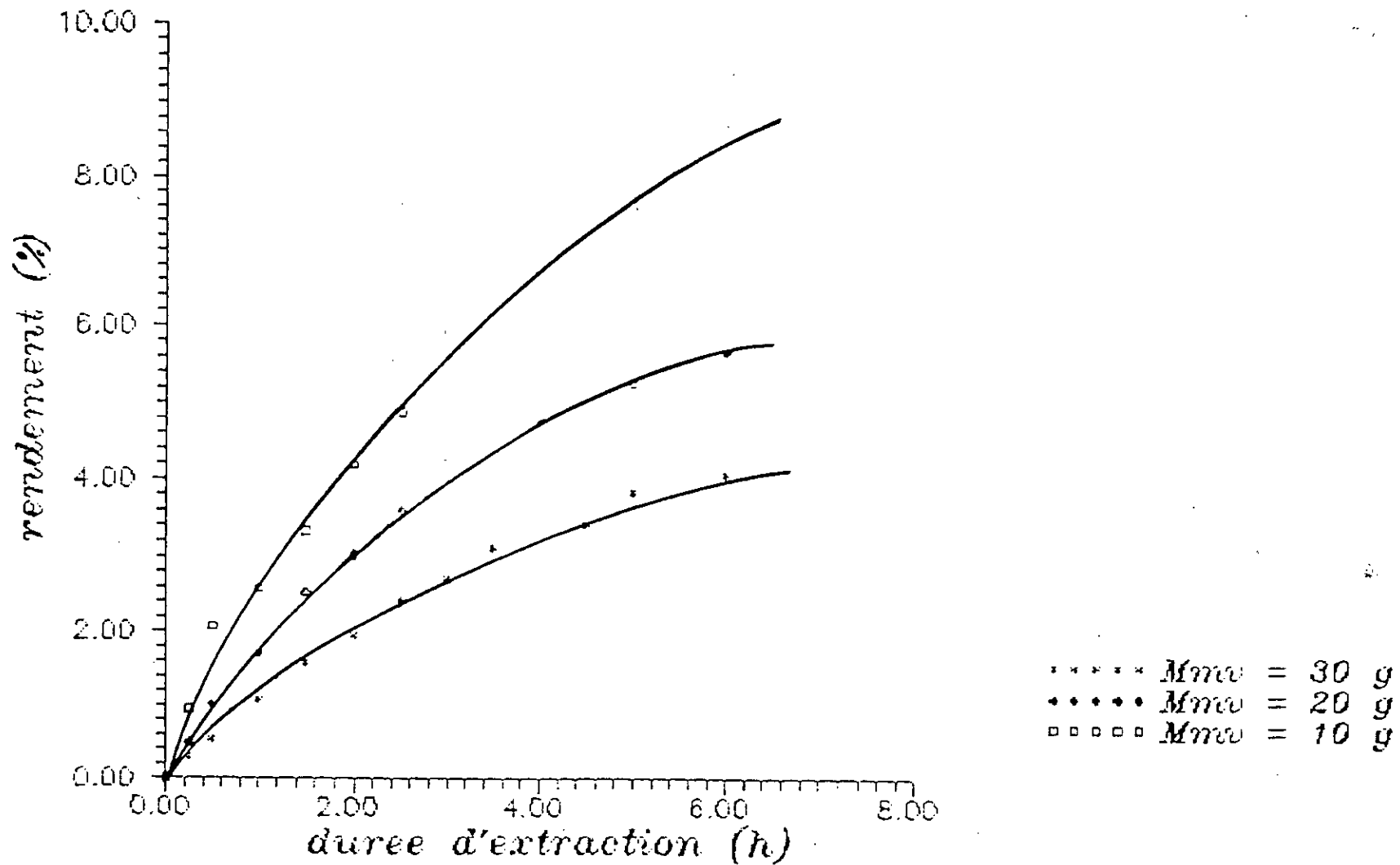


Fig 7: Rendement en extrait en fonction de la durée d'extraction
Entraînement à la vapeur d'eau

III.4-Calcul de vitesse

Les vitesses instantanées d'extraction ont été calculées à partir du tracé des tangentes à la courbe moyenne rendement en fonction de la durée d'extraction .

III.4.1-Extraction à la vapeur d'hexane

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant :

| Durée d'extraction (h) | Vitesse instantanée(% /h) | | |
|------------------------|---------------------------|-------------|-------------|
| | M m.v = 30g | M m.v = 20g | M m.v = 10g |
| 0 | 0.53 | 0.88 | 1.69 |
| 0.2 | 0.42 | 0.82 | 1.40 |
| 0.4 | 0.36 | 0.75 | 1.02 |
| 0.6 | 0.29 | 0.68 | 0.94 |
| 0.8 | 0.27 | 0.63 | 0.80 |
| 1 | 0.30 | 0.57 | 0.74 |
| 1.4 | 0.21 | 0.47 | 0.64 |
| 1.8 | 0.15 | 0.43 | 0.56 |
| 2.2 | 0.07 | 0.39 | 0.53 |
| 2.6 | 0.04 | 0.36 | 0.48 |
| 3 | 0 | 0.31 | 0.42 |
| 3.4 | 0 | 0.28 | 0.40 |
| 3.8 | 0 | 0.18 | 0.35 |
| 4.2 | 0 | 0.14 | 0.31 |
| 4.6 | 0 | 0.10 | 0.25 |
| 5 | 0 | 0.08 | 0.16 |
| 5.6 | 0 | 0.03 | 0.15 |
| 6 | 0 | 0.01 | 0.12 |

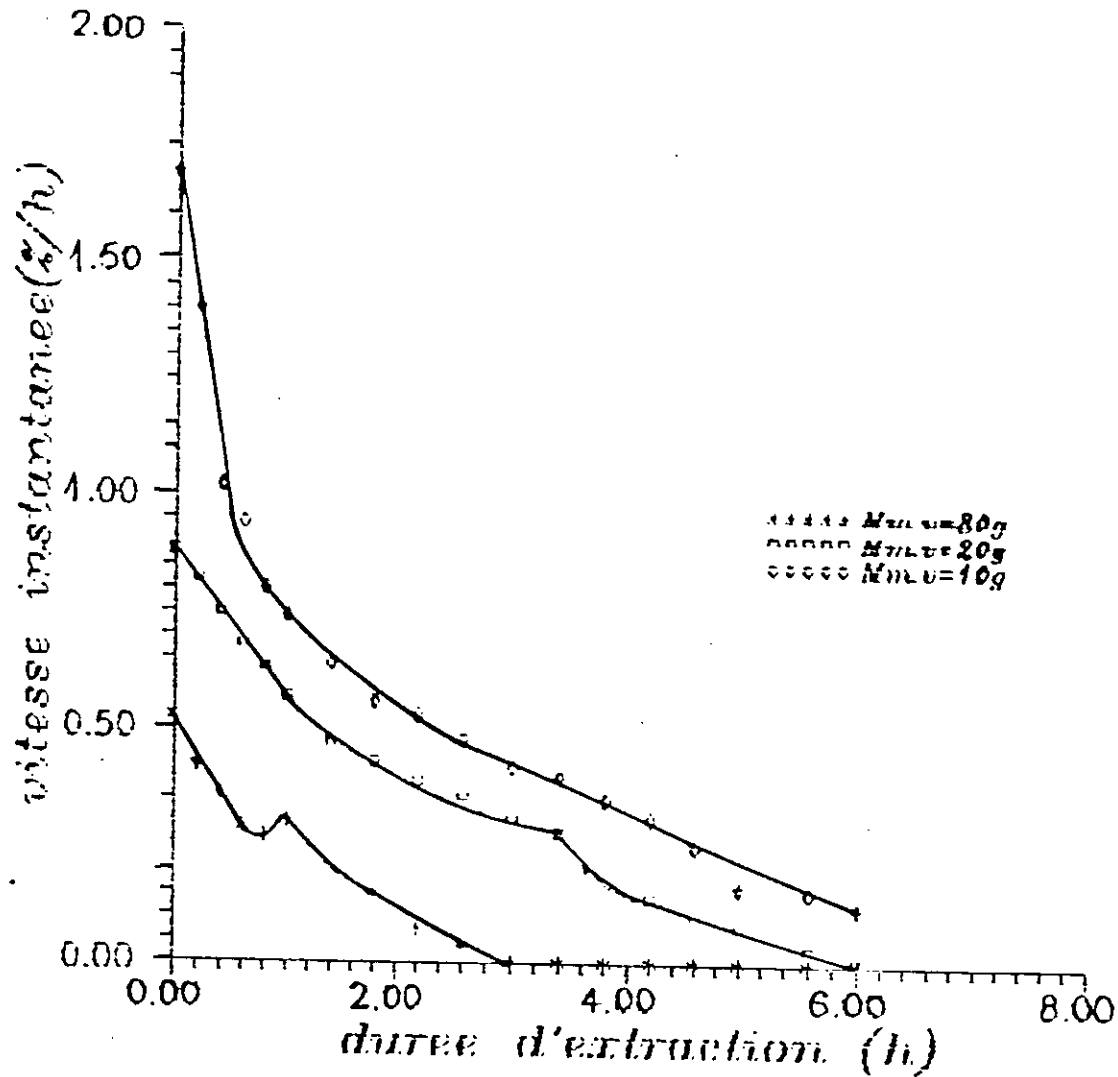


Fig 8 : vitesse instantanée en fonction de la durée d'extraction.
 Entraînement à la vapeur d'hexane

Les courbes vitesse instantanée en fonction de la durée d'extraction dans le cas d'extraction à la vapeur d'hexane sont représentées sur la figure n°8 .
 Les courbes de vitesses sont constituées de deux parties linéaires séparées par une zone intermédiaire .

III.4.2-Extraction à la vapeur d'eau

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant:

| Tableau 12 : Vitesse instantanée d'extraction en fonction de la durée d'extraction | | | |
|--|---------------------------|-------------|-------------|
| Durée d'extraction (h) | Vitesse instantanée(% /h) | | |
| | M m.v = 30g | M m.v = 20g | M m.v = 10g |
| 0 | 0.74 | 1.10 | 1.38 |
| 0.2 | 0.65 | 1.05 | 1.31 |
| 0.4 | 0.58 | 0.91 | 1.20 |
| 0.6 | 0.53 | 0.80 | 1.09 |
| 0.8 | 0.50 | 0.74 | 1.01 |
| 1 | 0.48 | 0.67 | 0.91 |
| 1.4 | 0.43 | 0.58 | 0.83 |
| 1.8 | 0.40 | 0.51 | 0.75 |
| 2.2 | 0.39 | 0.47 | 0.73 |
| 2.6 | 0.36 | 0.42 | 0.70 |
| 3 | 0.34 | 0.39 | 0.67 |
| 3.4 | 0.32 | 0.36 | 0.62 |
| 3.8 | 0.27 | 0.32 | 0.57 |
| 4.2 | 0.24 | 0.31 | 0.55 |
| 4.6 | 0.20 | 0.27 | 0.50 |
| 5 | 0.17 | 0.22 | 0.47 |
| 5.6 | 0.12 | 0.18 | 0.42 |
| 6 | 0.05 | 0.15 | 0.38 |

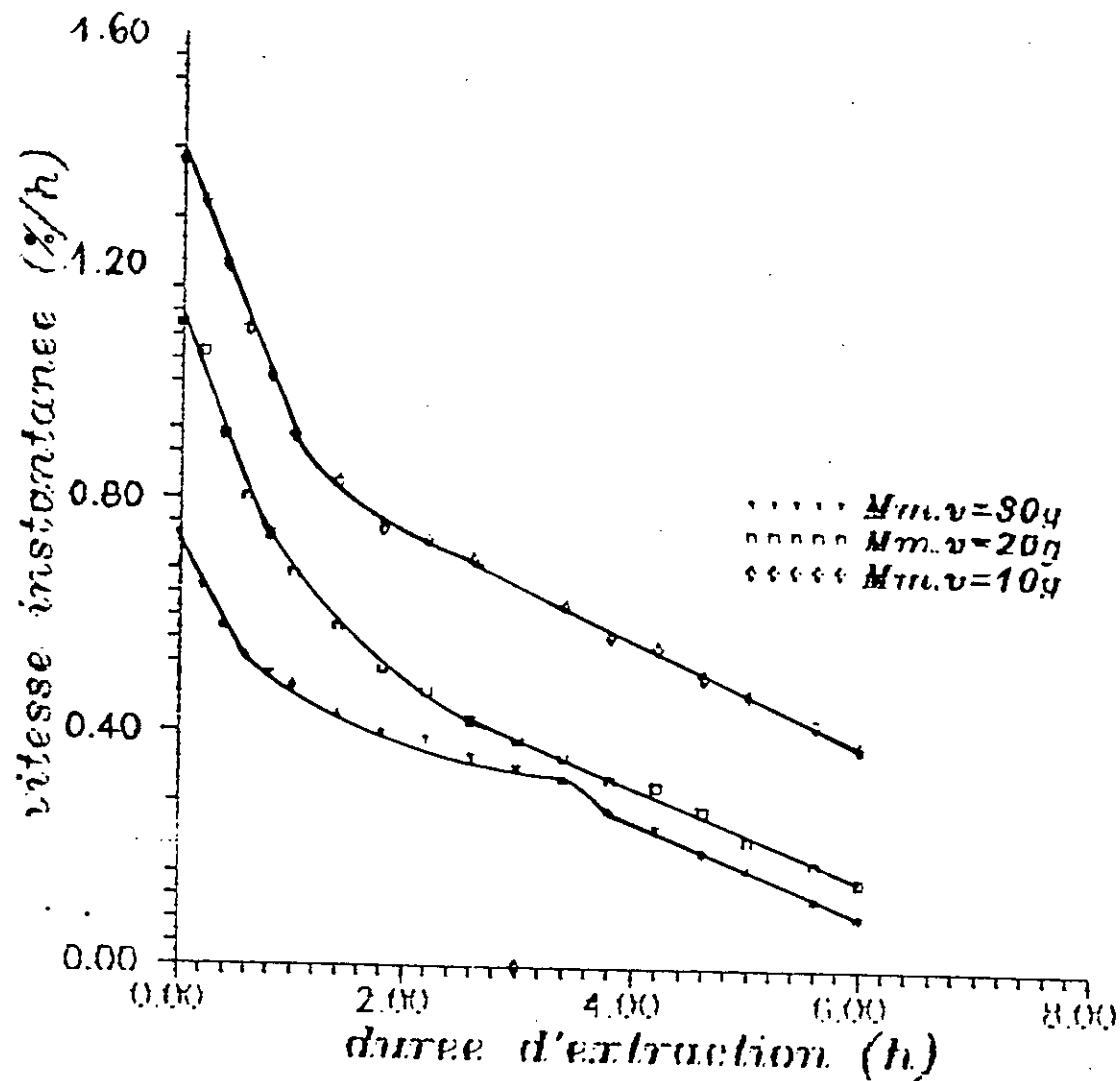


Fig 9 vitesse instantanée en fonction de la durée d'extraction.
Entraînement à la vapeur d'eau

Les courbes vitesse instantanée en fonction de la durée d'extraction ont la même allure que dans le cas d'extraction à la vapeur d'hexane .

III.4.3-Conclusion

Les courbes de vitesse sont constituées de trois parties distinctes: la vitesse décroît rapidement de façon linéaire ceci peut correspondre à l'extraction de l'huile superficielle puis vient une zone intermédiaire pour passer à la deuxième partie linéaire où la vitesse décroît plus lentement, il s'agit alors de l'extraction de l'huile se trouvant dans les canaux internes qui est moins facile à extraire .

III.5-Application de certains modèles mathématiques pour les courbes rendement en fonction de la durée d'extraction

Nous nous sommes proposés de corréler les points expérimentaux . Pour ce faire , nous procédons par analogie entre le phénomène d'extraction et d'autres phénomènes connus . Suivant l'allure des courbes nous pouvons dire que les courbes rendement global en extrait sont semblables aux isothermes d'absorption répondant à l'équation de LANGMUIR:

$$V/V_m = \theta = ap/(1+ap)$$

- V : Volume adsorbé
- V_m : Volume nécessaire pour remplir la monocouche
- p : Pression relative de l'adsorbé
- a : Constante .

La transformée de l'équation de LANGMUIR s'écrit :

$$1/V = 1/V_m(1/p) + 1/V_m$$

Ainsi le modèle $1/R_s = A(1/t) + B$ peut être vérifié pour les courbes rendement en extrait en fonction de la durée d'extraction. Pour cela il faut tracer l'inverse du rendement global en extrait en fonction de l'inverse du temps qui doit être une droite de pente A et d'ordonnée à l'origine B .

III.5.1-Application du modèle pour les courbes rendement obtenues par extraction à la vapeur d'hexane

Après tracé des courbes de modélisation figure n°10 nous obtenons les résultats suivants :

| Tableau 13 : Modèle $1/R_s = A(1/t) + B$ extraction à la vapeur d'hexane | | | |
|---|------------|------------|-------------|
| Expression mathématique | Max-M.V(g) | IT - t (h) | Err-Moy (%) |
| $1/R_s = 1.89 (1/t) + 0.74$ | 30 | 1 - 2.5 | 0.43 |
| $1/R_s = 1.29 (1/t) + 0.24$ | 20 | 1 - 6 | 2.32 |
| $1/R_s = 0.71 (1/t) + 0.20$ | 10 | 1 - 6 | 3.86 |

Comme l'erreur moyenne entre le modèle et les points expérimentaux n'excède pas 4% nous pouvons dire le modèle $1/R_s = A(1/t)+B$ est applicable .

$$1/R_s = A(1/t) + B$$

III.5.2-Application du modèle pour les courbes rendement obtenues par extraction à la vapeur d'eau

Pour vérifier la validité du modèle nous avons tracé les droites et avons déterminé les constantes . Les calculs ont donné les résultats suivants :

| Tableau 14 : Modèle $1/R_s = A(1/t) + B$ extraction à la vapeur d'eau | | | |
|--|-------------|------------|-------------|
| Expression mathématique | Max-M.V (g) | IT - t (h) | Err-Moy (%) |
| $1/R_s = 0.77 (1/t) + 0.10$ | 30 | 1 - 6 | 3.25 |
| $1/R_s = 0.44 (1/t) + 0.10$ | 20 | 1 - 6 | 0.45 |
| $1/R_s = 0.32 (1/t) + 0.07$ | 10 | 1 - 6 | 3.41 |

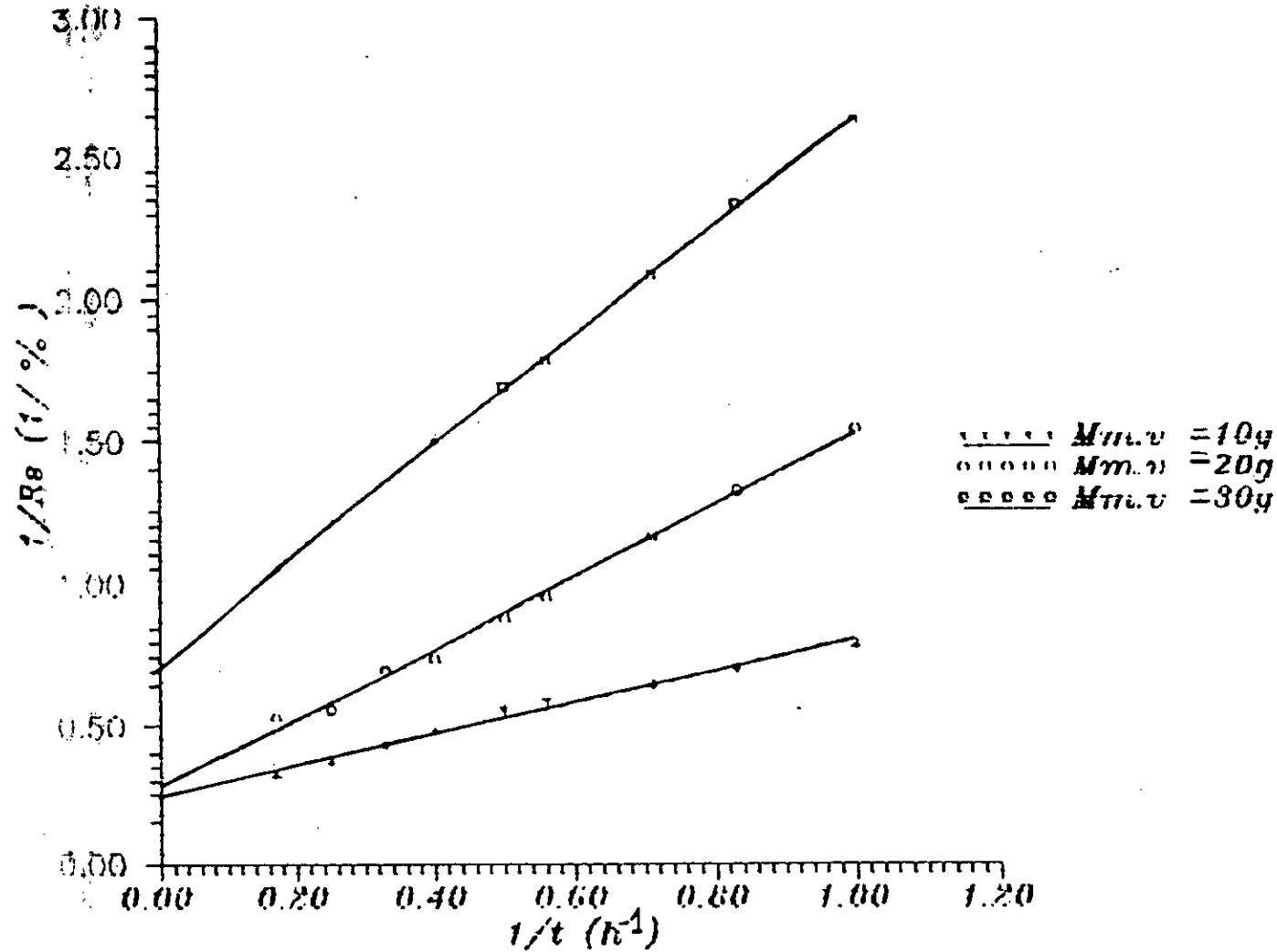


Fig. 40 : L'inverse du rendement en fonction de l'inverse du temps
Entraînement à la vapeur d'hexane

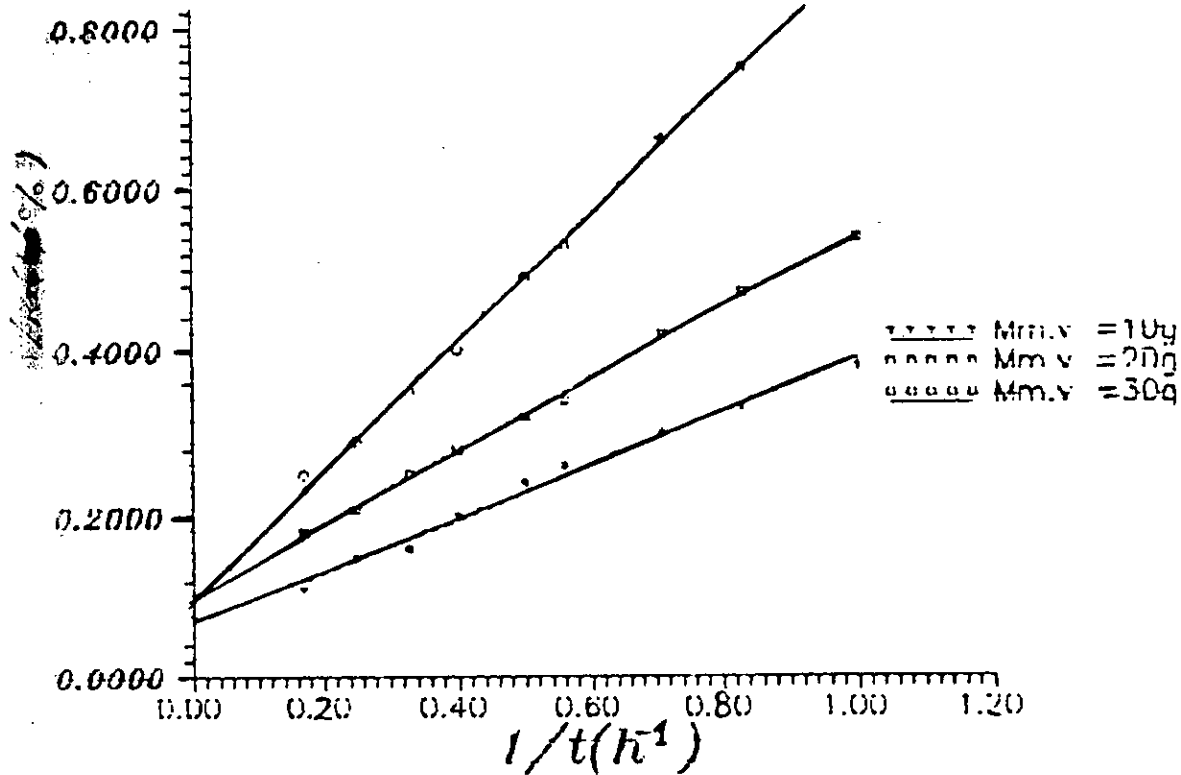


Fig 11: Inverse du rendement en fonction de l'inverse du temps
Entraînement à la vapeur d'eau

Le modèle $1/R_s=A(1/t)+B$ a bien été vérifié vue que l'erreur moyenne entre le modèle et les points expérimentaux ne dépasse pas 3.5 % .

III.5.3-Conclusion

Les résultats montrent que le même modèle $1/R_s=A(1/t)+B$ est applicable pour les courbes rendement d'extraction par entraînement à la vapeur d'hexane et à la vapeur d'eau .

III.6-Influence de la masse de matière végétale

Afin d'évaluer l'influence de la masse de matière végétale nous avons effectué trois extractions avec trois masses différentes pour chacun des solvants utilisés .

III.6.1-Extraction à la vapeur d'hexane

Le tableau suivant regroupe les résultats obtenus :

| Tableau 15 : Influence de la masse de matière végétale sur le rendement en extrait | | | |
|--|--------------------------------|-------------|-------------|
| Durée d'extraction (h) | Rendement en extrait R_s (%) | | |
| | M m.v = 30g | M m.v = 20g | M m.v = 10g |
| 0.25 | 0.03 | 0.22 | 0.37 |
| 0.5 | 0.05 | 0.34 | 0.49 |
| 1 | 0.38 | 0.64 | 1.18 |
| 1.5 | 0.48 | 0.80 | 1.47 |
| 2 | 0.57 | 1.05 | 1.75 |
| 2.5 | 0.61 | 1.30 | 2.18 |
| 3 | 0.61 | 1.53 | 2.47 |
| 4 | 0.61 | 1.77 | 2.62 |
| 5 | 0.61 | 1.82 | 2.91 |
| 6 | 0.61 | 1.90 | 3.05 |

D'après les résultats obtenus , le rendement en extrait augmente avec la diminution de la masse de matière végétale .

III.6.2-Extraction à la vapeur d'eau

| Durée d'extraction (h) | Rendement en extrait Rs (%) | | |
|------------------------|-----------------------------|-------------|-------------|
| | M m.v = 30g | M m.v = 20g | M m.v = 10g |
| 0.25 | 0.29 | 0.49 | 0.94 |
| 0.5 | 0.53 | 1.02 | 2.06 |
| 1 | 1.07 | 1.70 | 2.57 |
| 1.5 | 1.58 | 2.51 | 3.32 |
| 2 | 1.94 | 3.03 | 4.18 |
| 2.5 | 2.40 | 3.60 | 4.87 |
| 3 | 2.70 | 4.23 | 5.92 |
| 4 | 3.41 | 4.79 | 6.75 |
| 5 | 3.83 | 5.27 | 7.60 |
| 6 | 4.06 | 5.65 | 8.74 |

Les résultats montrent que le rendement en extrait augmente avec la diminution de la masse de matière végétale .

III.6.3-Interprétation des résultats

En passant de 30 à 10 grammes de matière végétale , le rendement est multiplié par 5 dans le cas de l'extraction à la vapeur d'hexane et il est doublé dans le cas de l'extraction a la vapeur d'eau .

Cette variation est probablement due au degré de tassement de la matière végétale dans la colonne . En effet un tassement excessif empêche le bon contact de la vapeur avec la matière végétale . D'autre part , l'élévation de la hauteur du lit conduit à la condensation de la vapeur . Nous pouvons remédier à cet inconvénient par l'augmentation du débit de vapeur .

III.6.4-Conclusion

Il est conseillé d'opérer avec des masses de matière végétale faibles , le rendement est ainsi amélioré .

III.7-Influence de la nature du solvant

III.7.1-Résultats expérimentaux

Dans le but d'étudier l'influence de la nature du solvant nous avons utilisé trois solvants : l'hexane , l'eptane & l'eau .

Les résultats trouvés sont présentés dans les tableaux suivants :

| Durée d'extraction (h) | Rs(%) | |
|------------------------|--------|------|
| | Hexane | Eau |
| 0.25 | 0.03 | 0.29 |
| 0.5 | 0.05 | 0.53 |
| 1 | 0.38 | 1.07 |
| 1.5 | 0.49 | 1.58 |
| 2 | 0.57 | 1.94 |
| 2.5 | 0.61 | 2.40 |
| 3 | 0.61 | 2.70 |
| 4 | 0.61 | 3.41 |
| 5 | 0.61 | 3.83 |
| 6 | 0.61 | 4.06 |

Tableau 18 : Influence de la nature du solvant sur le rendement en extrait pour M(masse) = 20 g

| Durée d'extraction (h) | Rs(%) | |
|------------------------|--------|------|
| | Hexane | Eau |
| 0.25 | 0.22 | 0.49 |
| 0.5 | 0.34 | 1.02 |
| 1 | 0.64 | 1.70 |
| 1.5 | 0.80 | 2.51 |
| 2 | 1.06 | 3.03 |
| 2.5 | 1.30 | 3.60 |
| 3 | 1.53 | 4.23 |
| 4 | 1.77 | 4.79 |
| 5 | 1.82 | 5.27 |
| 6 | 1.90 | 5.65 |

| Tableau 19 : Influence de la nature du solvant sur le rendement en extrait pour M(masse) = 10 g | | |
|---|--------|------|
| Durée d'extraction (h) | Rs(%) | |
| | Hexane | Eau |
| 0.25 | 0.37 | 0.94 |
| 0.5 | 0.49 | 2.06 |
| 1 | 1.18 | 2.57 |
| 1.5 | 1.47 | 3.32 |
| 2 | 1.75 | 4.18 |
| 2.5 | 2.18 | 4.87 |
| 3 | 2.47 | 5.92 |
| 4 | 2.62 | 6.75 |
| 5 | 2.91 | 7.60 |
| 6 | 3.05 | 8.74 |

Lors de l'extraction à la vapeur d'hexane avec une masse de 30g de matière végétale, il y a eu condensation importante et nous avons jugé utile d'estimer la quantité d'extrait obtenu par condensation et écoulement de la miscella dans le ballon de chauffage .

| Durée d'extraction (h) | Masse d'extrait(g) | Rs(%) |
|------------------------|--------------------|-------|
| 6 | 0.7002 | 2.6 |

L'extraction à l'heptane dans les conditions opératoires suivantes:

- _ Diamètre de la colonne : 4.67 cm
- _ Taux d'humidité : 10.23 %
- _ Masse de matière végétale : 10 g
- _ Débit du solvant : 5.00 à 5.33 cm³/mn

a donné les résultats suivants :

| Durée d'extraction(mn) | Extraction par HeL | | Extraction par V - He | |
|------------------------|--------------------|-------|-----------------------|-------|
| | M ext(g) | Rs(%) | M ext(g) | Rs(%) |
| 15 | 0.0628 | 0.7 | 0.0031 | 0.034 |

NB : HeL : Heptane liquide
V-He: Vapeur d'heptane
M ext: Masse d'extrait

III.7.2-Interprétation des résultats

Dés résultats obtenus nous pouvons faire les remarques suivantes:

- _ L'allure des courbes rendement en extrait en fonction de la durée d'extraction est la même, ce qui nous permet de dire qu'a priori les mêmes phénomènes se produisent dans les deux cas d'extraction par entraînement à la vapeur d'hexane et à la vapeur d'eau.
- _ L'extraction à la vapeur d'eau donne de meilleurs résultats que l'extraction à la vapeur d'hexane.
- _ L'extraction par entraînement à la vapeur d'heptane a montré des difficultés pratiques, presque la quasi-totalité des vapeurs produites se condensent le long du lit de matière végétale et nous ne récupérons que des quantités infimes de vapeur en tête de colonne et ce qu'en début du processus.

III.7.3-Conclusion

Notre interprétation a porté sur la quantité globale d'extrait mais reste à évaluer la quantité de ces essences par analyse chromatographique.

III.8-Analyse par chromatographie en phase gazeuse

La chromatographie en phase gazeuse (C.P.G) est actuellement l'une des méthodes d'analyse les plus utilisées aussi bien au laboratoire que dans l'industrie pour l'analyse qualitative et quantitative ainsi que pour l'isolement et l'identification des constituants d'un mélange gazeux ou liquide susceptible d'être vaporisé .

III.8.1-Principe

La C.P.G implique des échanges réversibles entre une phase fixe liquide et une phase gazeuse mobile appelée gaz vecteur . La séparation est basée sur les différences du coefficient de partage des produits à séparer entre ces deux phases .

Un chromatographe comporte principalement :

- Une chambre d'injection .
- Une colonne .
- Un détecteur .
- Un enregistreur .

Les deux pièces maîtresses sont :

- La colonne ; contenant la phase stationnaire à travers laquelle circule le gaz vecteur tout au long de l'essai.
- Le détecteur ; opérant selon un principe physique bien déterminé , permet la détection des composés à la sortie de la colonne .

Le mélange à analyser est introduit dans l'injecteur et vaporisé , il est entraîné à travers la phase stationnaire par le gaz vecteur. La vitesse de déplacement de chacun des constituants du mélange étant différente , ils quittent la colonne l'un après l'autre et arrivent dans le détecteur , ce dernier envoie vers l'enregistreur un signal constant correspondant à la ligne de base et le passage d'un composé modifie ce signal qui se traduit par l'enregistrement d'un pic [58] .

L'ensemble des pics ainsi obtenus est dit chromatogramme .

Le temps de rétention (temps écoulé depuis l'injection jusqu'à la détection d'un composé), dépend de la nature du composé , de la nature de la phase stationnaire, de la vitesse de déplacement du gaz vecteur et de la température de la colonne [59].

Pour un composé analysé dans strictement les mêmes conditions, le temps de rétention est constant et représente une grandeur propre à ce composé , permettant donc son identification [60].

III.8.2-Conditions operatoires

Pour chacun des extraits obtenus , les constituants volatilissables ont été analysés à l'aide d'un appareil chromatographique de type PYE-UNICAM serie 304 PHYLIPS ,muni d'un détecteur à ionisatoinde flamme et relié à un intégrateur de type PHYLIPS 4310 .La séparation a été faite sur une colonne capillaire carbowax 20 M de 25 mètres de longueur et 0.25 millimètre de diamètre , dans les conditions suivantes :

_ Températures :

- * Colonne : Programmation de temperature de 90 à 200°C a raison de 4°C/mn , avec un palier de 3 mn à 200°C .
- * Détecteur : 300°C.
- * Injecteur : 200°C.
- * Gaz vecteur : azote avec un débit de 2 ml/mn.
- * Volume injecté : 0.1 microlitre .
- * Vitesse du papier : 0.5 cm/mn.

III.8.3-Identification

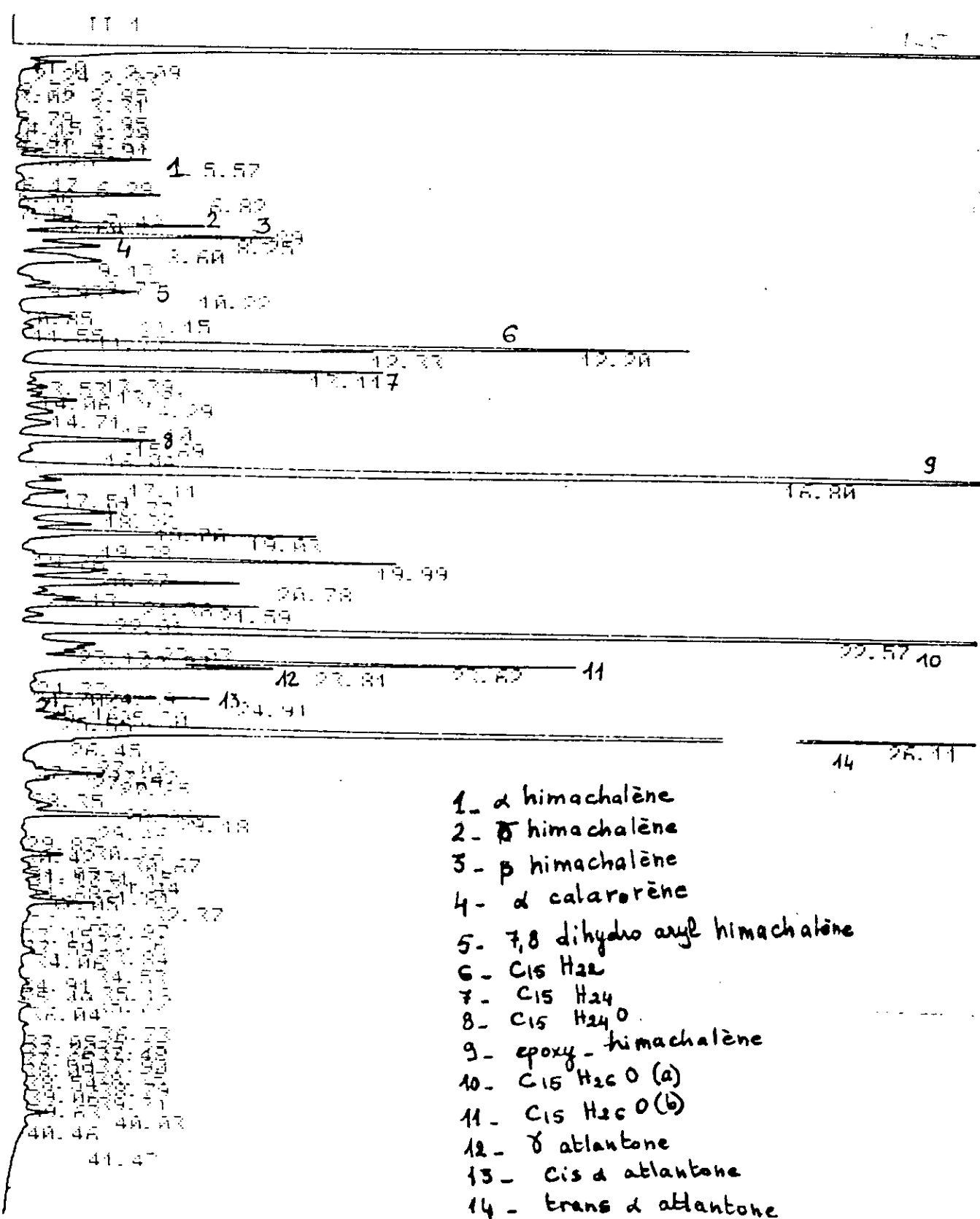
En se basant sur les travaux anterieurs [14] nous avons pu retrouver les constituants suivants dans nos extraits :

- _ α Himachalène
- _ γ Himachalène
- _ β Himachalène
- _ α Calarène
- _ 7.8 dihydro aryl himachalène
- _ C15H22
- _ C15H24
- _ C15H22O
- _ Epoxy-himachalène
- _ C15H26O(a)
- _ C15H26O(b)
- _ γ atlantone
- _ Cis α atlantone
- _ Trans α atlantone

III.8.4-Résultats et interpretations

Les extraits obtenus pour différentes durées d'extraction correspondant a une masse de matière végétale de 20g ont été analysés pour pouvoir suivre l'évolution de la composition de l'essence en ses constituants avec la durée d'extraction .

Nous nous sommes intéressés aux constituantsmajoritaires suivants :



- 1- α himachalène
- 2- β himachalène
- 3- γ himachalène
- 4- α calarorène
- 5- 7,8 dihydro axyl himachalène
- 6- C15 H22
- 7- C15 H24
- 8- C15 H24 O
- 9- epoxy - himachalène
- 10- C15 H26 O (a)
- 11- C15 H26 O (b)
- 12- δ atlantone
- 13- cis α atlantone
- 14- trans α atlantone

Fig 12: Chromatogramme de l'extrait obtenu par entraînement à la vapeur d'eau au bout de 2 heures d'extraction

- α Himachalène
- γ Himachalène
- β Himachalène
- C15H22
- Epoxy-himachalène
- δ atlantone
- Cis α atlantone
- Trans α atlantone

Le rendement a été calculé à l'aide de la relation suivante :

$$R_i(\%) = (m_i / M_{m.v}) * 100 \quad (3)$$

m : masse du constituant i dans l'extrait
M_{m.v} : masse de matière végétale .

III.8.4.1-Extraction à la vapeur d'hexane

L'analyse des différents échantillons récupérés lors de cette extraction a donné les résultats rassemblés dans les tableaux suivants correspondant chacun à un constituant choisi et présenté sur la figure n° 13 .

| Tableau 20 : Rendement des constituants majoritaires extraits par la vapeur d'hexane en fonction de la durée d'extraction | | | | | | | | | |
|---|-------|--------------|--------------|-------------|-------|-------|---------------|-------|-------|
| 10 ³ R (%) | | | | | | | | | |
| D-Ext (h) | Me(g) | α - H | γ - H | β - H | P-1 | Ep-H | δ -atl | C-atl | T-atl |
| 0.25 | 0.038 | 0.011 | 0.004 | 0.022 | 0.229 | 0.179 | 0.029 | 0.035 | 0.009 |
| 0.5 | 0.022 | 0.029 | 0.009 | 0.033 | 0.296 | 0.417 | 0.046 | 0.078 | 0.113 |
| 1 | 0.054 | 0.111 | 0.077 | 0.088 | 0.574 | 0.945 | 0.070 | 0.136 | 0.143 |
| 1.5 | 0.029 | 0.160 | 0.086 | 0.093 | 0.812 | 1.285 | 0.073 | 0.179 | 0.164 |
| 2 | 0.047 | 0.212 | 0.108 | 0.010 | 1.057 | 1.773 | 0.095 | 0.241 | 0.190 |
| 2.5 | 0.043 | 0.263 | 0.126 | 0.122 | 1.233 | 1.971 | 0.110 | 0.301 | 0.211 |
| 3 | 0.042 | 0.290 | 0.135 | 0.126 | 1.477 | 2.510 | 0.130 | 0.375 | 0.234 |
| 4 | 0.093 | 0.310 | 0.139 | 0.157 | 1.887 | 3.235 | 0.163 | 0.383 | 0.246 |
| 5 | 0.009 | 0.323 | 0.142 | 0.162 | 1.933 | 3.347 | 0.164 | 0.402 | 0.259 |
| 6 | 0.014 | 0.324 | 0.144 | 0.163 | 1.995 | 3.522 | 0.174 | 0.427 | 0.279 |

NB: Me: Masse extrait(g). P-1 : C15H22 .
 α - H : α Himachalene. Ep-H: Epoxy Himachalene.
 γ - H : γ Himachalene. δ -atl: δ atlantone
 β - H : β Himachalene. C-atl: Cis α atlantone
T-atl : Trans α Himachalene

L'analyse de l'extrait récupéré dans le ballon lors de l'extraction à la vapeur d'hexane avec 30 grammes de matière végétale a donné les résultats suivants :

| Constituants | $\alpha - H$ | $\gamma - H$ | $\beta - H$ | P-1 | Ep-H | σ -atl | C-atl | T-atl |
|--------------|--------------|--------------|-------------|-------|-------|---------------|-------|-------|
| R 10**3 (%) | 0.029 | 0.044 | 1.235 | 0.068 | 1.502 | 0.536 | 0.014 | 4.401 |

III.8.4.2-Extraction à la vapeur d'eau

Le tableau suivant rassemble les résultats obtenus après analyse des extraits obtenus pour différentes durées d'extraction à la vapeur d'eau .

| D-Ext (h) | Me(g) | $\alpha - H$ | $\gamma - H$ | $\beta - H$ | P-1 | Ep-H | σ -atl | C-atl | T-atl |
|-----------|-------|--------------|--------------|-------------|-------|-------|---------------|-------|-------|
| 0.25 | 0.088 | 0.026 | 0.207 | 0.612 | 0.133 | 0.222 | 0.217 | 0.006 | 0.767 |
| 0.5 | 0.094 | 0.057 | 0.219 | 0.617 | 0.358 | 0.965 | 0.338 | 0.049 | 1.228 |
| 1 | 0.124 | 0.123 | 0.584 | 1.602 | 0.451 | 1.561 | 0.464 | 0.076 | 1.835 |
| 1.5 | 0.145 | 0.207 | 0.630 | 1.885 | 1.068 | 2.620 | 0.579 | 0.154 | 2.568 |
| 2 | 0.093 | 0.258 | 0.698 | 1.979 | 1.315 | 3.620 | 0.663 | 0.200 | 3.373 |
| 2.5 | 0.103 | 0.323 | 0.965 | 2.235 | 2.629 | 3.784 | 0.796 | 0.222 | 4.009 |
| 3 | 0.113 | 0.417 | 1.153 | 2.344 | 2.729 | 4.207 | 0.939 | 0.240 | 4.704 |
| 4 | 0.101 | 0.469 | 1.519 | 3.279 | 2.931 | 4.519 | 1.024 | 0.250 | 5.288 |
| 5 | 0.086 | 0.504 | 1.802 | 4.065 | 3.096 | 4.760 | 1.108 | 0.259 | 5.966 |
| 6 | 0.069 | 0.534 | 1.819 | 6.742 | 3.221 | 4.900 | 1.186 | 0.263 | 6.303 |

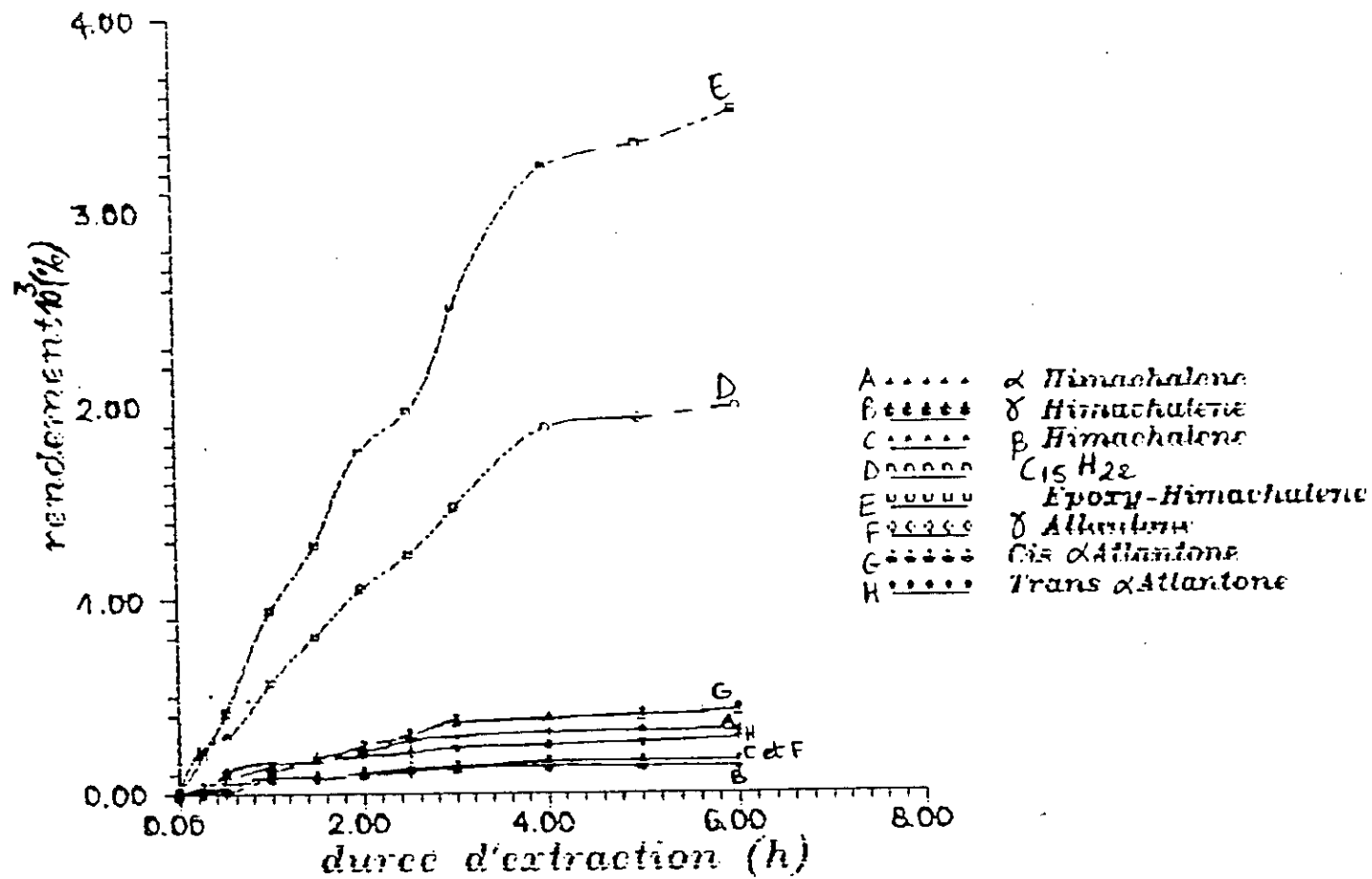


Fig 13: Cinétique d'extraction des constituants majoritaires
Entraînement à la vapeur d'hexane

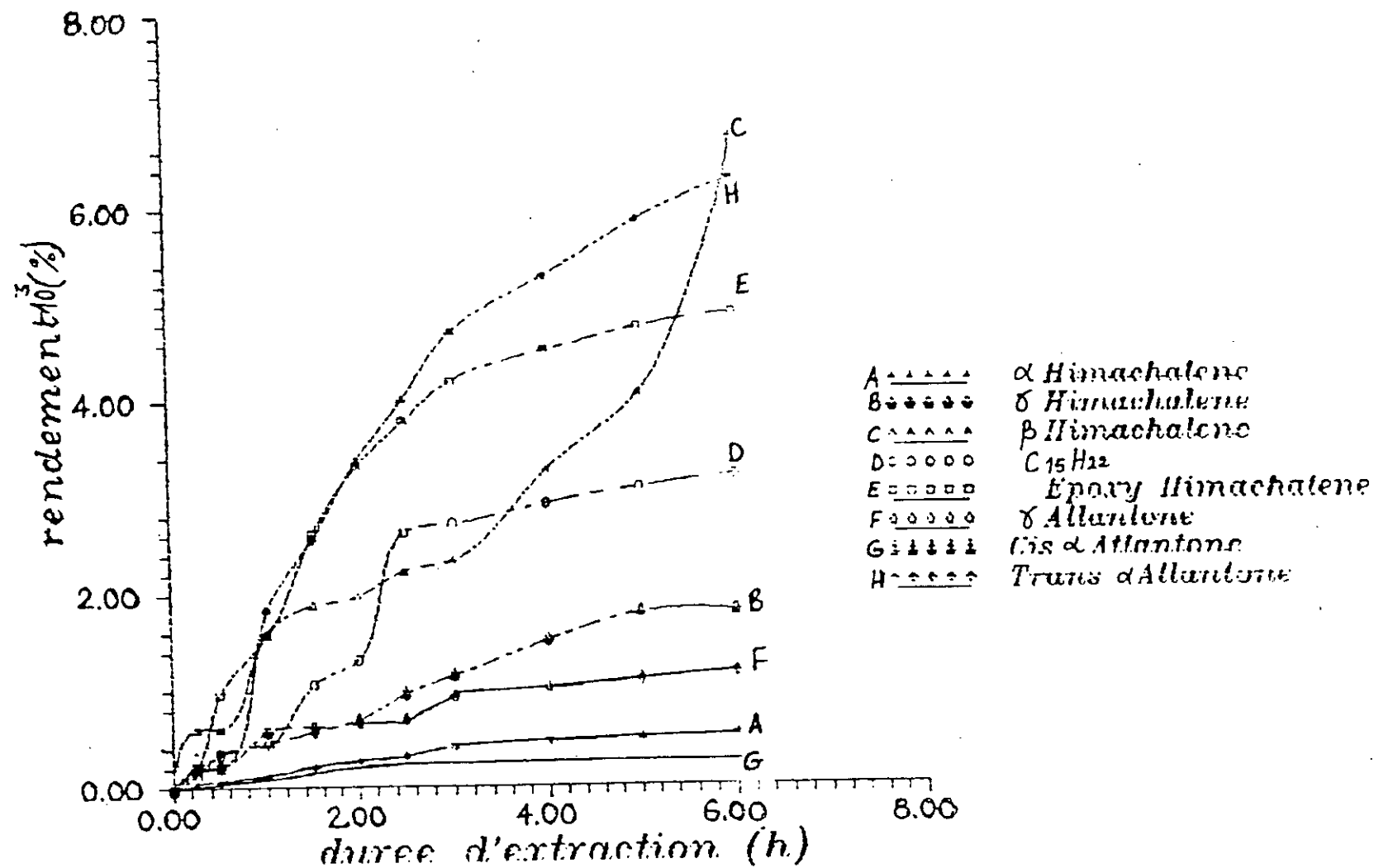


fig 14: Cinetique d'extraction des constituants majoritaires
Entrainement a la vapeur d'eau

III.8.4.3-Extraction à la vapeur d'heptane

L'analyse de l'échantillon a donné les résultats suivants :

| Constituants | $\alpha - H$ | $\sigma - H$ | $\beta - H$ | P-1 | Ep-H | σ -atl | C-atl | T-atl |
|--------------|--------------|--------------|-------------|-------|-------|---------------|-------|-------|
| R 10**3 (%) | 0.078 | 0.020 | 0.859 | 0.332 | 2.406 | 0.026 | 0.073 | 9.116 |

L'analyse de l'extrait récupéré dans le ballon a donné le tableau de résultats suivant :

| Constituants | $\alpha - H$ | $\sigma - H$ | $\beta - H$ | P-1 | Ep-H | σ -atl | C-atl | T-atl |
|--------------|--------------|--------------|-------------|-------|-------|---------------|-------|-------|
| R 10**3 (%) | 0.064 | 0.179 | 0.287 | 0.544 | 1.220 | 0.198 | 0.103 | 0.814 |

Les résultats montrent que :

- La quantité des différents constituants évolue de la même façon avec la durée d'extraction. Les courbes sont aussi semblables à la courbe globale d'extraction.
- L'évolution de la quantité du β himachalène par entraînement à la vapeur d'eau semble différente de celle par entraînement à la vapeur d'hexane. Le β himachalène doit se trouver sur deux sites différents superficiel et interne. La vapeur commence à extraire l'huile superficielle puis l'huile interne ce qui explique l'allure de la courbe.
- Le trans α atlantone étant une cétone donc polaire est plus facilement extractible par la vapeur d'eau que par la vapeur d'hexane.

III.8.5-Conclusion

L'évolution de la quantité des constituants majoritaires avec le temps est en général la même pour les deux extractions à la vapeur d'hexane et à la vapeur d'eau.

Quant à l'extraction à la vapeur d'hexane, nous pouvons dire que le procédé n'est pas sélectif vu que les constituants suivent la même évolution de leur quantité dans l'extrait.

Conclusion

Conclusion

Au cours de ce travail nous avons conçu et réalisé à l'échelle laboratoire un appareil d'extraction par entraînement à la vapeur de solvant que nous avons testé .

La première partie de l'étude s'est intéressée à la cinétique d'extraction de l'essence du bois de cedre ainsi qu'à deux paramètres pouvant influencer le rendement global en extrait qui sont la masse de matière végétale et la nature du solvant .

Nous sommes arrivés aux conclusions et recommandations suivantes :

- Après six heures d'extraction le palier n'est pas atteint , la durée d'extraction fixée est donc insuffisante pour l'épuisement total de la matière végétale .
- La masse de matière végétale la plus rentable est de 10 grammes .
- Les rendements en extrait obtenus par entraînement à la vapeur d'eau sont meilleurs que ceux obtenus par entraînement à la vapeur d'hexane .
- Le modèle mathématique $1/R_s = A(1/t) + B$ est applicable pour les courbes rendement en extrait en fonction de la durée d'extraction .

La seconde partie de notre étude a consisté à une estimation quantitative de la composition de certains extraits par chromatographie en phase gazeuse .

Cette seconde partie s'est également intéressée à l'évolution de la quantité des constituants majoritaires au cours de l'extraction . Les résultats obtenus nous amènent à avancer les conclusions suivantes :

- Le procédé n'est pas sélectif , les constituants suivent la même cinétique d'extraction avec la même proportion pendant toute l'extraction .
- Excepté le β himachalène, les constituants suivent la même cinétique d'extraction que ce soit par entraînement à la vapeur d'hexane ou par entraînement à la vapeur d'eau .

Enfin un tel procédé mérite d'être amélioré ne serait ce que dans le but de l'étude des phénomènes qui régissent l'extraction des matières végétales .

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRPHIE

- [1] - ANALYTICAL METHOD COMITTEE Analyst ,109,1984,1339.
- [2] - GUENTHER.E The essential oils,voll,Ed Krieger,3^{eme} Ed,1982.
- [3] - SCHIBAMOTO.T Chromat Sci,105,1981,455 .
- [4] - TOTH Le cèdre Bull de la vulgarisation forestière,114,1971.
- [5] - G.CALLEN Les conifères utilisés en Europe,Ed.J,B.BAILLEIRE, 1,1976
- [6] - BOUDY.P Economie forestière nord Africaine,monographie et traitement des essences forestières,Ed la rose.T.II.1950,378.
- [7] - AZZOUNI.A Etude de la croissance de cedrus atlantica Manetti. Memoire de fin d'etudes .INA Alger 1980 .
- [8] - NEDJAH.I.A La croissance et la productivité du cèdre de l'Atlas à Chréa , Annales de la recherche forestière en Algérie . Sem INRF. vol II,1987,27 .
- [9] - GUEOGUIEV.E Technologie des produits aromatiques .Plodiv, 1980,7 .
- [10]- La parfumerie moderne - Revue scientifique 1922 .
- [11]- M.PLATTIER , M.TEISSERE Contribution à la connaissance de l'huile essentielle de cèdre de l'Atlas . Aout 1972 .
- [12]- GRIMAL Comptes rendus de l'académie des sciences , Paris 1902.
- [13]- BOUMGHAR M.Y Techniques d'extraction appliquées aux espèces forestières , le cèdre de Djurdjura - Contribution à l'étude analytique des huiles essentielles extraites . Thèse de Magister ,ENP Alger,Mars 1989 .
- [14]- BENYOUSSEF .E.H Etude du procédé d'extraction du bois de cèdre de l'Atlas algérien par l'hexane . Contribution à l'étude analytique des extraits obtenus . Thèse de Magister ENP Juin 1990 .
- [15]- PFEAU.A Helvchim Acta , 1932,15 .
- [16]- PFEAU.A & PLATTNER .PI Helvchim Acta ,1934,17 .
- [17]- BREDENBERG.J,B & ERDTMANN.H Acta Chim Scand,1961,15 .
- [18]- KRISCHNARAO.G.S Sukh Dev & P.C .Guha J Indian Chem Soc 1952,29 .

- [19]- JOSEPH. T.C Sukh Dev, Tetrahedron 1968,24
- [20]- PLATTIER & TEISSÈRE . P Recherches , 19,1974,153 .
- [21]- PLATTIER & TEISSERE . P Recherches , 24,1974,167 .
- [22]- RUNEBERG Acta Chem Scand , 14,1960,1288-1924 .
- [23]- WENNINGER.A , YATES. R.L & DOLINSKY.M J.A.O.A.C,50,
1967,1304-1313 .
- [24]- WALKER.T Essential oil Record 59,1968,347 .
- [25]- WENNINGER.A & YATES. R.L J.A.O.A.C,53,1970,949.
- [26]- KITCHENS. G.C , DORSKY.J & KAISER.K Giraudanian,1,
1971,3 .
- [27]- LAWRENCE. B.M Perfumer & Flavorist,5,1980,63
- [28]- WUITTIER.P Raffinage et Génie-chimique,tI Ed Techniq 1972
- [29]- Norme A.F.N.O.R 75 - 113 Détermination du pouvoir rotatoire
Juin 1982 .
- [30]- Norme A.F.N.O.R NFT 75 - 112 .
Huiles essentielles , Détermination de l'indice de réfraction
, Aout 1977 .
- [31]- Norme A.F.N.O.R NFT 75 - 101 Evaluation de la miscibilité
à l'ethanol , Juin 1982 .
- [32]- GILDEMEISTER.E & HOFMANN.F Die Aterischen ole, 2"eme Ed ,
t II , 1919 .
- [33]- MASSY Bull Soc Sci Nature , Maroc , Botan Appli , 16,1924,
N°1 .
- [34]- Anoxyne Bul Imp Inst 21,1923,501 .
- [35]- ROBERTS J Chem Soc , 109,1916,791 .
- [36]- BER SCHIMMEL & CO Avril 1915,54 .
- [37]- RAO.K Indian Forest Records 9, 1922,111 .
- [38]- BER SCHIMMEL & CO Octobre 1930,130 .
- [39]- MASSY Chimie & Industrie , 8,1922,464 .
- [40]- BER SCHIMMEL & CO Octobre ,1911,105 .

- [41]- Y.R. NAVES Technologie et Chimie des parfums naturels
Ed. Masson et Cie . Paris 1974 .
- [42]- T.SINDA , K.L HANSA , Fclt Scifen Anstrichmi, Hel,
Parfum V.Kosn et Dutsch , n°6 ,217-223,1976 .
- [43]- Austin Shreves Chemical Industries M.Graw Hill 1985 .
- [44]- P.CARREE Précis de technologie et de chimie industrielle
t III , Ed.J.BAILLIERE et Fils ,1953 .
- [45]- BOCCHIO Parfums , Cosmetiques , aromes ,61,1985 .
- [46]- PHARMACOPEE FRANCAISE tI V 4,5,8, Maison neuve ,Paris 1985
- [47]- LIOLLE .P.A.P & SMEDT.P Parfums Cosmetiques aromes , Paris
1985 .
- [48]- Lemberg B.S Parfumer and flaronst Ed. 11,1981 .
- [49]- Bernard.T et Perineau.F Parfums , Cosmetiques , aromes
84,1988 .
- [50]- H.STAGE ,R.BUNGER et A.JONAS Fette u.Seifen, 1953,55,
Aout , 513,516 .
- [51]- Y.R. NAVES Parfumoderne , 1954,46,Mars,Avril .
- [52]- J.ARTOZOUL Parfum Cosmet.Savon, V1 , 1958, 329-335 .
- [53]- Angeledis .O.H Revue des oleagineux , N°8,9Aout Sept 1968.
- [54]- Rechenberg .C.V; Theorie gwinning and ternnung der
Atherischen öle durch distillation , Mittiz Beileipzig ,
Selbsverlag Von Schimmel & CO , pp . 261-317,1910 .
- [55]- Despiove ,Le solvant d'extraction Revue francaise des corps
gras Ud 25, n°1 ,7-9 ,1978 .
- [56]- R.François Extraction solide-liquide en limiterie Gch U96
N°6,1966 .
- [57]- Techniques de l'ingenieur J.2782 Extraction liquide-solide.
Technique et appareillage .
- [58]- LORIENT .D , LHUGUENOT .J.C & VALLEY.A
Chromatographie , technique d'analyse et de controle
dans les industries agroalimentaires , Technique et
documentation ,1981,59 .

ANNEXE 1

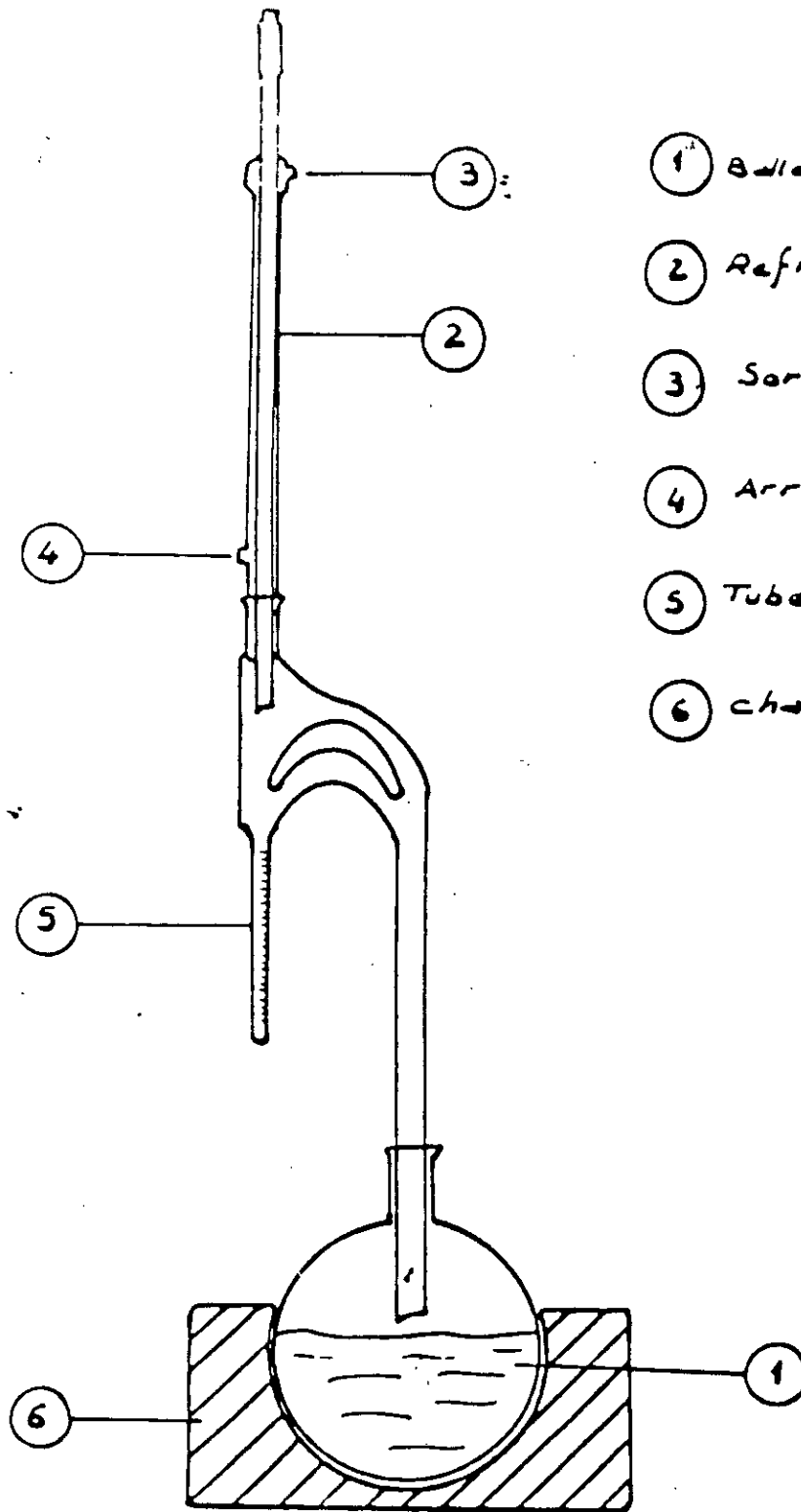
Détermination du taux d'humidité de la matière végétale

Pour ce faire, il faut se munir de l'appareil de DEAN & STARK , le réactif utilisé est le xylène . Nous procéderons de la manière suivante :

Dans un ballon de 500 millilitres , nous introduisons 20 grammes (± 0.01 gramme) de matière végétale . Nous versons ensuite 200 millilitres de xylène dans le ballon , que nous surmontons d'un réfrigérant muni d'un récipient gradué . Ensuite nous portons à reflux (de 2 à 3 gouttes par seconde) jusqu'au moment où le niveau d'eau reste constant et le solvant surnageant l'eau dans le récipient devient limpide , à la fin de l'opération nous augmentons le chauffage dans le but de récupérer toutes les gouttes d'eau déposées sur les parois du réfrigérant ; après refroidissement le volume d'eau est noté et le taux d'humidité est calculé par l'expression :

$$H = (V * 0.998/G) * 100$$

ou H : Représente le taux d'humidité (%)
V : Représente le volume d'eau (millilitres)
G : Représente la masse de matière végétale(grammes) .



- ① Ballon de distillation
- ② Refrigérant
- ③ Sortie d'eau
- ④ Arrivée d'eau
- ⑤ Tube de recette gross
- ⑥ chauffe ballon

APPAREIL DE DEAN ET STARK

ANNEXE 2

Chromatogramme des échantillons analyses

Chromatogramme des exrtaits obtenus par entrainement à la vapeur
d'hexane

3.74 2.16
 4.21
 47 5.22
 51 5.24
 60 5.25 75
 45 7.00
 46 8.00
 47 9.00
 49 9.00
 49 85
 51 7.00 4.29
 51 85 1.25 C
 7 12.00 2.40 2
 7 1.00
 14.27 13.88
 15.18 14.81
 2 15.77
 17.60 17.29
 18.51
 19.10
 20.07
 21.29
 22.54 10
 23.07
 24.00 13
 25.48
 26.11
 27.15
 28.25
 29.92
 30.50
 31.46 30.78
 32.15
 33.15 32.20
 34.00 33.20

Extraction de 15 mn

2.12
 3.88
 41 4.69
 5.37
 6.02
 7.69
 8.29
 9.54
 10.52
 11.02
 12.29 16.24
 13.17
 14.25 12.25 12.22
 15.16
 16.15
 17.22 15.22
 18.17
 19.22 17.22
 20.25 16.25
 21.25 19.19
 22.25 20.14
 23.25 21.14
 24.25 22.25 20
 25.25 13
 26.25 25.11
 27.25 14 26.17
 28.25 28.28
 29.25 29.28
 30.25 30.25
 31.25 31.25
 32.25 32.25
 33.25 33.25
 34.25 34.25
 35.25 35.25
 36.25 36.25
 37.25 37.25
 38.25 38.25
 39.25 39.25
 40.25 40.25

Extraction de 30mn

2.25 2.11

4. 04. 08
5. 04. 08
6. 04. 08

7. 04. 08
8. 04. 08

9. 04. 08
10. 04. 08

11. 04. 08
12. 04. 08

13. 04. 08
14. 04. 08

15. 04. 08
16. 04. 08

17. 04. 08
18. 04. 08

19. 04. 08
20. 04. 08

21. 04. 08
22. 04. 08

23. 04. 08
24. 04. 08

25. 04. 08
26. 04. 08

27. 04. 08
28. 04. 08

29. 04. 08
30. 04. 08

31. 04. 08
32. 04. 08

33. 04. 08
34. 04. 08

35. 04. 08
36. 04. 08

Extraction de 1h

11.0
 2.25
 3.39
 4.16 3.77
 5.4 4.65
 6.22
 7.19
 8.74
 9.33
 10.17
 11.16
 12.17
 13.22

6

14.22
 15.22
 16.24
 17.93
 18.85
 19.81

20.87
 21.77
 22.18

9

23.10
 24.98
 25.84
 26.74

10

27.57
 28.43
 29.25
 30.05
 30.82
 31.57
 32.28
 33.05
 33.78
 34.48
 35.18
 35.84
 36.51
 37.14
 37.87
 38.55
 39.18

Extraction de 1h30mn

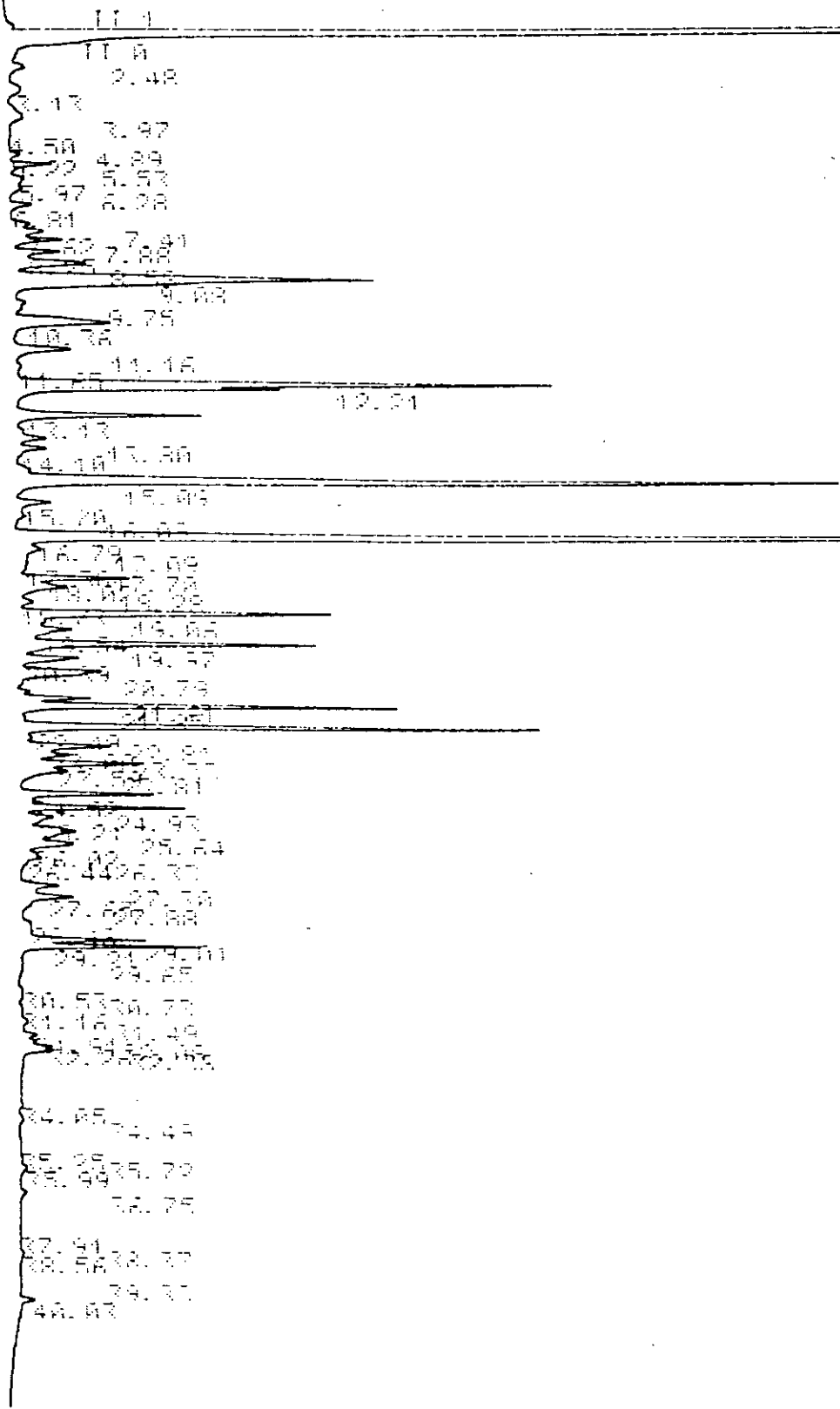
2.51
 4.58
 5.27
 5.67
 7.01
 7.75
 8.26
 9.17
 10.48
 11.33
 12.81
 12.98
 13.97
 14.48
 15.27
 15.84
 17.71
 18.43
 19.27
 20.58
 21.78
 22.88
 23.75
 24.13
 25.54
 27.81
 28.45
 29.35
 31.00
 32.45
 33.91
 35.37
 36.83
 38.29
 39.75
 41.21
 42.67
 44.13
 45.59
 47.05
 48.51
 49.97
 49.99

Extraction de 2h

7.28
1.95
2.34
3.44
4.45
5.58
6.75
7.98
9.25
10.58
11.95
13.34
14.75
16.21
17.75
19.47
21.25
23.15
25.15
27.21
29.34
31.55
33.85
36.21
38.65
41.15
43.75
46.45
49.25
52.15
55.15
58.25
61.45
64.75
68.15
71.65
75.25
78.95
82.75
86.65
90.65
94.75
98.95
103.25
107.65
112.15
116.75
121.45
126.25
131.15
136.15
141.25
146.45
151.75
157.15
162.65
168.25
173.95
179.75
185.65
191.65
197.75
203.95
210.25
216.65
223.15
229.75
236.45
243.25
250.15
257.15
264.25
271.45
278.75
286.15
293.65
301.25
308.95
316.75
324.65
332.65
340.75
348.95
357.25
365.65
374.15
382.75
391.45
400.25
409.15
418.15
427.25
436.45
445.75
455.15
464.65
474.25
483.95
493.75
503.65
513.65
523.75
533.95
544.25
554.65
565.15
575.75
586.45
597.25
608.15
619.15
630.25
641.45
652.75
664.15
675.65
687.25
698.95
710.75
722.65
734.65
746.75
758.95
771.25
783.65
796.15
808.75
821.45
834.25
847.15
860.15
873.25
886.45
899.75
913.15
926.65
940.25
953.95
967.75
981.65
995.65
1009.75
1023.95
1038.25
1052.65
1067.15
1081.75
1096.45
1111.25
1126.15
1141.15
1156.25
1171.45
1186.75
1202.15
1217.65
1233.25
1248.95
1264.75
1280.65
1296.65
1312.75
1328.95
1345.25
1361.65
1378.15
1394.75
1411.45
1428.25
1445.15
1462.15
1479.25
1496.45
1513.75
1531.15
1548.65
1566.25
1583.95
1601.75
1619.65
1637.65
1655.75
1673.95
1692.25
1710.65
1729.15
1747.75
1766.45
1785.25
1804.15
1823.15
1842.25
1861.45
1880.75
1899.15
1918.65
1937.25
1955.95
1974.75
1993.65
2012.65
2031.75
2050.95
2070.25
2089.65
2109.15
2128.75
2148.45
2168.25
2188.15
2208.15
2228.25
2248.45
2268.75
2289.15
2309.65
2330.25
2350.95
2371.75
2392.65
2413.65
2434.75
2455.95
2477.25
2498.65
2520.15
2541.75
2563.45
2585.25
2607.15
2629.15
2651.25
2673.45
2695.75
2718.15
2740.65
2763.25
2785.95
2808.75
2831.65
2854.65
2877.75
2900.95
2924.25
2947.65
2971.15
2994.75
3018.45
3042.25
3066.15
3090.15
3114.25
3138.45
3162.75
3187.15
3211.65
3236.25
3260.95
3285.75
3310.65
3335.65
3360.75
3385.95
3411.25
3436.65
3462.15
3487.75
3513.45
3539.25
3565.15
3591.15
3617.25
3643.45
3669.75
3696.15
3722.65
3749.25
3775.95
3802.75
3829.65
3856.65
3883.75
3910.95
3938.25
3965.65
3993.15
4020.75
4048.45
4076.25
4104.15
4132.15
4160.25
4188.45
4216.75
4245.15
4273.65
4302.25
4330.95
4359.75
4388.65
4417.65
4446.75
4475.95
4505.25
4534.65
4564.15
4593.75
4623.45
4653.25
4683.15
4713.15
4743.25
4773.45
4803.75
4834.15
4864.65
4895.25
4925.95
4956.75
4987.65
5018.65
5049.75
5080.95
5112.25
5143.65
5175.15
5206.75
5238.45
5270.25
5302.15
5334.15
5366.25
5398.45
5430.75
5463.15
5495.65
5528.25
5560.95
5593.75
5626.65
5659.65
5692.75
5725.95
5759.25
5792.65
5826.15
5859.75
5893.45
5927.25
5961.15
5995.15
6029.25
6063.45
6097.75
6132.15
6166.65
6201.25
6235.95
6270.75
6305.65
6340.65
6375.75
6410.95
6446.25
6481.65
6517.15
6552.75
6588.45
6624.25
6660.15
6696.15
6732.25
6768.45
6804.75
6841.15
6877.65
6914.25
6950.95
6987.75
7024.65
7061.65
7098.75
7135.95
7173.25
7210.65
7248.15
7285.75
7323.45
7361.25
7399.15
7437.15
7475.25
7513.45
7551.75
7590.15
7628.65
7667.25
7705.95
7744.75
7783.65
7822.65
7861.75
7900.95
7940.25
7979.65
8019.15
8058.75
8098.45
8138.25
8178.15
8218.15
8258.25
8298.45
8338.75
8379.15
8419.65
8460.25
8500.95
8541.75
8582.65
8623.65
8664.75
8705.95
8747.25
8788.65
8829.15
8870.75
8911.45
8952.25
8993.15
9034.15
9075.25
9116.45
9157.75
9199.15
9240.65
9282.25
9323.95
9365.75
9407.65
9449.65
9491.75
9533.95
9576.25
9618.65
9661.15
9703.75
9746.45
9789.25
9832.15
9875.15
9918.25
9961.45
10004.75
10048.15
10091.65
10135.25
10178.95
10222.75
10266.65
10310.65
10354.75
10398.95
10443.25
10487.65
10532.15
10576.75
10621.45
10666.25
10711.15
10756.15
10801.25
10846.45
10891.75
10937.15
10982.65
11028.25
11073.95
11119.75
11165.65
11211.65
11257.75
11303.95
11350.25
11396.65
11443.15
11489.75
11536.45
11583.25
11630.15
11677.15
11724.25
11771.45
11818.75
11866.15
11913.65
11961.25
12008.95
12056.75
12104.65
12152.65
12200.75
12248.95
12297.25
12345.65
12394.15
12442.75
12491.45
12540.25
12589.15
12638.15
12687.25
12736.45
12785.75
12835.15
12884.65
12934.25
12983.95
13033.75
13083.65
13133.65
13183.75
13233.95
13284.25
13334.65
13385.15
13435.75
13486.45
13537.25
13588.15
13639.15
13690.25
13741.45
13792.75
13844.15
13895.65
13947.25
13998.95
14050.75
14102.65
14154.65
14206.75
14258.95
14311.25
14363.65
14416.15
14468.75
14521.45
14574.25
14627.15
14680.15
14733.25
14786.45
14839.75
14893.15
14946.65
14999.25
15051.95
15104.75
15157.65
15210.65
15263.75
15316.95
15370.25
15423.65
15477.15
15530.75
15584.45
15638.25
15692.15
15746.15
15800.25
15854.45
15908.75
15963.15
16017.65
16072.25
16126.95
16181.75
16236.65
16291.65
16346.75
16401.95
16457.25
16512.65
16568.15
16623.75
16679.45
16735.25
16791.15
16847.15
16903.25
16959.45
17015.75
17072.15
17128.65
17185.25
17241.95
17298.75
17355.65
17412.65
17469.75
17526.95
17584.25
17641.65
17699.15
17756.75
17814.45
17872.25
17930.15
17988.15
18046.25
18104.45
18162.75
18221.15
18279.65
18338.25
18396.95
18455.75
18514.65
18573.65
18632.75
18691.95
18751.25
18810.65
18870.15
18929.75
18989.45
19049.25
19109.15
19169.15
19229.25
19289.45
19349.75
19410.15
19470.65
19531.25
19591.95
19652.75
19713.65
19774.65
19835.75
19896.95
19958.25
20019.65
20081.15
20142.75
20204.45
20266.25
20328.15
20390.15
20452.25
20514.45
20576.75
20639.15
20701.65
20764.25
20826.95
20889.75
20952.65
21015.65
21078.75
21141.95
21205.25
21268.65
21332.15
21395.75
21459.45
21523.25
21587.15
21651.15
21715.25
21779.45
21843.75
21908.15
21972.65
22037.25
22101.95
22166.75
22231.65
22296.65
22361.75
22426.95
22492.25
22557.65
22623.15
22688.75
22754.45
22820.25
22886.05
22951.95
23017.95
23084.05
23150.25
23216.45
23282.75
23349.15
23415.65
23482.25
23548.95
23615.75
23682.65
23749.65
23816.75
23883.95
23951.25
24018.65
24086.15
24153.75
24221.45
24289.25
24357.15
24425.15
24493.25
24561.45
24629.75
24698.15
24766.65
24835.25
24903.95
24972.75
25041.65
25110.65
25179.75
25248.95
25318.25
25387.65
25457.15
25526.75
25596.45
25666.25
25736.15
25806.15
25876.25
25946.45
26016.75
26087.15
26157.65
26228.25
26298.95
26369.75
26440.65
26511.65
26582.75
26653.95
26725.25
26796.65
26868.15
26939.75
27011.45
27083.25
27155.15
27227.15
27299.25
27371.45
27443.75
27516.15
27588.65
27661.25
27733.95
27806.75
27879.65
27952.65
28025.75
28098.95
28172.25
28245.65
28319.15
28392.75
28466.45
28540.25
28614.15
28688.15
28762.25
28836.45
28910.75
28985.15
29059.65
29134.25
29208.95
29283.75
29358.65
29433.65
29508.75
29583.95
29659.25
29734.65
29810.15
29885.75
29961.45
30037.25
30113.15
30189.15
30265.25
30341.45
30417.75
30494.15
30570.65
30647.25
30723.95
30800.75
30877.65
30954.65
31031.75
31108.95
31186.25
31263.65
31341.15
31418.75
31496.45
31574.25
31652.15
31730.15
31808.25
31886.45
31964.75
32043.15
32121.65
32200.25
32278.95
32357.75
32436.65
32515.65
32594.75
32673.95
32753.25
32832.65
32912.15
32991.75
33071.45
33151.25
33231.15
33311.15
33391.25
33471.45
33551.75
33632.15
33712.65
33793.25
33873.95
33954.75
34035.65
34116.65
34197.75
34278.95
34360.25
34441.65
34523.15
34604.75
34686.45
34768.25
34850.15
34932.15
35014.25
35096.45
35178.75
35261.15
35343.65
35426.25
35508.95
35591.75
35674.65
35757.65
35840.75
35923.95
36007.25
36090.65
36174.15
36257.75
36341.45
36425.25
36509.15
36593.15
36677.25
36761.45
36845.75
36930.15
37014.65
37099.25
37183.95
37268.75
37353.65
37438.65
37523.75
37608.95
37694.25
37779.65
37865.15
37950.75
38036.45
38122.25
38208.15
38294.15
38380.25
38466.45
38552.75
38639.15
38725.65
38812.25
38898.95
38985.75
39072.65
39159.65
39246.75
39333.95
39421.25
39508.65
39596.15
39683.75
39771.45
39859.25
39947.15
40035.15
40123.25
40211.45
40299.75
40388.15
40476.65
40565.25
40653.95
40742.75
40831.65
40920.65
41009.75
41098.95
41188.25
41277.65
41367.15
41456.75
41546.45
41636.25
41726.15
41816.15
41906.25
41996.45
42086.75
42177.15
42267.65
42358.25
42448.95
42539.75
42630.65
42721.65
42812.75
42903.95
42995.25
43086.65
43178.15
43269.75
43361.45
43453.25
43545.15
43637.15
43729.25
43821.45
43913.75
44006.15
44098.65
44191.25
44283.95
44376.75
44469.65
44562.65
44655.75
44748.95
44842.25
44935.65
45029.15
45122.75
45216.45
45310.25
45404.15
45498.15
45592.25
45686.45
45780.75
45875.15
45969.65
46064.25
46158.95
46253.75
46348.65
46443.65
46538.75
46633.95
46729.25
46824.65
46920.15
47015.75
47111.45
47207.25
47303.15
47399.15
47495.25
47591.45
47687.75
47784.15
47880.65
47977.25
48073.95
48170.75
48267.65
48364.65
48461.75
48558.95
48656.25
48753.65
48851.15
48948.75
49046.45
49144.25
49242.15
49340.15
49438.25
49536.45
49634.75
49733.15
49831.65
49930.25
50028.95
50127.75
50226.65
50325.65
50424.75
50523.95
50623.25
50722.65
50822.15
50921.75
51021.45
51121.25
51221.15
51321.15
51421.25
51521.45
51621.75
51722.15
51822.65
51923.15
52023.75
52124.45
52225.25
52326.15
52427.15
52528.25
52629.45
52730.75
52832.15
52933.65
53035.15
53136.75
53238.45
53340.25
53442.15
53544.15
53646.25
53748.45
53850.75
53953.15
54055.65
54158.25
54260.95
54363.75
54466.65
54569.65
54672.75
54775.95
54879.25
54982.65
55086.15
55189.75
55293.45
55397.25
55401.15
55505.15
55609.25
55713.45
55817.75
55922.15
56026.65
56131.25
56235.95
56340.75
56445.65
56550.65
56655.75
56760.95
56866.25
56971.65
57077.15
57182.75
57288.45
57394.25
57400.15
57506.15
57612.25
57718.45
57824.75
57931.15
58037.65
58144.25
58250.95
58357.75
58464.65
58571.65
58678.75
58785.95
58893.25
58900.65
59008.15
59115.75
59223.45
59331.25
59439.15
59547.15
59655.25
59763.45
59871.75
59980.15
60088.65
60197.25
60305.95
60414.75
60523.65
60632.65
60741.75
60850.95
60960.25
61069.65
61179.15
61288.75
61398.45
61508.25
61618.15
61728.15
61838.25
61948.45
62058.75
62169.15
62279.65
62390.25
62500.95
62611.75
62722.65
62833.65
62944.75
63055.95
63167.25
63278.65
63390.15
63501.75
63613.45
63725.25
63837.15
63949.15
64061.25
64173.45
64285.75
64398.15
64510.65
64623.25
64735.95
64848.75
64961.65
65074.65
65187.75
65300.95
65414.25
65527.65
65641.15
65754.75
65868.45
65982.25
66096.15
66210.15
66324.25
66438.45
66552.75
66667.15
66781.65
66896.25
67010.95
67125.75
67240.65
67355.65
67470.75
67585.95
67701.25
67816.65
67932.15
68047.75
68163.45
68279.25
68395.15
68511.15
68627.25
68743.45
68859.75
68976.15
69092.65
69209.25
69325.95
69442.75
69559.65
69676.65
69793.75
69910.95
70028.25
70145.65
70263.15
70380.75
70498.45
70616.25
70734.15
70852.15
70970.25
71088.45
71206.75
71325.15
71443.65
71562.25
71680.95
71799.75
71918.65
72037.65
72156.75
72275.95
72395.25
72514.65
72634.15
72753.75
72873.45
72993.25
73113.15
73233.15
73353.25
73473.45
73593.75
73714.15
73834.65
73955.25
74075.95
74196.75
74317.65
74438.65
74559.75
74680.95
74802.25
74923.65
75045.15
75166.75
75288.45
75410.25
75532.15
75654.15
75776.25
75898.45
76020.75
76143.15
76265.65
76388.25
76510.95
76633.75
76756.65
76879.65
77002.75
77125.95
77249.25
77372.65
77496.15
77619.75
77743.45
77867.25
77991.15
78115.15
78239.25
78363.45
78487.75
78612.15
78736.65
78861.25
78985.95
79110.75
79235.65
79360.65
79485.75
79610.95
79736.25
79861.65
79987.15
80112.75
80238.45
80364.25
80490.15
80616.15
80742.25
80868.45
80994.75
81121.15
81247.65

| | | | |
|-------|--------|-------|-------|
| 21.65 | 4.43 | | |
| 2.84 | 4.22 | | |
| 3.84 | 5.24 | | |
| 4.26 | 6.24 | | |
| 5.22 | 6.81 | | |
| 6.24 | 7.57 | | |
| 7.24 | 8.72 | | |
| 8.24 | 9.24 | | |
| 9.24 | 10.24 | | |
| 10.24 | 11.24 | | |
| 11.24 | 12.24 | | |
| | | 12.47 | 12.21 |
| 13.24 | 14.24 | | |
| 14.24 | 15.24 | | |
| 15.24 | 16.24 | | |
| 16.24 | 17.24 | | |
| 17.24 | 18.24 | | |
| 18.24 | 19.24 | | |
| 19.24 | 20.24 | | |
| 20.24 | 21.24 | | |
| 21.24 | 22.24 | | |
| 22.24 | 23.24 | | |
| 23.24 | 24.24 | | |
| 24.24 | 25.24 | | |
| 25.24 | 26.24 | | |
| 26.24 | 27.24 | | |
| 27.24 | 28.24 | | |
| 28.24 | 29.24 | | |
| 29.24 | 30.24 | | |
| 30.24 | 31.24 | | |
| 31.24 | 32.24 | | |
| 32.24 | 33.24 | | |
| 33.24 | 34.24 | | |
| 34.24 | 35.24 | | |
| 35.24 | 36.24 | | |
| 36.24 | 37.24 | | |
| 37.24 | 38.24 | | |
| 38.24 | 39.24 | | |
| 39.24 | 40.24 | | |
| 40.24 | 41.24 | | |
| 41.24 | 42.24 | | |
| 42.24 | 43.24 | | |
| 43.24 | 44.24 | | |
| 44.24 | 45.24 | | |
| 45.24 | 46.24 | | |
| 46.24 | 47.24 | | |
| 47.24 | 48.24 | | |
| 48.24 | 49.24 | | |
| 49.24 | 50.24 | | |
| 50.24 | 51.24 | | |
| 51.24 | 52.24 | | |
| 52.24 | 53.24 | | |
| 53.24 | 54.24 | | |
| 54.24 | 55.24 | | |
| 55.24 | 56.24 | | |
| 56.24 | 57.24 | | |
| 57.24 | 58.24 | | |
| 58.24 | 59.24 | | |
| 59.24 | 60.24 | | |
| 60.24 | 61.24 | | |
| 61.24 | 62.24 | | |
| 62.24 | 63.24 | | |
| 63.24 | 64.24 | | |
| 64.24 | 65.24 | | |
| 65.24 | 66.24 | | |
| 66.24 | 67.24 | | |
| 67.24 | 68.24 | | |
| 68.24 | 69.24 | | |
| 69.24 | 70.24 | | |
| 70.24 | 71.24 | | |
| 71.24 | 72.24 | | |
| 72.24 | 73.24 | | |
| 73.24 | 74.24 | | |
| 74.24 | 75.24 | | |
| 75.24 | 76.24 | | |
| 76.24 | 77.24 | | |
| 77.24 | 78.24 | | |
| 78.24 | 79.24 | | |
| 79.24 | 80.24 | | |
| 80.24 | 81.24 | | |
| 81.24 | 82.24 | | |
| 82.24 | 83.24 | | |
| 83.24 | 84.24 | | |
| 84.24 | 85.24 | | |
| 85.24 | 86.24 | | |
| 86.24 | 87.24 | | |
| 87.24 | 88.24 | | |
| 88.24 | 89.24 | | |
| 89.24 | 90.24 | | |
| 90.24 | 91.24 | | |
| 91.24 | 92.24 | | |
| 92.24 | 93.24 | | |
| 93.24 | 94.24 | | |
| 94.24 | 95.24 | | |
| 95.24 | 96.24 | | |
| 96.24 | 97.24 | | |
| 97.24 | 98.24 | | |
| 98.24 | 99.24 | | |
| 99.24 | 100.24 | | |

Extraction de 3h



Extraction de 4h

11. 05. 78

4. 26
 14. 5. 87
 17. 5. 89
 20. 5. 87
 22. 5. 87
 24. 5. 87
 27. 5. 87
 27. 5. 87
 31. 08
 31. 08
 31. 08

1214733

17. 06
 17. 06
 17. 06
 17. 06
 17. 06
 17. 06

18. 05

17. 06 17. 06
 17. 06 17. 06
 17. 06 17. 06

19. 16

19. 06 19. 06
 19. 06 19. 06
 19. 06 19. 06

20. 57

20. 06 20. 06
 20. 06 20. 06
 20. 06 20. 06

20. 06 20. 06
 20. 06 20. 06
 20. 06 20. 06

27. 16

27. 06 27. 06
 27. 06 27. 06
 27. 06 27. 06

28. 44

28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06

28. 73

28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06

28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06

28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06
 28. 06 28. 06

38. 79

40. 28

Extraction de 5h

1.28 2.46
2.51 3.68

5.61

7.78 7.47
8.66 8.33
9.66 9.33

11.58 10.21
11.35

12.26
13.19

14.98 14.19
14.21 15.21
15.77

17.62 17.21
18.77
19.42

20.83
21.83
22.83

23.74 22.57

25.91 23.71

25.85
26.85 26.17

28.75
27.96 27.77
28.11

29.31 28.30
29.34

29.85
31.28

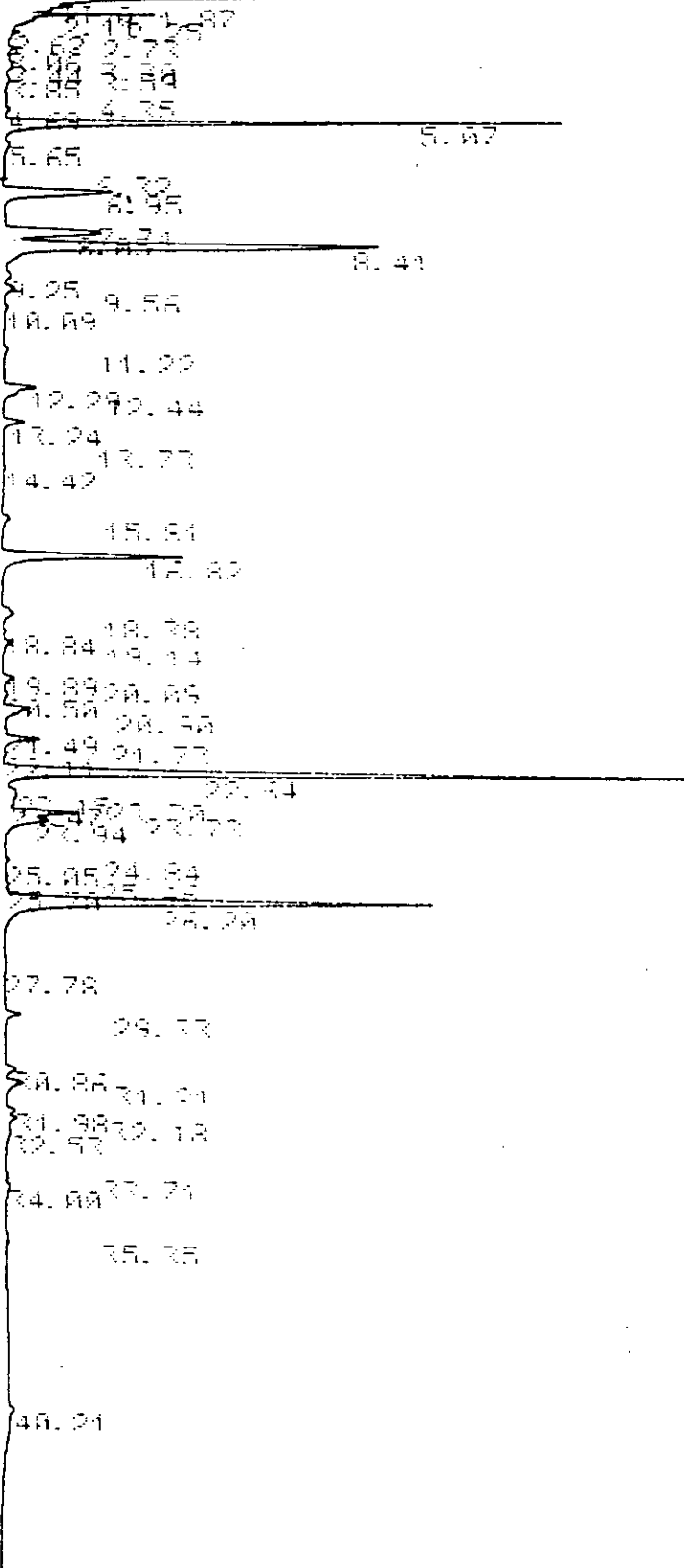
32.48
33.00
34.21

35.77
35.85 35.75
36.47

36.87 37.54

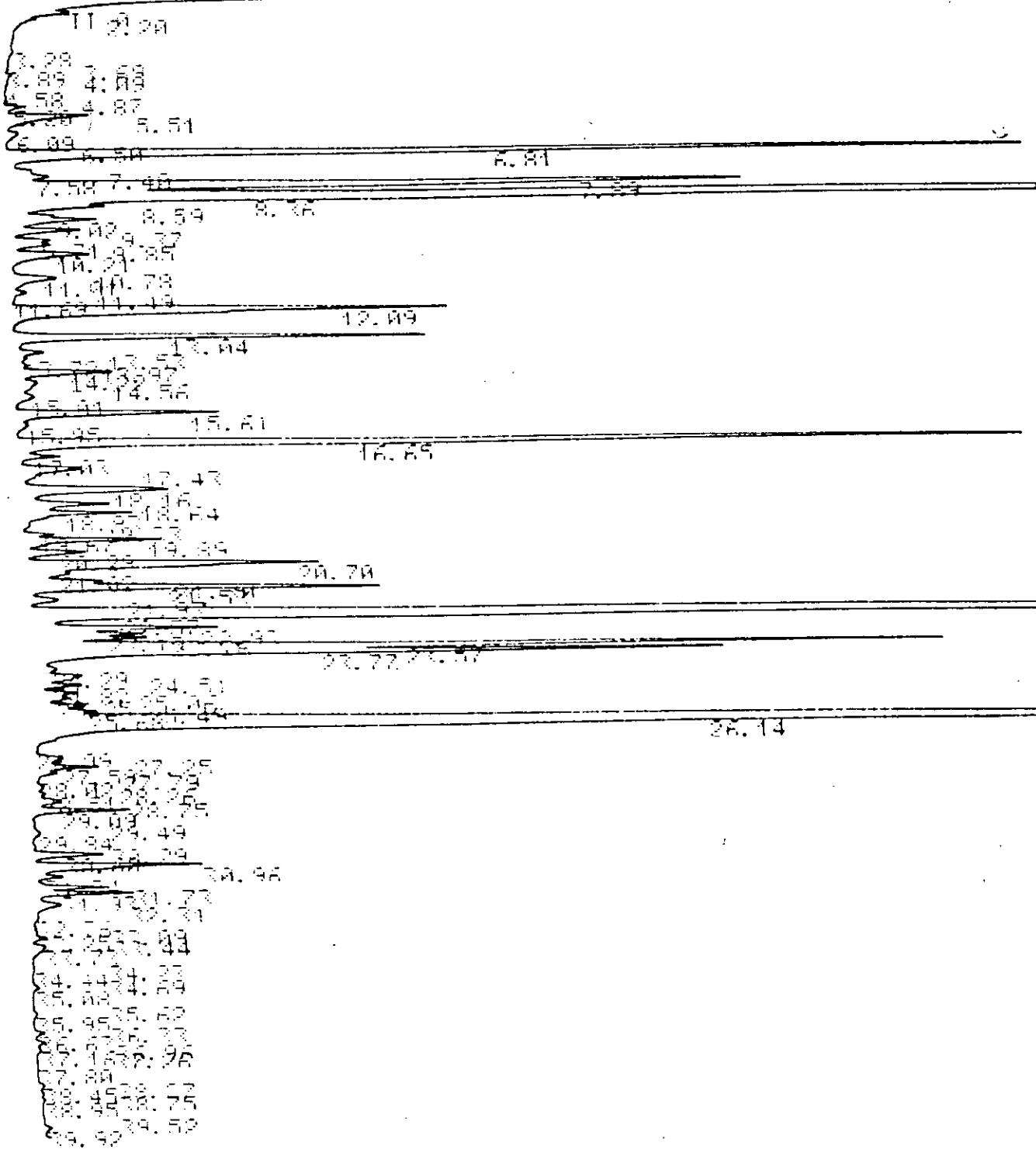
40.17

Extraction de 6h

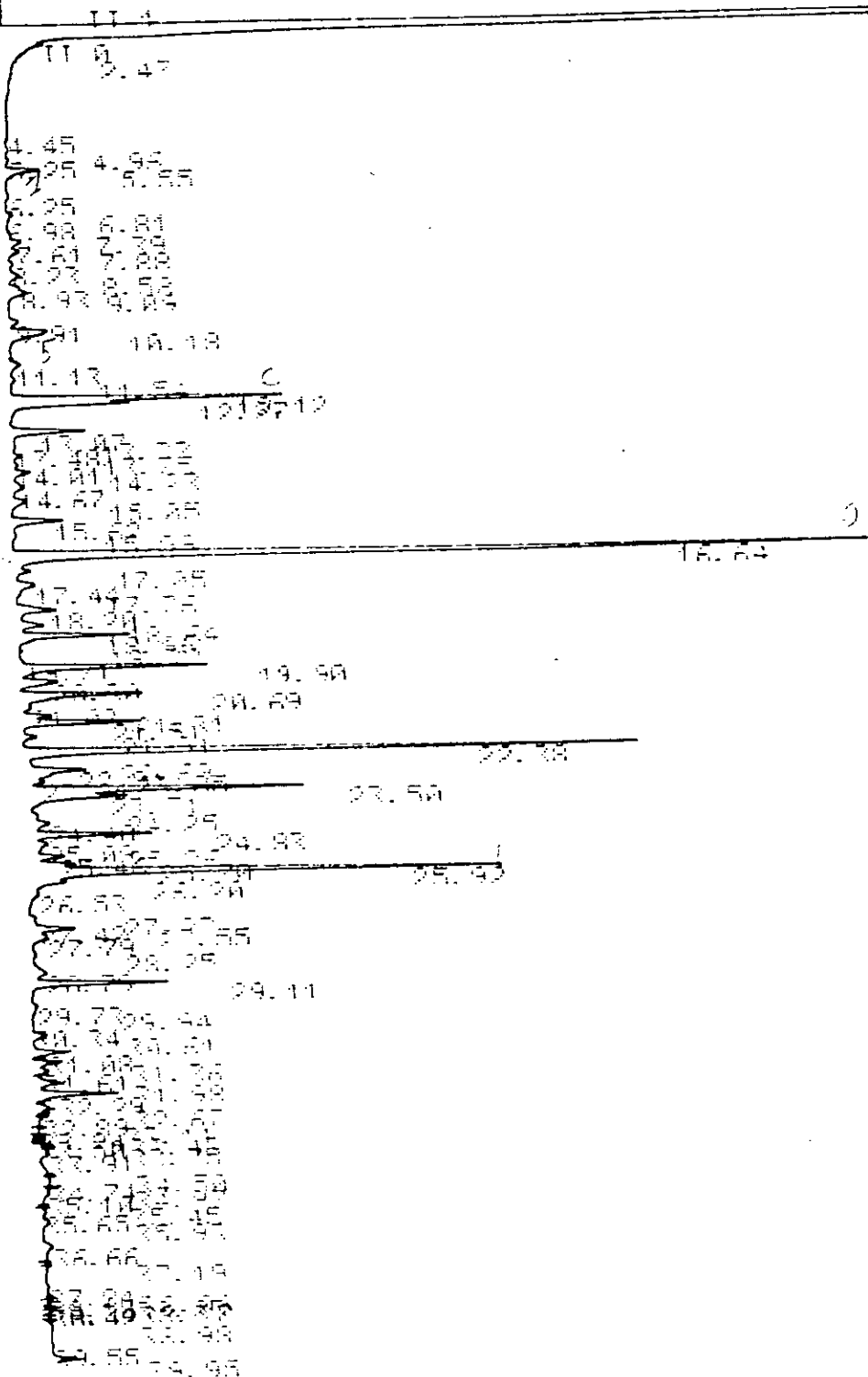


Chromatogramme de l'extrait obtenu par condensation de la vapeur d'hexane

Chromatogrammes des extraits obtenus par entrainement à la vapeur
d'eau



Extraction de 15 mn



64

Extraction de 30 mn

TI 0 2.01

2.29
 4.00 3.77
 00 4.51
 5.50 22
 6.22 6.13

6.81

8.02
 9.00 8.99
 10.00 9.57
 11.00 10.37
 12.00 11.05

14.00 14.04

15.00 15.00
 16.00 16.00
 17.00 17.00
 18.00 18.00

19.00 19.00
 20.00 20.00
 21.00 21.00
 22.00 22.00

23.00 23.00
 24.00 24.00
 25.00 25.00
 26.00 26.00

27.00 27.00
 28.00 28.00
 29.00 29.00
 30.00 30.00

25.97

31.00 31.00
 32.00 32.00
 33.00 33.00
 34.00 34.00
 35.00 35.00
 36.00 36.00
 37.00 37.00
 38.00 38.00
 39.00 39.00
 40.00 40.00
 41.00 41.00
 42.00 42.00
 43.00 43.00
 44.00 44.00
 45.00 45.00
 46.00 46.00
 47.00 47.00
 48.00 48.00
 49.00 49.00
 50.00 50.00
 51.00 51.00
 52.00 52.00
 53.00 53.00
 54.00 54.00
 55.00 55.00
 56.00 56.00
 57.00 57.00
 58.00 58.00
 59.00 59.00
 60.00 60.00

Extraction d'lh

11 8

4. 18 3. 97

27 4. 69

5. 62 4. 32

6. 95 2.

7. 4 8. 44

8. 9 9. 24

10. 19 87

11. 28 11. 38

12. 26

13. 27 13. 26

14. 28 14. 21

15. 82

17. 85

18. 21

19. 21

20. 21 20

21. 22 21

22. 22

23. 84 23. 81

25. 89

26. 21

27. 29

28. 85

28. 80

29. 35

30. 17

30. 84

31. 21 31. 62

32. 21 32. 53

33. 16

34. 28

34. 69 34. 28

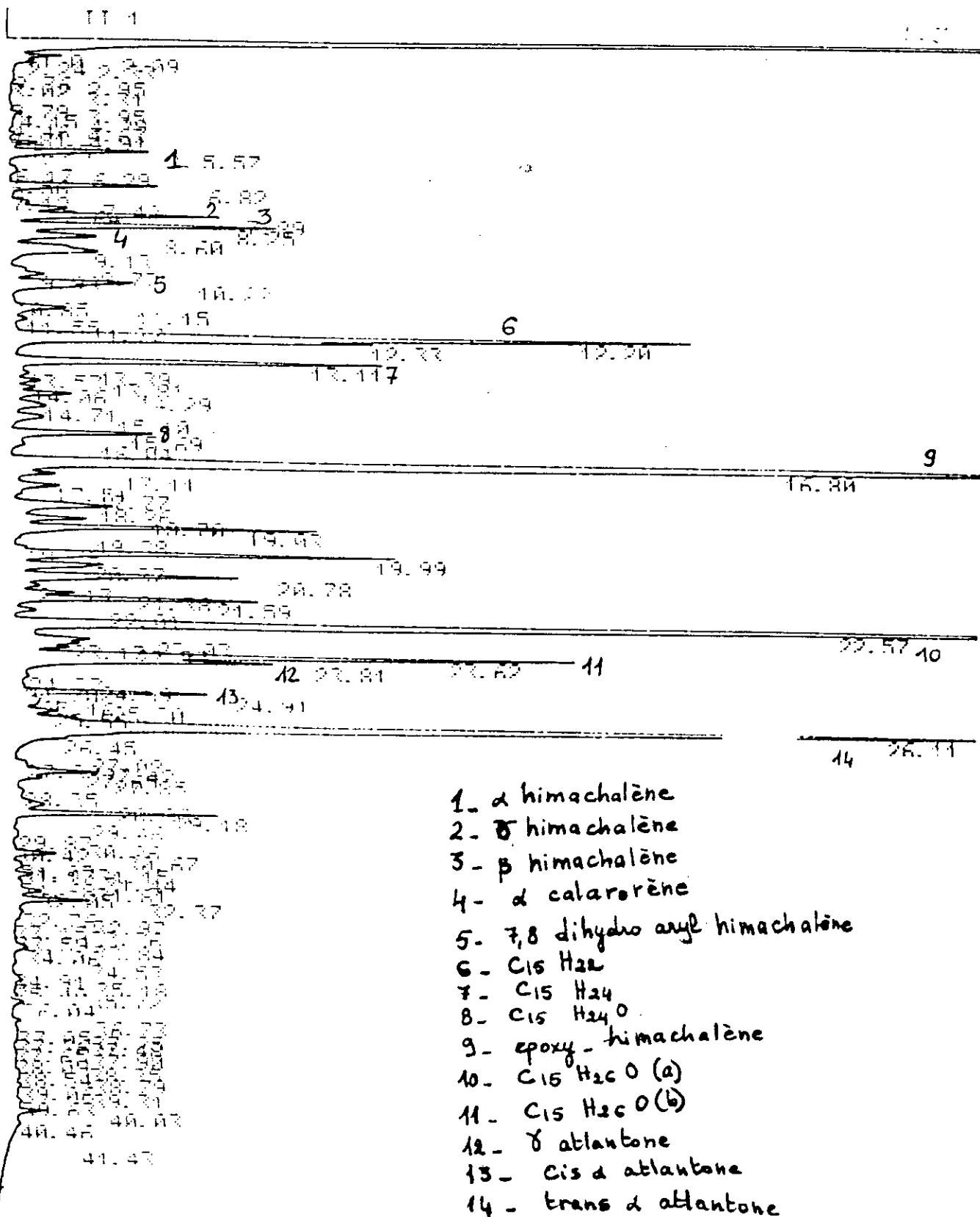
35. 21 35. 22

36. 68 36. 21

38. 37 37. 43

38. 21

Extraction d' 1h30mn



- 1- α himachalène
- 2- β himachalène
- 3- β himachalène
- 4- α calarorène
- 5- 7,8 dihydro aryl himachalène
- 6- C₁₅ H₂₂
- 7- C₁₅ H₂₄
- 8- C₁₅ H₂₄ O
- 9- epoxy - himachalène
- 10- C₁₅ H₂₆ O (a)
- 11- C₁₅ H₂₆ O (b)
- 12- δ atlantone
- 13- cis α atlantone
- 14- trans α atlantone

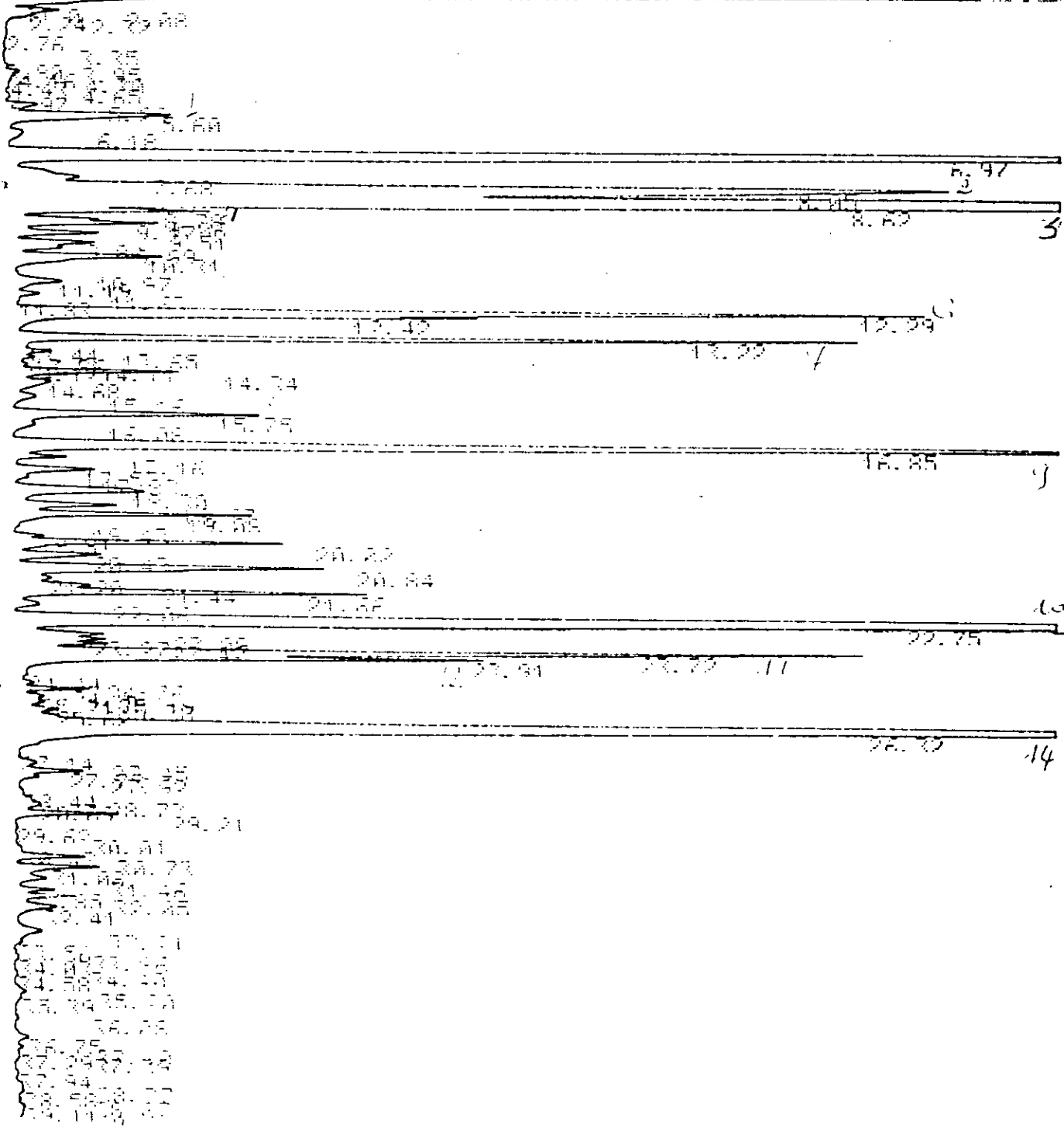
Extraction de 2h

| | | |
|-------|-------|-------|
| 111 | | |
| 11.25 | 5.03 | |
| 11.30 | 5.48 | |
| 11.35 | 4.72 | |
| 11.40 | 4.83 | |
| 11.45 | | 5.94 |
| 11.50 | 7.40 | 7.24 |
| 11.55 | 8.77 | |
| 12.00 | | 10.50 |
| 12.05 | | 11.38 |
| 12.10 | | |
| 12.15 | 13.71 | |
| 12.20 | 14.98 | 14.80 |
| 12.25 | 16.97 | |
| 12.30 | 16.80 | |
| 12.35 | | 17.74 |
| 12.40 | 18.50 | |
| 12.45 | | 19.33 |
| 12.50 | | 20.38 |
| 12.55 | | 21.31 |
| 13.00 | 21.49 | |
| 13.05 | 22.54 | |
| 13.10 | | 22.34 |
| 13.15 | 25.08 | |
| 13.20 | | |
| 13.25 | 26.72 | |
| 13.30 | | |
| 13.35 | 28.33 | |
| 13.40 | | |
| 13.45 | 29.89 | |
| 13.50 | | |
| 13.55 | | |
| 14.00 | | |
| 14.05 | | |
| 14.10 | | |
| 14.15 | | |
| 14.20 | | |
| 14.25 | | |
| 14.30 | | |
| 14.35 | | |
| 14.40 | | |
| 14.45 | | |
| 14.50 | | |
| 14.55 | | |
| 15.00 | | |

Extraction de 2h30mn

2. 98
3. 98
4. 98
5. 98
6. 98
7. 98
8. 98
9. 98
10. 98
11. 98
12. 98
13. 98
14. 98
15. 98
16. 98
17. 98
18. 98
19. 98
20. 98
21. 98
22. 98
23. 98
24. 98
25. 98
26. 98
27. 98
28. 98
29. 98
30. 98
31. 98
32. 98
33. 98
34. 98
35. 98
36. 98
37. 98
38. 98
39. 98
40. 98
41. 98
42. 98
43. 98
44. 98
45. 98
46. 98
47. 98
48. 98
49. 98
50. 98
51. 98
52. 98
53. 98
54. 98
55. 98
56. 98
57. 98
58. 98
59. 98
60. 98
61. 98
62. 98
63. 98
64. 98
65. 98
66. 98
67. 98
68. 98
69. 98
70. 98
71. 98
72. 98
73. 98
74. 98
75. 98
76. 98
77. 98
78. 98
79. 98
80. 98
81. 98
82. 98
83. 98
84. 98
85. 98
86. 98
87. 98
88. 98
89. 98
90. 98
91. 98
92. 98
93. 98
94. 98
95. 98
96. 98
97. 98
98. 98
99. 98
100. 98

Extraction de 3h



Extraction de 4h

| | | | | |
|--------|--------|--|--|--|
| 7.54 | 2.92 | | | |
| 8.35 | 3.94 | | | |
| 9.07 | 4.96 | | | |
| 9.58 | 5.98 | | | |
| 10.30 | 6.99 | | | |
| 11.02 | 8.00 | | | |
| 11.54 | 9.01 | | | |
| 12.26 | 10.02 | | | |
| 13.08 | 11.03 | | | |
| 13.80 | 12.04 | | | |
| 14.52 | 13.05 | | | |
| 15.24 | 14.06 | | | |
| 16.06 | 15.07 | | | |
| 16.78 | 16.08 | | | |
| 17.50 | 17.09 | | | |
| 18.22 | 18.10 | | | |
| 19.04 | 19.11 | | | |
| 19.76 | 20.12 | | | |
| 20.48 | 21.13 | | | |
| 21.20 | 22.14 | | | |
| 21.92 | 23.15 | | | |
| 22.64 | 24.16 | | | |
| 23.36 | 25.17 | | | |
| 24.08 | 26.18 | | | |
| 24.80 | 27.19 | | | |
| 25.52 | 28.20 | | | |
| 26.24 | 29.21 | | | |
| 26.96 | 30.22 | | | |
| 27.68 | 31.23 | | | |
| 28.40 | 32.24 | | | |
| 29.12 | 33.25 | | | |
| 29.84 | 34.26 | | | |
| 30.56 | 35.27 | | | |
| 31.28 | 36.28 | | | |
| 32.00 | 37.29 | | | |
| 32.72 | 38.30 | | | |
| 33.44 | 39.31 | | | |
| 34.16 | 40.32 | | | |
| 34.88 | 41.33 | | | |
| 35.60 | 42.34 | | | |
| 36.32 | 43.35 | | | |
| 37.04 | 44.36 | | | |
| 37.76 | 45.37 | | | |
| 38.48 | 46.38 | | | |
| 39.20 | 47.39 | | | |
| 39.92 | 48.40 | | | |
| 40.64 | 49.41 | | | |
| 41.36 | 50.42 | | | |
| 42.08 | 51.43 | | | |
| 42.80 | 52.44 | | | |
| 43.52 | 53.45 | | | |
| 44.24 | 54.46 | | | |
| 44.96 | 55.47 | | | |
| 45.68 | 56.48 | | | |
| 46.40 | 57.49 | | | |
| 47.12 | 58.50 | | | |
| 47.84 | 59.51 | | | |
| 48.56 | 60.52 | | | |
| 49.28 | 61.53 | | | |
| 50.00 | 62.54 | | | |
| 50.72 | 63.55 | | | |
| 51.44 | 64.56 | | | |
| 52.16 | 65.57 | | | |
| 52.88 | 66.58 | | | |
| 53.60 | 67.59 | | | |
| 54.32 | 68.60 | | | |
| 55.04 | 69.61 | | | |
| 55.76 | 70.62 | | | |
| 56.48 | 71.63 | | | |
| 57.20 | 72.64 | | | |
| 57.92 | 73.65 | | | |
| 58.64 | 74.66 | | | |
| 59.36 | 75.67 | | | |
| 60.08 | 76.68 | | | |
| 60.80 | 77.69 | | | |
| 61.52 | 78.70 | | | |
| 62.24 | 79.71 | | | |
| 62.96 | 80.72 | | | |
| 63.68 | 81.73 | | | |
| 64.40 | 82.74 | | | |
| 65.12 | 83.75 | | | |
| 65.84 | 84.76 | | | |
| 66.56 | 85.77 | | | |
| 67.28 | 86.78 | | | |
| 68.00 | 87.79 | | | |
| 68.72 | 88.80 | | | |
| 69.44 | 89.81 | | | |
| 70.16 | 90.82 | | | |
| 70.88 | 91.83 | | | |
| 71.60 | 92.84 | | | |
| 72.32 | 93.85 | | | |
| 73.04 | 94.86 | | | |
| 73.76 | 95.87 | | | |
| 74.48 | 96.88 | | | |
| 75.20 | 97.89 | | | |
| 75.92 | 98.90 | | | |
| 76.64 | 99.91 | | | |
| 77.36 | 100.92 | | | |
| 78.08 | 101.93 | | | |
| 78.80 | 102.94 | | | |
| 79.52 | 103.95 | | | |
| 80.24 | 104.96 | | | |
| 80.96 | 105.97 | | | |
| 81.68 | 106.98 | | | |
| 82.40 | 107.99 | | | |
| 83.12 | 109.00 | | | |
| 83.84 | 110.01 | | | |
| 84.56 | 111.02 | | | |
| 85.28 | 112.03 | | | |
| 86.00 | 113.04 | | | |
| 86.72 | 114.05 | | | |
| 87.44 | 115.06 | | | |
| 88.16 | 116.07 | | | |
| 88.88 | 117.08 | | | |
| 89.60 | 118.09 | | | |
| 90.32 | 119.10 | | | |
| 91.04 | 120.11 | | | |
| 91.76 | 121.12 | | | |
| 92.48 | 122.13 | | | |
| 93.20 | 123.14 | | | |
| 93.92 | 124.15 | | | |
| 94.64 | 125.16 | | | |
| 95.36 | 126.17 | | | |
| 96.08 | 127.18 | | | |
| 96.80 | 128.19 | | | |
| 97.52 | 129.20 | | | |
| 98.24 | 130.21 | | | |
| 98.96 | 131.22 | | | |
| 99.68 | 132.23 | | | |
| 100.40 | 133.24 | | | |
| 101.12 | 134.25 | | | |
| 101.84 | 135.26 | | | |
| 102.56 | 136.27 | | | |
| 103.28 | 137.28 | | | |
| 104.00 | 138.29 | | | |
| 104.72 | 139.30 | | | |
| 105.44 | 140.31 | | | |
| 106.16 | 141.32 | | | |
| 106.88 | 142.33 | | | |
| 107.60 | 143.34 | | | |
| 108.32 | 144.35 | | | |
| 109.04 | 145.36 | | | |
| 109.76 | 146.37 | | | |
| 110.48 | 147.38 | | | |
| 111.20 | 148.39 | | | |
| 111.92 | 149.40 | | | |
| 112.64 | 150.41 | | | |
| 113.36 | 151.42 | | | |
| 114.08 | 152.43 | | | |
| 114.80 | 153.44 | | | |
| 115.52 | 154.45 | | | |
| 116.24 | 155.46 | | | |
| 116.96 | 156.47 | | | |
| 117.68 | 157.48 | | | |
| 118.40 | 158.49 | | | |
| 119.12 | 159.50 | | | |
| 119.84 | 160.51 | | | |
| 120.56 | 161.52 | | | |
| 121.28 | 162.53 | | | |
| 122.00 | 163.54 | | | |
| 122.72 | 164.55 | | | |
| 123.44 | 165.56 | | | |
| 124.16 | 166.57 | | | |
| 124.88 | 167.58 | | | |
| 125.60 | 168.59 | | | |
| 126.32 | 169.60 | | | |
| 127.04 | 170.61 | | | |
| 127.76 | 171.62 | | | |
| 128.48 | 172.63 | | | |
| 129.20 | 173.64 | | | |
| 129.92 | 174.65 | | | |
| 130.64 | 175.66 | | | |
| 131.36 | 176.67 | | | |
| 132.08 | 177.68 | | | |
| 132.80 | 178.69 | | | |
| 133.52 | 179.70 | | | |
| 134.24 | 180.71 | | | |
| 134.96 | 181.72 | | | |
| 135.68 | 182.73 | | | |
| 136.40 | 183.74 | | | |
| 137.12 | 184.75 | | | |
| 137.84 | 185.76 | | | |
| 138.56 | 186.77 | | | |
| 139.28 | 187.78 | | | |
| 140.00 | 188.79 | | | |
| 140.72 | 189.80 | | | |
| 141.44 | 190.81 | | | |
| 142.16 | 191.82 | | | |
| 142.88 | 192.83 | | | |
| 143.60 | 193.84 | | | |
| 144.32 | 194.85 | | | |
| 145.04 | 195.86 | | | |
| 145.76 | 196.87 | | | |
| 146.48 | 197.88 | | | |
| 147.20 | 198.89 | | | |
| 147.92 | 199.90 | | | |
| 148.64 | 200.91 | | | |
| 149.36 | 201.92 | | | |
| 150.08 | 202.93 | | | |
| 150.80 | 203.94 | | | |
| 151.52 | 204.95 | | | |
| 152.24 | 205.96 | | | |
| 152.96 | 206.97 | | | |
| 153.68 | 207.98 | | | |
| 154.40 | 208.99 | | | |
| 155.12 | 209.00 | | | |
| 155.84 | 210.01 | | | |
| 156.56 | 211.02 | | | |
| 157.28 | 212.03 | | | |
| 158.00 | 213.04 | | | |
| 158.72 | 214.05 | | | |
| 159.44 | 215.06 | | | |
| 160.16 | 216.07 | | | |
| 160.88 | 217.08 | | | |
| 161.60 | 218.09 | | | |
| 162.32 | 219.10 | | | |
| 163.04 | 220.11 | | | |
| 163.76 | 221.12 | | | |
| 164.48 | 222.13 | | | |
| 165.20 | 223.14 | | | |
| 165.92 | 224.15 | | | |
| 166.64 | 225.16 | | | |
| 167.36 | 226.17 | | | |
| 168.08 | 227.18 | | | |
| 168.80 | 228.19 | | | |
| 169.52 | 229.20 | | | |
| 170.24 | 230.21 | | | |
| 170.96 | 231.22 | | | |
| 171.68 | 232.23 | | | |
| 172.40 | 233.24 | | | |
| 173.12 | 234.25 | | | |
| 173.84 | 235.26 | | | |
| 174.56 | 236.27 | | | |
| 175.28 | 237.28 | | | |
| 176.00 | 238.29 | | | |
| 176.72 | 239.30 | | | |
| 177.44 | 240.31 | | | |
| 178.16 | 241.32 | | | |
| 178.88 | 242.33 | | | |
| 179.60 | 243.34 | | | |
| 180.32 | 244.35 | | | |
| 181.04 | 245.36 | | | |
| 181.76 | 246.37 | | | |
| 182.48 | 247.38 | | | |
| 183.20 | 248.39 | | | |
| 183.92 | 249.40 | | | |
| 184.64 | 250.41 | | | |
| 185.36 | 251.42 | | | |
| 186.08 | 252.43 | | | |
| 186.80 | 253.44 | | | |
| 187.52 | 254.45 | | | |
| 188.24 | 255.46 | | | |
| 188.96 | 256.47 | | | |
| 189.68 | 257.48 | | | |
| 190.40 | 258.49 | | | |
| 191.12 | 259.50 | | | |
| 191.84 | 260.51 | | | |
| 192.56 | 261.52 | | | |
| 193.28 | 262.53 | | | |
| 194.00 | 263.54 | | | |
| 194.72 | 264.55 | | | |
| 195.44 | 265.56 | | | |
| 196.16 | 266.57 | | | |
| 196.88 | 267.58 | | | |
| 197.60 | 268.59 | | | |
| 198.32 | 269.60 | | | |
| 199.04 | 270.61 | | | |
| 199.76 | 271.62 | | | |
| 200.48 | 272.63 | | | |
| 201.20 | 273.64 | | | |
| 201.92 | 274.65 | | | |
| 202.64 | 275.66 | | | |
| 203.36 | 276.67 | | | |
| 204.08 | 277.68 | | | |

2.64 2.22

0.35
0.97
0.95
1.51
0.15

0.44

8.53

3

0.45
0.54
0.34
0.30
0.98
11.17

12.40 12.27

17.53
14.09
16.15

12.21

16.30

3

17.53
18.15
19.15

20.84

20.85

21.84

10

22.51
23.51
24.51

22.51 23.71

22.70

26.28

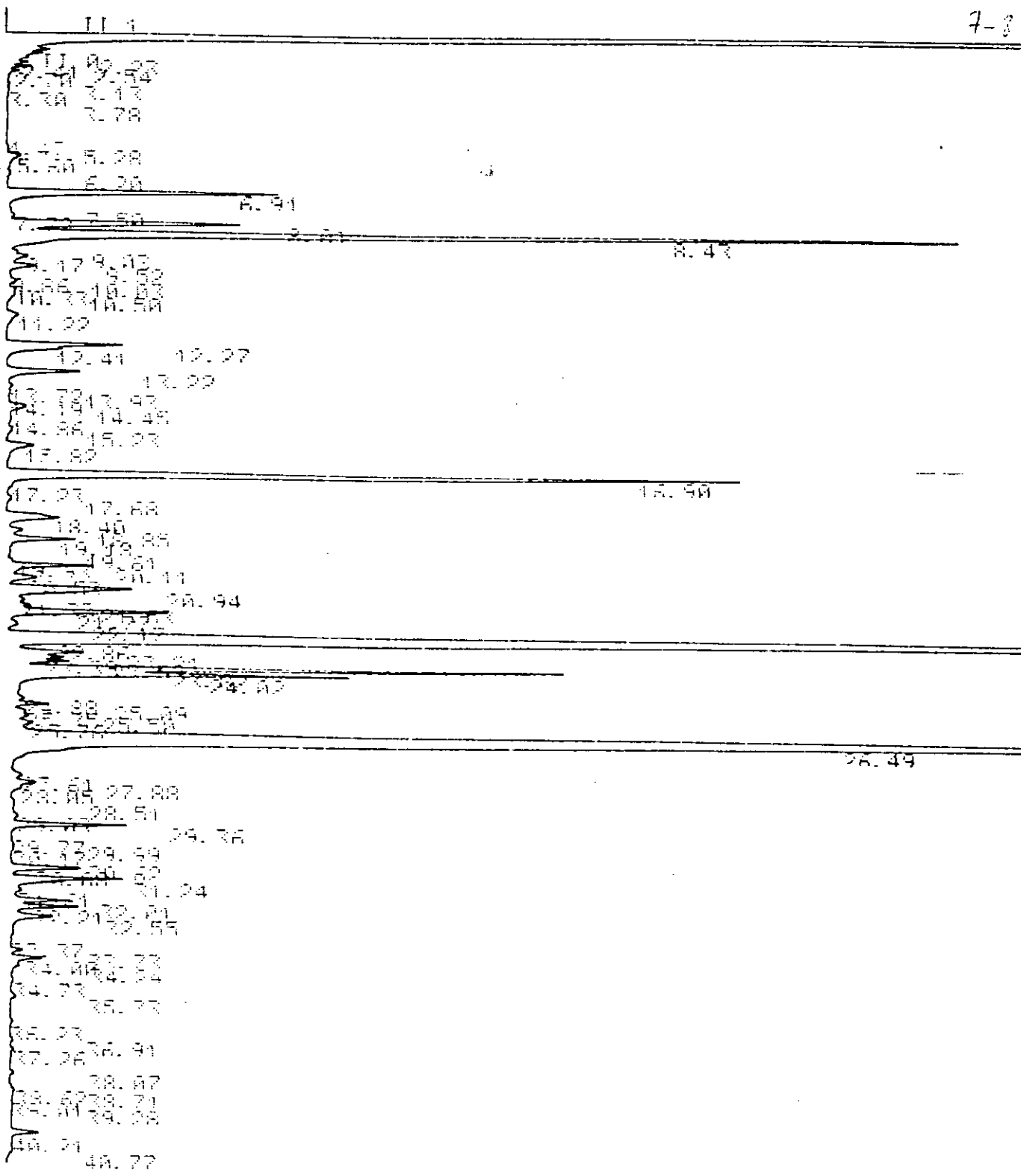
14

27.72
28.45
29.67
30.30
31.41
32.45
33.25

Extraction de 5h

| | | | |
|--------|-------|-------|----|
| 2.27 | 3.18 | | |
| 3.26 | 3.77 | | |
| 4.35 | 4.85 | | |
| 5.44 | 5.94 | | |
| 6.53 | | | |
| 7.62 | | | |
| 8.71 | 8.78 | 8.69 | 3 |
| 9.80 | 9.56 | | |
| 10.89 | 10.27 | | |
| 11.98 | | | |
| 12.07 | | | |
| 13.16 | 12.45 | 12.30 | 6 |
| 14.25 | | | |
| 15.34 | | | |
| 16.43 | 15.88 | | |
| 17.52 | | | |
| 18.61 | 17.30 | | |
| 19.70 | 18.07 | | |
| 20.79 | 21.51 | | |
| 21.88 | | | |
| 22.97 | 21.88 | | |
| 24.06 | | | |
| 25.15 | 21.71 | | 10 |
| 26.24 | | | |
| 27.33 | | | |
| 28.42 | | | |
| 29.51 | | | |
| 30.60 | | | |
| 31.69 | | | |
| 32.78 | | | |
| 33.87 | | | |
| 34.96 | | | |
| 36.05 | | | |
| 37.14 | | | |
| 38.23 | | | |
| 39.32 | | | |
| 40.41 | | | |
| 41.50 | | | |
| 42.59 | | | |
| 43.68 | | | |
| 44.77 | | | |
| 45.86 | | | |
| 46.95 | | | |
| 48.04 | | | |
| 49.13 | | | |
| 50.22 | | | |
| 51.31 | | | |
| 52.40 | | | |
| 53.49 | | | |
| 54.58 | | | |
| 55.67 | | | |
| 56.76 | | | |
| 57.85 | | | |
| 58.94 | | | |
| 60.03 | | | |
| 61.12 | | | |
| 62.21 | | | |
| 63.30 | | | |
| 64.39 | | | |
| 65.48 | | | |
| 66.57 | | | |
| 67.66 | | | |
| 68.75 | | | |
| 69.84 | | | |
| 70.93 | | | |
| 72.02 | | | |
| 73.11 | | | |
| 74.20 | | | |
| 75.29 | | | |
| 76.38 | | | |
| 77.47 | | | |
| 78.56 | | | |
| 79.65 | | | |
| 80.74 | | | |
| 81.83 | | | |
| 82.92 | | | |
| 84.01 | | | |
| 85.10 | | | |
| 86.19 | | | |
| 87.28 | | | |
| 88.37 | | | |
| 89.46 | | | |
| 90.55 | | | |
| 91.64 | | | |
| 92.73 | | | |
| 93.82 | | | |
| 94.91 | | | |
| 96.00 | | | |
| 97.09 | | | |
| 98.18 | | | |
| 99.27 | | | |
| 100.36 | | | |
| 101.45 | | | |
| 102.54 | | | |
| 103.63 | | | |
| 104.72 | | | |
| 105.81 | | | |
| 106.90 | | | |
| 108.00 | | | |
| 109.09 | | | |
| 110.18 | | | |
| 111.27 | | | |
| 112.36 | | | |
| 113.45 | | | |
| 114.54 | | | |
| 115.63 | | | |
| 116.72 | | | |
| 117.81 | | | |
| 118.90 | | | |
| 120.00 | | | |
| 121.09 | | | |
| 122.18 | | | |
| 123.27 | | | |
| 124.36 | | | |
| 125.45 | | | |
| 126.54 | | | |
| 127.63 | | | |
| 128.72 | | | |
| 129.81 | | | |
| 130.90 | | | |
| 132.00 | | | |
| 133.09 | | | |
| 134.18 | | | |
| 135.27 | | | |
| 136.36 | | | |
| 137.45 | | | |
| 138.54 | | | |
| 139.63 | | | |
| 140.72 | | | |
| 141.81 | | | |
| 142.90 | | | |
| 144.00 | | | |
| 145.09 | | | |
| 146.18 | | | |
| 147.27 | | | |
| 148.36 | | | |
| 149.45 | | | |
| 150.54 | | | |
| 151.63 | | | |
| 152.72 | | | |
| 153.81 | | | |
| 154.90 | | | |
| 156.00 | | | |
| 157.09 | | | |
| 158.18 | | | |
| 159.27 | | | |
| 160.36 | | | |
| 161.45 | | | |
| 162.54 | | | |
| 163.63 | | | |
| 164.72 | | | |
| 165.81 | | | |
| 166.90 | | | |
| 168.00 | | | |
| 169.09 | | | |
| 170.18 | | | |
| 171.27 | | | |
| 172.36 | | | |
| 173.45 | | | |
| 174.54 | | | |
| 175.63 | | | |
| 176.72 | | | |
| 177.81 | | | |
| 178.90 | | | |
| 180.00 | | | |
| 181.09 | | | |
| 182.18 | | | |
| 183.27 | | | |
| 184.36 | | | |
| 185.45 | | | |
| 186.54 | | | |
| 187.63 | | | |
| 188.72 | | | |
| 189.81 | | | |
| 190.90 | | | |
| 192.00 | | | |
| 193.09 | | | |
| 194.18 | | | |
| 195.27 | | | |
| 196.36 | | | |
| 197.45 | | | |
| 198.54 | | | |
| 199.63 | | | |
| 200.72 | | | |
| 201.81 | | | |
| 202.90 | | | |
| 204.00 | | | |
| 205.09 | | | |
| 206.18 | | | |
| 207.27 | | | |
| 208.36 | | | |
| 209.45 | | | |
| 210.54 | | | |
| 211.63 | | | |
| 212.72 | | | |
| 213.81 | | | |
| 214.90 | | | |
| 216.00 | | | |
| 217.09 | | | |
| 218.18 | | | |
| 219.27 | | | |
| 220.36 | | | |
| 221.45 | | | |
| 222.54 | | | |
| 223.63 | | | |
| 224.72 | | | |
| 225.81 | | | |
| 226.90 | | | |
| 228.00 | | | |
| 229.09 | | | |
| 230.18 | | | |
| 231.27 | | | |
| 232.36 | | | |
| 233.45 | | | |
| 234.54 | | | |
| 235.63 | | | |
| 236.72 | | | |
| 237.81 | | | |
| 238.90 | | | |
| 240.00 | | | |
| 241.09 | | | |
| 242.18 | | | |
| 243.27 | | | |
| 244.36 | | | |
| 245.45 | | | |
| 246.54 | | | |
| 247.63 | | | |
| 248.72 | | | |
| 249.81 | | | |
| 250.90 | | | |
| 252.00 | | | |
| 253.09 | | | |
| 254.18 | | | |
| 255.27 | | | |
| 256.36 | | | |
| 257.45 | | | |
| 258.54 | | | |
| 259.63 | | | |
| 260.72 | | | |
| 261.81 | | | |
| 262.90 | | | |
| 264.00 | | | |
| 265.09 | | | |
| 266.18 | | | |
| 267.27 | | | |
| 268.36 | | | |
| 269.45 | | | |
| 270.54 | | | |
| 271.63 | | | |
| 272.72 | | | |
| 273.81 | | | |
| 274.90 | | | |
| 276.00 | | | |
| 277.09 | | | |
| 278.18 | | | |
| 279.27 | | | |
| 280.36 | | | |
| 281.45 | | | |
| 282.54 | | | |
| 283.63 | | | |
| 284.72 | | | |
| 285.81 | | | |
| 286.90 | | | |
| 288.00 | | | |
| 289.09 | | | |
| 290.18 | | | |
| 291.27 | | | |
| 292.36 | | | |
| 293.45 | | | |
| 294.54 | | | |
| 295.63 | | | |
| 296.72 | | | |
| 297.81 | | | |
| 298.90 | | | |
| 300.00 | | | |

Extraction de 6h



Chromatogramme de l'extrait obtenu par entrainement a la vapeur d'heptane

11 8
7.27 9.43

8.22 8.85
8.26 8.84
8.26 8.92
8.27 7.74
8.27 8.76
8.27 9.19
8.27 8.84
8.27 8.84
11.27 8.58

12.68 30

13.28
14.24 14.56
14.24 14.85
15.24 15.80

16.87

17.24 17.24
17.24 17.40
17.24 18.47
17.24 18.47
17.24 18.47
17.24 18.47
17.24 18.47

20.83

20.17
20.17 20.74

25.25 25.25

26.18 26.58

27.88 28.00

28.24 28.24

28.84 29.00

29.62 29.74

29.57 29.74

34.23

35.23 35.89

36.21 36.91

36.21 36.91

39.25 40.00

Chromatogramme obtenu par condensation de la vapeur d'heptane