

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS

GLOSSAIRE

LISTE DES ABREVIATIONS

NOMENCLATURE DES UNITES

NOMENCLATURE DES FIGURES

NOMENCLATURE DES TABLEAUX

INTRODUCTION

1^{ère} PARTIE : GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES

Chap. 01: Les plantes aromatiques

Chap. 02 : Technique d'extraction des huiles essentielles

Chap. 03 : Les méthodes d'analyse des huiles essentielles

Chap. 04 : Quelques rappels sur le transfert de chaleur et la mécanique des fluides

2^{ème} PARTIE : AMELIORATION D'UN ANCIEN ALAMBIC DE DISTILLATION

Chap. 05 : Caractéristiques de l'ancien alambic et modifications apportées

Chap. 06 : Dimensionnement d'un alambic de capacité moyenne

3^{ème} PARTIE : APPLICATION A L'EXTRACTION DES HUILES
ESSENTIELLES D'*HELICHRYSUM GYMNOCEPHALUM* ET D'*ATHANASIA BROWNII*

Chap. 07 : Optimisation de l'extraction d'huile essentielle *d'Helichrysum gymnocephalum*

Chap. 08 : Extraction et étude de la composition chimique de l'huile essentielle *d'Athanasia brownii*

GLOSSAIRE

BOTANIQUE :

Akène : fruit sec indéhiscent à graine non adhérente à la paroi interne du fruit.

Aranéaux : à poils fins et mous entrecroisés comme une toile d'araignée.

Bractée : petite feuille colorée, située à la base d'un pédoncule floral.

Capitule : inflorescence formée de fleurs sessiles serrées sur un réceptacle unique.

Corymbe : ensemble des fleurs (d'une plante) en forme de parasol, réunies au même niveau bien que leurs pédoncules soient de longueurs différentes.

Duvet : couverture de poils mous comme du coton : fruits.

Euphorbe : plante vivace herbacée ou ligneuse de la famille des euphorbiacées, à bractées souvent colorées entourant une petite fleur femelle unique, et à latex parfois toxique.

Fimbrié : à bord frangé.

Fourré : massif touffu et épais, composé d'arbustes à branches basses et de végétaux de taille moyenne, dans lequel il est difficile de pénétrer.

Glabre : dépourvu de poils.

Glomérule : inflorescence axillaire très dense et globalement sphérique.

Indéhiscent : se dit d'un fruit ne s'ouvrant pas pour libérer les graines.

Involucré : ensemble de petites feuilles entourant la base de certaines fleurs.

Lancéolé : en forme de fer de lance, étroit et en pointe aux deux extrémités.

Limbe : partie la plus importante, large et plate d'une feuille.

Obconique : conique, fixé par le petit bout.

Obtus : arrondi au sommet.

Pédoncule : portion de tige supportant une inflorescence.

Scarieux : sec et membraneux.

Suffrutescent : se dit d'une plante herbacée possédant une tige persistante lignifiée à sa base.

Tomentum : pilosité dense et continue de poils longs et feutrés.

PHARMACOLOGIE :

Algic : en médecine, douleur physique.

Analgesique : en médecine, qui rend insensible à la douleur.

Antalgique : en pharmacologie, calmant la douleur.

Antibactérien : en médecine, capable d'éliminer ou d'inhiber les bactéries.

Anticancéreux : en thérapeutique, qui combat le cancer par destruction des cellules atteintes.

Anticatarrhale : en pharmacologie, qui prévient ou guérit le catarrhe.

Antifongique : en médecine, qui supprime les champignons et empêche leur prolifération pathologique.

Anti-inflammatoire : en pharmacologie, qui atténue ou supprime l'inflammation.

Antimicrobien : qui détruit les microbes et empêche leur prolifération.

Antioxydant : agent naturel ou chimique qui réduit ou neutralise l'oxydation.

Antiparasitaire : en pharmacologie, qualifie une substance capable de lutter contre des parasites externes ou internes.

Antipyretique : en pharmacologie, substance médicamenteuse qui agit contre la fièvre.

Antitumoral : en pharmacologie, qui permet de lutter contre les tumeurs.

Antiviral : en pharmacologie, que l'on utilise dans le traitement des maladies virales.

Carminative : qui facilite l'expulsion des gaz hors de l'intestin.

Catarrhe : en pathologie, sécrétion anormalement abondante produite par les muqueuses des voies respiratoires.

Expectorant : en pharmacologie, qui aide à rejeter par la bouche, lorsqu'on tousse, les sécrétions provenant des voies respiratoires.

LISTE DES ABREVIATIONS

AFNOR	: Association Française de Normalisation
BPC	: Bonded Phase Chromatography
CC	: Chromatographie sur Colonne
CCM	: Chromatographie sur Couche Mince
CLG	: Chromatographie Liquide-Gaz
CLL	: Chromatographie Liquide-Liquide
CLS	: Chromatographie Liquide-Solide
CPG	: Chromatographie en Phase Gazeuse
EMAG	: Ester Méthylique d'Acide Gras
GC	: Gas Chromatography
HPLC	: High Performance Liquid Chromatography ou Chromatographie Liquide à Haute Performance
IA	: Indice d'Acide
IE	: Indice d'Ester
IRTF	: InfraRouge par Transformé de Fourier
IMRA	: Institut Malgache des Recherches Appliquées
IR	: InfraRouge
RMN	: Résonnance Magnétique Nucléaire
SM	: Spectrométrie de Masse
UV	: Ultra-Violet

NOMENCLATURE DES UNITES

C_p [J/kg°C]	: Chaleur spécifique d'un fluide
ΔP_l [Pa]	: Perte de charge linéaire
ΔP_s [Pa]	: Perte de charge singulière
$\Delta\theta_m$ [°C]	: Moyenne logarithmique des écarts de température
T_{ce} [°C]	: Température de la vapeur à l'entrée du condenseur
T_{cs} [°C]	: Température du condensat à la sortie du condenseur
T_{fe} [°C]	: Température du fluide réfrigérant à l'entrée du condenseur
T_{fs} [°C]	: Température du fluide réfrigérant à la sortie du condenseur
d_{20}^{20}	: Densité relative à 20°C
n_D^t	: Indice de réfraction à la température de référence t
α_D^t [°] ou [mrad]	: Pouvoir rotatoire à la température de référence t
D [m]	: Diamètre hydraulique de la conduite
h [$\frac{\text{Kcal}}{\text{hm}^2\text{°C}}$] ou [$\frac{\text{W}}{\text{m}^2\text{°C}}$]	: Coefficient d'échange convectif
L [m]	: Longueur de la conduite de vapeur
P_c [Pa]	: Pression critique
PCI [kCal/Kg]	: pouvoir calorifique inférieur d'un combustible
Re []	: nombre de REYNOLDS
Re_{cr} []	: nombre de REYNOLDS critique
T_c [°C]	: température critique
V [m/s]	: vitesse d'écoulement du fluide
ΔP [Pa]	: Perte de charge totale
λ [$\frac{\text{Kcal}}{\text{hm}^2\text{°C}}$] ou [$\frac{\text{W}}{\text{m}^2\text{°C}}$]	: Conductivité thermique
Λ	: Coefficient de perte de charge linéaire
ξ	: Coefficient de perte de charge singulière
ε	: Coefficient d'émission de la surface
μ [Pa.s]	: Viscosité dynamique du fluide
ν [m^2/s]	: Viscosité cinématique du fluide
ρ [Kg/m ³]	: Masse-volumique du fluide
σ [W.m ⁻² K ⁻⁴]	: Constante de Stéphan-Boltzmann

NOMENCLATURE DES TABLEAUX

Tableau 1: Plantes à huiles essentielles et aromatiques	13
Tableau 2: Quelques valeurs du coefficient d'échange par convection	35
Tableau 3: Comparaison de la variabilité de l'huile essentielle de l' <i>Helichrysum Gymnocephalum</i>	67
Tableau 4: Résultat de la cinétique d'extraction des feuilles fraîches	70
Tableau 5: Composition chimique centésimale des fractions d'huile essentielle de Rambiazina obtenue par la cinétique de distillation.....	71
Tableau 6: Résultat de la cinétique d'extraction des feuilles partiellement séchées.	77
Tableau 7 : Caractéristiques physico-chimiques comparées des 'huiles essentielles de l' <i>Helichrysum Gymnocephalum</i> respectivement fraîche et partiellement séchée	78
Tableau 8: Compositions chimiques centésimales comparées de l'huile essentielle des feuilles fraîches et des feuilles partiellement séchées du Rambiazina.....	79
Tableau 9: Composition chimique de l'huile essentielle d' <i>Athanasia brownii</i>	85
Tableau 10: Propriétés physiques de l'eau en fonction de la pression et la température, Source: Thermexcel	q
Tableau 11: Quelques valeurs de la rugosité en fonction du matériau	r

NOMENCLATURE DES FIGURES

Figure 1: Procédés de fabrication de l'absolue	6
Figure 2: Présentation du sol et du climat à Madagascar	12
Figure 3: Principe de l'expression.....	14
Figure 4: Procédés d'extraction par expression ou pressage	14
Figure 5: Principe de l'enfleurage	15
Figure 6: Technique d'hydrodistillation	16
Figure 7: Processus de décantation	16
Figure 8: Distillation par entrainement à la vapeur indirecte	17
Figure 9: Distillation par entrainement à la vapeur directe.....	18
Figure 10: Procédé d'extraction par solvant volatil	19
Figure 11: Schéma de l'extraction au CO ₂ supercritique	20
Figure 12: Schéma de l'extraction à la micro-onde.....	21
Figure 13: Les différentes techniques chromatographiques	24
Figure 14: Schéma simplifié d'un chromatographe en phase gazeuse.....	25
Figure 15: Particules fluides en écoulement laminaire	28
Figure 16: Particules fluides en écoulement turbulent	28
Figure 17:Transmission de chaleur par conduction	31
Figure 18: Représentation d'une surface isotherme sur un corps cylindrique	31
Figure 19: Echangeur de chaleur à co-courant et à contre courant.....	36
Figure 20: Cliché de l'alambic de départ.....	40
Figure 21: Cliché de l'alambic modifié	44
Figure 22: Cliché de l'alambic de petite capacité (6-10kg de matière végétale)	45
Figure 23: Cliché de l'alambic de grande capacité (200-300 kg de matière végétale)	46
Figure 24: Clichés de la cuve déjà existante et de sa hauteur envisagée	47
Figure 25: Vue d'ensemble de l'alambic étudié	48
Figure 26: Forme de la cucurbite.....	53
Figure 27 : Forme du condenseur	54
Figure 28: Schéma du col de cygne modifié.....	59
Figure 29: Cliché du Rambiazina de la région du Tampoketsa	65
Figure 30: Structure du 1,8-cinéole	69



Figure 31: Cinétique d'extraction de l'huile essentielle de Rambiazina en fonction du temps.....	71
Figure 32: Chromatogramme de la fraction 1	73
Figure 33: Chromatogramme de la fraction 2	74
Figure 34: Chromatogramme de la fraction 3	74
Figure 35: Chromatogramme de la fraction 4	75
Figure 36: Variation de la masse d'huile essentielle en fonction du temps.....	77
Figure 37: Chromatogramme de l'extrait partiellement séché HG-S.....	80
Figure 38: Cliché de l' <i>Athanasia brownii</i>	84
Figure 39: Chromatogramme de l'huile essentielle d' <i>Athanasia brownii</i>	89
Figure 40: Structure des composés majoritaires de l'huile essentielle d' <i>Athanasia brownii</i>	90
Figure 41: Spectre de masse des composés n°61 et 72 de l'huile essentielle d' <i>Athanasia brownii</i>	91
Figure 42: Conductivité thermique de quelques matériaux en fonction de la température, Source: CRABOL J., Transfert de chaleur, Tome I, Editions Masson .. m	
Figure 43: Utilisation de la formule de Colebrook pour la détermination de en fonction du nombre de Reynolds (Re) en régime turbulent -K/D: rugosité relative, Source BOUSSICAUD, Calcul des pertes de charges, Editions CFP	n
Figure 44: Valeurs du coefficient de perte de charge singulière pour divers accidents de tuyauterie ; Source : BOUSSICAUD, Calcul des pertes de charges, Editions CFP.....	p

INTRODUCTION

Quand on parle d'huile essentielle, on pense à la parfumerie, aux rités religieux, aux arômes alimentaires et surtout à l'aromathérapie. Les huiles essentielles existaient déjà dans les anciennes civilisations.

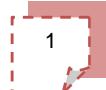
Madagascar est une île comme on ne trouve pas sur terre. Elle est très riche en biodiversité. Connue pour sa flore unique, le sol, le relief et le climat spécifiques pour chaque région permettent la diversification de cette flore. Son isolement et sa variation écologique favorisent cette richesse ainsi que l'endémisme de l'espèce végétale malgache. Cela concerne aussi les plantes à huiles essentielles. Notre pays est actuellement appelé « Route des huiles essentielles ».

Dans l'histoire moderne, les effets pharmacologiques, psychologiques et physiologiques des huiles essentielles sur l'homme occupent une place de plus en plus importante. Beaucoup de méthodes sont disponibles pour extraire ces huiles essentielles, mais la plus utilisée jusqu'à maintenant est la distillation.

Dans la flore mondiale, parmi les 800 000 espèces de plantes prospérant, il existe approximativement 3000 huiles aromatiques, dont 160 espèces à Madagascar. Actuellement, seulement 300 huiles sont commercialisées sous différentes formes : comme huile de massage, parfum, arôme, ou produits pharmaceutiques. Des recherches continuent et s'approfondissent pour la découverte, l'étude et la commercialisation des huiles recensées, tant à Madagascar que dans d'autres pays du monde.

Pour ce qui est du laboratoire de Biothérapeutique de l'IMRA, les récoltes, analyses et commercialisation de nouvelles huiles essentielles non étudiées sont l'une des activités sur laquelle nous nous focalisons. Les appareillages à notre portée pour effectuer la distillation sont un alambic de petite capacité (6 à 10 kg), et un alambic de grande capacité (100 à 300 kg).

L'objectif de ce travail est orienté sur deux points : le premier point est l'amélioration de l'alambic de petite capacité, et le dimensionnement d'un alambic de



capacité moyenne (30 à 50 kg) ; le second point est l'utilisation de l'alambic modifié en vue de l'optimisation de l'extraction d'huile essentielle d'*Helichrysum gymnocephalum*, une huile à valeur économique potentielle, et l'étude de la composition chimique de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*, une des plantes endémiques malgaches de la famille des Asteraceae qui n'a pas encore été étudiée, mais qui réveille la curiosité des scientifiques et des chercheurs. L'extraction de ces deux plantes est faite sur l'alambic de petite capacité modifié et amélioré.

Cet ouvrage sera subdivisé en trois grandes parties distinctes :

La première partie concernera les généralités sur les huiles essentielles, notamment quelques notions sur les plantes aromatiques, les techniques d'extraction des huiles essentielles et les méthodes d'analyse de leurs compositions chimiques, et enfin un bref rappel sur le transfert de chaleur.

La deuxième partie sera consacrée à l'amélioration d'un ancien alambic et au dimensionnement d'un alambic de capacité moyenne (30 à 50 kg) à partir de cet ancien alambic.

En dernier lieu, on expliquera en détails l'application à l'extraction de l'huile essentielle d'*Helichrysum gymnocephalum* ainsi que celle d'*Athanasia brownii*.

1^{ère} PARTIE :

GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES

Chap. 01 : Les plantes aromatiques

I- Définitions : [12], [13], [10], [14], [15]

I.1. *Plante aromatique* :

C'est une plante qui contient suffisamment de molécules aromatiques dans un ou plusieurs de ses organes producteurs (feuilles, fleurs, fruits, graines, écorces, racines, rhizomes).

I.2. *Composition chimique des plantes aromatiques* :

La composition chimique des plantes aromatiques est complexe et est constituée de deux fractions : la fraction volatile formée par les huiles essentielles et une fraction non volatile.

- ❖ La fraction dite volatile est présente dans différents organes de la plante selon la famille ; elle est composée de métabolites secondaires générés dans les organes sécréteurs de la plante qui constituent l'huile essentielle, offrant à la plante une odeur caractéristique (Heinrich et al. 1983). Les essences sont regroupées en cinq classes : les alcools, les esters, les aldéhydes, les cétones, les lactones et les oxydes.
- ❖ La deuxième fraction dite non volatile de la plante, est composée essentiellement de coumarines, flavonoïdes (Cisowski, 1985), composés acétyléniques ainsi que de lactones sesquiterpéniques phénols ou polyphénols jouant un rôle fondamental dans l'activité biologique de la plante (Kubeczka et al. 1982)

I.3. *Essence* :

C'est la substance aromatique naturelle que secrète la plante dans ses organes producteurs (la fraction volatile).

I.4. *Huiles essentielles* :

Selon la norme AFNOR [22], une huile essentielle est un produit obtenu à partir d'une matière première végétale :

- ✓ Soit par entraînement à la vapeur

- ✓ Soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus
- ✓ Soit par distillation à sec

C'est donc de l'essence distillée, dont les molécules se dispersent, s'ionisent et interagissent avec la vapeur d'eau, l'oxygène, l'ozone et les autres éléments constitutifs de l'air ambiant, tout en subissant les effets du rayonnement solaire.

Sur le plan scientifique, les huiles essentielles sont des assemblages de molécules diverses, sous forme d'un mélange complexe de plusieurs dizaines de composés en proportions variables, ayant chacune leurs propriétés particulières.

I.5. Localisation de l'essence dans la plante aromatique :

Toutes les parties des plantes aromatiques peuvent contenir de l'huile essentielle, mais en proportion plus ou moins variable. L'essence est élaborée dans le végétal au niveau des:

- ☞ Poils épidermiques, le froissement des feuilles libère un parfum.
- ☞ Les organes sécréteurs sous-cutanés dont les cellules et les poches sécrétrices
- ☞ Les canaux glandulaires schizogènes et schizolysigènes : ce sont des petites vacuoles encerclées de cellules allongées sur la feuille, et la feuille paraît percée de mille trous pour les structures schizogènes.

I.6. Concrètes et absolues

Les **concrètes** sont des concentrés aromatiques sous forme cireuse des extraits par solvant volatil du végétal.

Les **absolues** sont destinés uniquement à la parfumerie. Voici les étapes d'obtention de l'absolue :

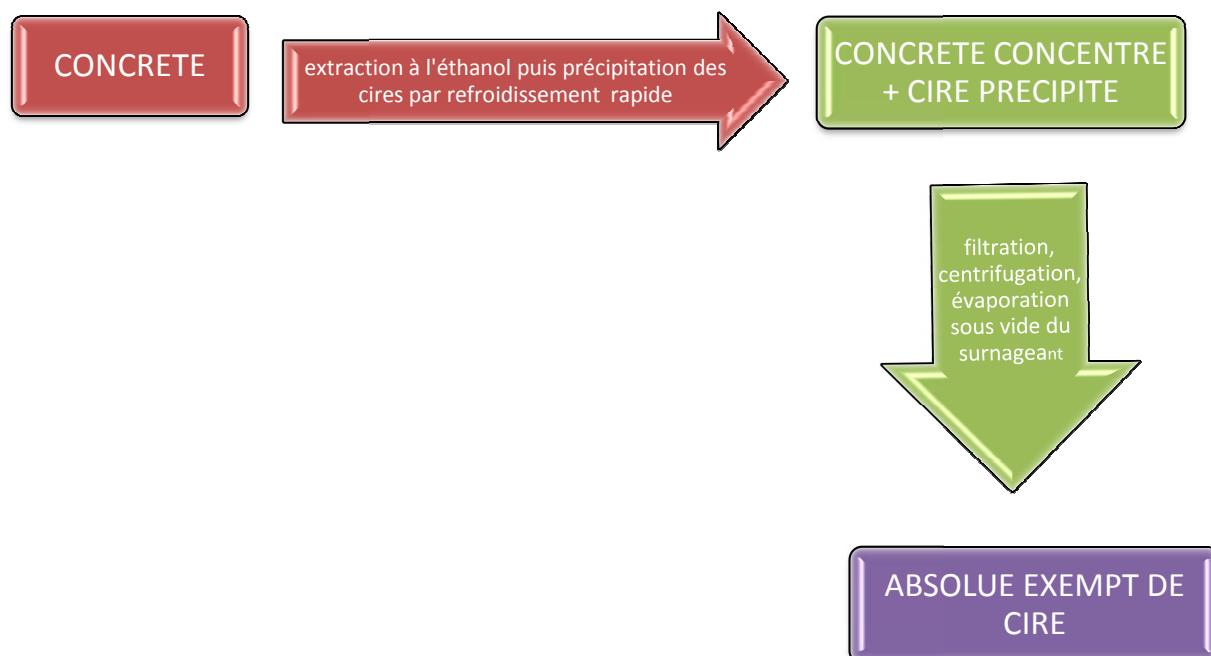


Figure 1: Procédés de fabrication de l'absolue

I.7. Oléorésines

Ce sont des substances visqueuses extraites d'épices séchées au moyen de solvants volatils non aqueux. Comme pour les concrètes, le solvant est chassé par l'évaporation partielle sous vide et à température modérée.

II- Propriétés et usages des huiles essentielles [1], [12], [13], [15], [17]

Depuis des millénaires, de nombreuses huiles essentielles ont été utilisées dans différents secteurs d'activité surtout en médecine traditionnelle (en aromathérapie).

Et l'avancement considérable des travaux et recherches a permis de prouver les grandes propriétés biologiques de ces huiles.

II.1. Propriétés anti-infectieuses :

II.1.1. Antibactérienne et antioxydante

Il s'agit du domaine le mieux étudié, car cette propriété des huiles essentielles est la seule vraiment bien connue et régulièrement utilisée ; Les huiles essentielles neutralisent les germes mais inhibent aussi bien la croissance des bactéries que

celle des moisissures et levures. Elles permettent aussi la neutralisation des radicaux libres d'où leur propriété antioxydante. Les plus puissants sont les phénols et les aldéhydes. Les cétones, les éthers, les oxydes, les terpènes et phtalides présentent des propriétés légèrement anti-infectieuses.

Les huiles essentielles de thym et d'origan, contenant un taux élevé en thymol et en carvacrol peuvent empêcher la croissance des bactéries pathogènes comme *Escherichia coli*, *Salmonella enteritidis*, *Salmonella choleraesuis* et *Salmonella typhimurium* (Penalver et al. 2005).

II.1.2. Antivirale

Des molécules appartenant à de nombreuses familles chimiques ont révélé in vitro leur activité antivirale : monoterpénols, monoterpénals, les cétones (notamment la cryptone), les aldéhydes et les éthers. Les virus sont, en général, très sensibles aux molécules aromatiques.

II.2. Propriétés insectifuge et insecticide

Une dizaine d'huiles essentielles sont répertoriées comme ayant ces propriétés, dont l'eugénol du clou de girofle, le citronellal de l'eucalyptus, le camphre du camphrier du Japon...

II.3. Propriété anti-inflammatoire (antiphlogistique) et propriété antihistaminique

Les molécules aromatiques sont aussi antiphlogistiques, elles sont susceptibles d'agir sur l'inflammation de différentes manières. Les aldéhydes peuvent être utilisés par voie externe ou interne. Quelques autres molécules actives sur ce sujet sont le thymoquinone de l'huile essentielle de *Nigella sativa* (Tekeoglu, 2007), l' α -humulène et le (-)-trans-caryophyllène, deux sesquiterpènes de l'huile essentielle de *Cordia verbenaceae* (Fernandes).

II.4. Propriétés anticatarrhales :

Les huiles essentielles riches en 1,8-cinéole sont très expectorantes. Les molécules cétoniques et plus encore lactoniques telles que : la verbénone, la

thujone, la carvone, la cryptone, la pulégone, la menthone, la pipéritone, la pinocamphone, sont ici des molécules de première importance.

II.5. Propriétés neurotropes :

Les éthers et les esters sont principalement antiépileptisantes et anticonvulsivantes. Certains esters comme l'acétate de bornyle de l'inule odorante, ou le pool d'esters d'ylang-ylang, et certains sesquiterpénoïdes sont de bons régulateurs cardiaques.

Le domaine de la lutte contre la douleur est sans doute celui où le plus grand nombre de principes aromatiques semblent indiqué (L'eugénol, pour les algies dentaires ; le menthol spécifique des algies céphaliques, le paracymène étant un antalgique percutané utile dans les algies tendino-musculaires et ostéo-articulaires...)

II.6. Propriétés vasculotrope et hémotrope :

Les aldéhydes terpéniques, activent la circulation locale ou hyperémiant ; certaines molécules sesquiterpéniques et diterpéniques sont phlébotoniques (activateurs de la circulation veineuse) ; et les monoterpènes sont quant à eux lymphotoniques (pouvoir de drainage lymphatique).

Les coumarines, sont, même à l'état de trace, dotées d'une activité anticoagulante très puissante. De nombreuses études cliniques ont prouvé que les citrales, les coumarines et certains esters constituent d'excellents hypotenseurs.

II.7. Propriétés antitumorales et propriétés antileucémiques

Les vertus antitumorales de certaines lactones sesquiterpéniques et de certaines cétones sesquiterpéniques (germacrone du myrique baumier) et du benzaldéhyde, ainsi que les propriétés antivirales (virus oncogènes) de certaines cétones peuvent être utiles pour favoriser la prévention ou la stabilisation de certains états dégénératifs.

II.8. Propriété anticancéreuse

Selon Legault et Pichette en 2007, l' α -humulène et l'isocaryophyllène employés seuls, ou en combinaison avec le β -caryophyllène ont un effet inhibiteur de

la croissance anormale des cellules. Les monoterpènes tels que le myristicine du *Myristica fragrans* ayant une activité hépatoprotectrice contre la destruction du foie par certains médicaments durant la chimiothérapie (Morita et al. 2003).

Le citral, notamment le trans-citral ou géranial est considéré comme un agent inhibiteur à la phase primaire du cancer de la peau (Mulder et al. 1995), et du cancer du foie (Nakamura et al. 2003).

II.9. Propriétés indésirables et toxicité des composants aromatiques:

Les huiles essentielles sont des substances très actives. Elles doivent être utilisées avec vigilance et en dose modérée. Les molécules aromatiques toxiques sont surtout les cétones (neurotoxiques) et les phénols (hépatotoxiques). A part cette toxicité, d'autres propriétés indésirables existent aussi, comme :

- Les propriétés allergisantes des huiles essentielles à lactones sesquiterpéniques. Lors d'un usage à longue durée, toute huile essentielle est susceptible d'entrainer des réactions de sensibilisations.
- Les propriétés irritantes à la peau, les yeux et les muqueuses des phénols et aldéhydes.

III- Les huiles essentielles à Madagascar [24], [25], [26]

III.1. Historique et origine

La Biodiversité est une richesse de Madagascar et lui offrant un espace vert exceptionnel avec plus de 80% de plantes endémiques. Parmi les 12.000 espèces de la flore malgache, 110 espèces aromatiques, réparties dans 33 familles ont été recensées. Elles comprennent 58 espèces autochtones dont 89% sont endémiques, et 52 espèces introduites, dont la majorité (60%) provient de pays orientaux (Inde, Malaisie, Asie tropicale, Australie...) ; et 20 %, est originaire des pays tempérés de la Méditerranée et Europe occidentale et centrale.

Ces plantes aromatiques peuvent être classées en trois principaux groupes :

- Les huiles essentielles traditionnelles: l'ail (*Allium sativum*), l'ylang-ylang (*Cananga odorata*) introduite dans le pays en 1905, le cinnamon (*Cinnamomum verum*) indigène de Sri Lanka ;

- Les huiles essentielles exportées à grande échelle (estimées à plus de 200 kg par an depuis 1927): le niaouli (*Melaleuca viridiflora*), le camphrier (*Cinnamomum camphora*) introduit dans le pays au 19^{ème} siècle, le basilic (*Ocimum basilicum*) originaire d'Asie, le palmarosa (*Cymbopogon martinii*), le poivre (*Piper nigrum*) indigène de l'Inde et de l'Indonésie, le combava (*Citrus hystrix*), le lemongrass (*Cymbopogon flexuosus*) originaire de l'Inde, le foraha (*Callophyllum inophyllum*)
- Les plantes aromatiques de valeur économique potentielle: le géranium (*Geranium rosat*), le patchouli (*Pogostemon patchouli*) originaire de l'Inde, l'Indonésie et les Philippines, introduit dans le pays en 1898, le vétiver (*Vetiveria zizanoïdes*), le radriaka (*Lantana camara*) originaire de l'Amérique du Sud, le longoza (*Aframomum angustifolium*), Eucalyptus (*Eucalyptus citriodora* et *Eucalyptus globulus*), le tagète (*Tagetes minuta*), les espèces du genre Citrus, introduites à Madagascar au 18^{ème} Siècle, le gingembre (*Zingiber officinalis Roscoe*), le cyprès (*Cupressus lusitanicus*), l'ocimum (*Ocimum gratissimum*)

Quelques exemples d'huiles essentielles les plus prisées et les plus connues dans l'île sont :

- ✓ L'huile essentielle de l'havozo ou hazomanitra (*Agathophyllum aromaticum* ou *Ravensara aromatica*), le plus connu
- ✓ L'*Helichrysum bracteiferum*
- ✓ L'*Helichrysum gymnocephalum*,
- ✓ *le Vepris madagascariaca*,
- ✓ Le *Croton anisatum*.

III.2. Récolte des plantes aromatiques

Les plantes utilisées pour la distillation sont soit d'origine sauvage (idéales), soit cultivées. Les plantes cultivées doivent se rapprocher le plus de l'état sauvage pour ne pas modifier leurs caractéristiques aromatiques. C'est pour cela qu'il faut utiliser des huiles essentielles biologiques ou 100% pures et naturelles.

La période de récolte doit se faire au moment où la plante est le plus concentrée en molécules aromatiques ou « essence » ce qui varie en fonction de l'espèce et de différents facteurs, comme :

- Le stade végétatif : avant, pendant ou après la floraison.
- La météo : en un temps sec, pendant la saison de pluie...
- Le moment de la journée : après la rosée du matin, l'après midi.
- La phase de la lune.

Par conséquent, les années se suivant mais ne se ressemblant pas surtout du point de vue météo, les huiles essentielles sont donc différentes d'une année sur l'autre. Tout comme les vins, les huiles essentielles d'une même appellation donnent des « crus » différents.

III.3. Ecologie et répartition géographique

. Madagascar est une île très vaste et diversifiée du point de vue relief et climat, d'où la richesse de notre pays en plantes aromatiques. Le paysage et le climat définissent la végétation existante dans une région du pays : des forêts à baobab à l'Ouest, des forêts denses humides à l'Est, des fourrés et euphorbes au Sud, des savanes, forêts sclérophylles et fourrés dans les hautes terres. Chaque région naturelle de Madagascar recèle des végétations spécifiques constituant de véritables sources de matières premières pour l'industrie des huiles essentielles.

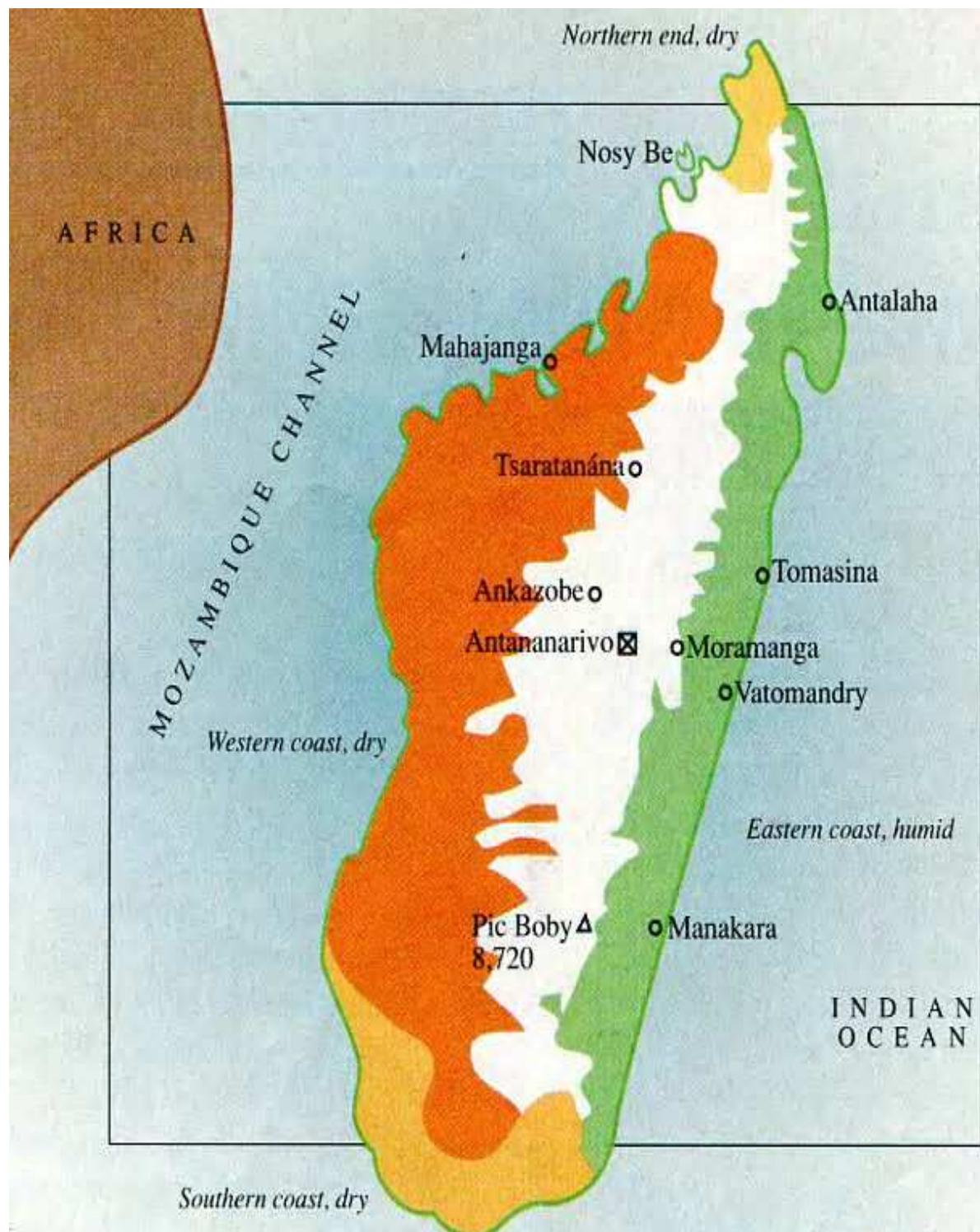


Figure 2: Présentation du sol et du climat à Madagascar

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holiniaina

Le tableau ci-dessous montre les principales plantes à huiles essentielles avec leur localisation géographique à Madagascar :

Tableau 1: Plantes à huiles essentielles et aromatiques

Nom scientifique	Français usuel	Vernaculaire	Régions
<i>Allium sativum</i>	Ail	Tongolo gasy	Toute l'Île
<i>Cananga odorata</i>	Ylang-ylang		Nosy-Be, Sambirano
<i>Catharanthus roseus</i>	Pervenche	Vonenina	Sud et Côte-Est
<i>Cedrelopsis grevei</i>		Katrafay	Ouest, Sud-Ouest
<i>Centella asiatica</i>		Talapetraka	Hauts-plateaux
<i>Cinnamomum camphora</i>	Camphrier	Ravintsara	Centre-Est
<i>Cinnamomum zeylanicum</i>	Cannelle	Hazomanitra	Sambirano et toute la côte Est
<i>Citrus hystrix</i>	Combava		Est et Ouest
<i>Coriandrum sativum</i>	Coriandre		Hauts-plateaux
<i>Curcuma longa L.</i>	Curcuma	Tamotamo	Côte-Est et Hauts-plateaux
<i>Cymbopogon martinii</i>	Palma rosa		
<i>Cymbopogon sp</i>	Citronnelle	Veromanitra	Plante tropicale et subtropicale
<i>Eucalyptus sp</i>	Eucalyptus	Kininina	Dans toute l'Île (30 espèces introduites)
<i>Geranium perlargonium</i>	Geranium	Fiandrilavenona	Hauts-plateaux (altitude > 1200 m)
<i>Helichyrum coronarium</i>		Longoza	Centre-Est
<i>Ocimum basilicum</i>	Petit basilic		Sambirano, Antananarivo et Toliara
<i>Rosa damascena</i>	Rose parfumée	Raozy	Hauts-plateaux
<i>Romarinus officinalis</i>	Romarin		Nord-Est, Côte-Est
<i>Vetiveria zizanoides</i> Stapf	vétiver	Fehana (Betsileo)	Plante tropicale et subtropicale
<i>Zingiber officinalis</i>	Gingembre	Sakamalaho	Sambirano, Côte-Est et Moyen-Est

Chap 02 : Technique d'extraction des huiles essentielles [14], [34], [41], [42], [48], [52]

I- Expression- Enfleurage

I-1- *Expression ou pressage*



Figure 3: Principe de l'expression

C'est le procédé d'extraction le plus simple mais le plus limité. Il est exclusivement utilisé pour les zestes frais d'agrumes pour en recueillir les « essences » (et non « huile essentielle », car aucune modification chimique liée à des solvants ou à la vapeur n'a eu lieu). Le principe est le suivant :

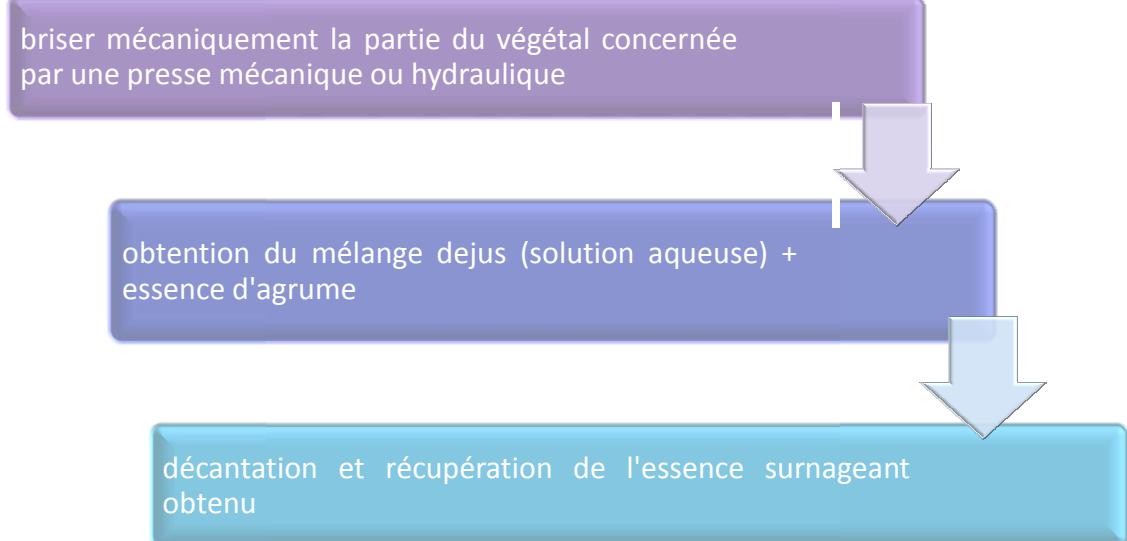


Figure 4: Procédés d'extraction par expression ou pressage

Cette méthode strictement mécanique limite l'oxydation de l'essence à son minimum, mais elles se conservent moins longtemps que les huiles essentielles.

I-2 *Enfleurage*

C'est une technique très ancienne datant de 700 avant J.C. utilisée par les Grecs. Elle fût reprise plus tard au XVIIème siècle à Grasse, d'où l'origine de la parfumerie.

Elle consiste à capter les composants aromatiques volatiles des fleurs s'échappant de l'atmosphère à l'aide de la graisse animale pour obtenir de la pommade aromatisée.



Figure 5: Principe de l'enfleurage

II- La distillation

Les Perses furent les « inventeurs » de la distillation proprement dite, 1000 ans avant notre ère. Elle est connue depuis la haute Antiquité, transmise par les Arabes et perfectionnée par les Grassois. Cette technique a été étudiée scientifiquement par Berthelot en 1863, approfondi par Pierre et Puchot en 1871 puis par Naumann en 1877.

Le temps de distillation et le rendement (poids de plante nécessaire pour obtenir un Kg d'huile essentielle), généralement faible, de 0,5 à 3%, varient en fonction de la plante.

II-1- Hydrodistillation

C'est la méthode la plus archaïque. Elle consiste à immerger complètement les substances végétales dans la cuve d'un alambic rempli d'eau, le tout étant porté à ébullition à pression atmosphérique, comme le montre la figure ci-dessous :

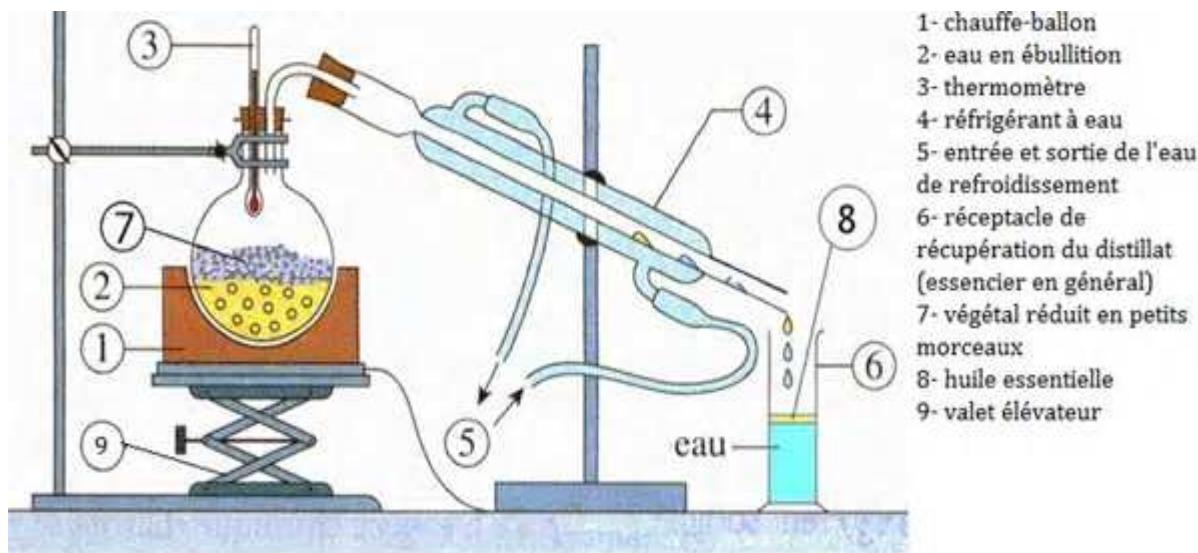


Figure 6: Technique d'hydrodistillation

Le mélange vaporisé est récupéré dans un essencier ou vase florentin **par condensation** à l'aide d'un réfrigérant à circulation d'eau froide.

Pour certains, l'hydrolat aromatique est encore recyclée pour la saturer et ainsi limiter les pertes en substances précieuses fortement hydrosolubles. On parle alors d'**hydrodistillation avec cohobation**.

A la sortie, on récupère le « distillat » dans l'essencier, qu'on sépare ensuite par centrifugation-décantation ou par simple décantation. La décantation s'effectue comme suit :

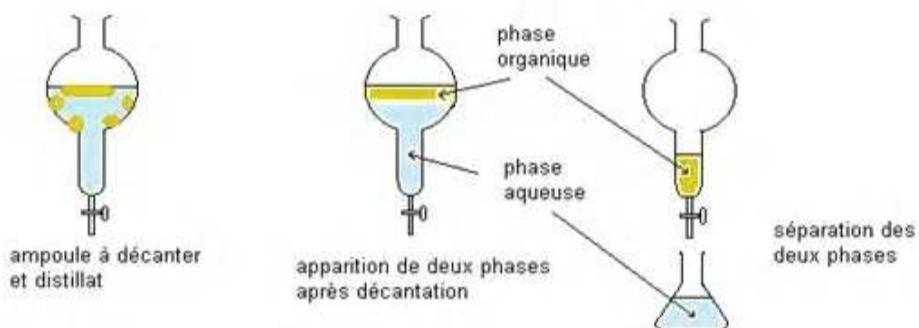


Figure 7: Processus de décantation

II-2- Hydrodiffusion ou percolation

Le principe est le même que pour la distillation, sauf que la vapeur d'eau est envoyée de haut en bas. Pour ce procédé, l'ordre de sortie des composés serait dicté par leur polarité et non leur volatilité. Les huiles essentielles seront alors chargées en substances non volatiles. D'où l'appellation ici d'«essences de percolation» et non d'huiles essentielles.

II-3- Entraînement à la vapeur

La distillation par entraînement à la vapeur, procédé relativement récent, apporte une amélioration à la qualité d'huile essentielle obtenue en minimisant les altérations hydrolytiques liées à la distillation traditionnelle. Ce procédé consiste à faire traverser de la vapeur d'eau, du bas vers le haut de l'alambic rempli de substances végétales, ces dernières et l'eau n'étant pas en contact.

Selon l'obtention de vapeur on distingue :

- ❖ La distillation par entraînement à la vapeur indirecte où la chaudière à vapeur est séparée de l'alambic. On est en présence de vapeur saturée (pression atmosphérique) ou de vapeur surchauffée (surpression de 1 à 6 bars).

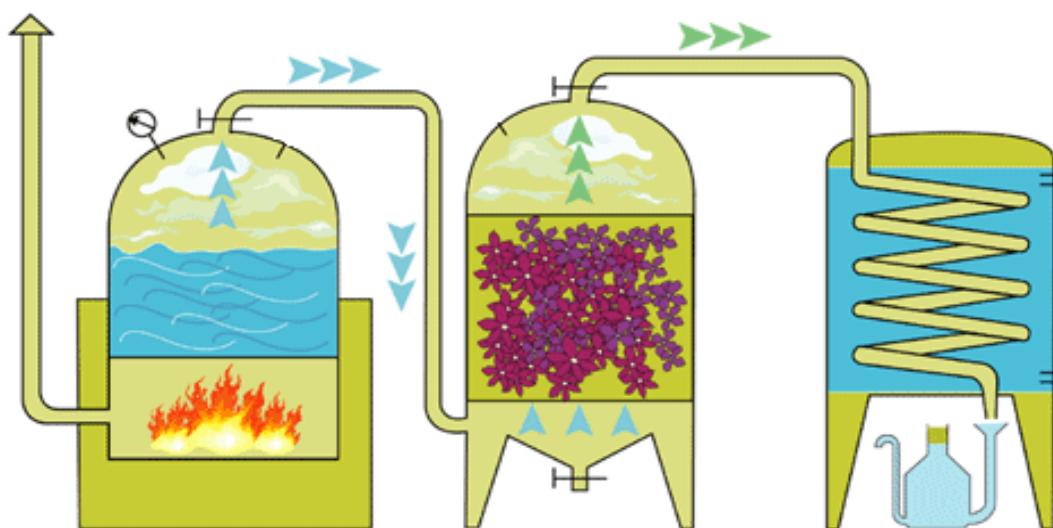


Figure 8: Distillation par entraînement à la vapeur indirecte

☞ La distillation par entraînement à la vapeur nue ou directe : où la chaudière à vapeur est la partie inférieure de l'alambic, séparée du végétal par un disque perforé sous forme de tamis. On est en présence de vapeur saturée (pression atmosphérique).

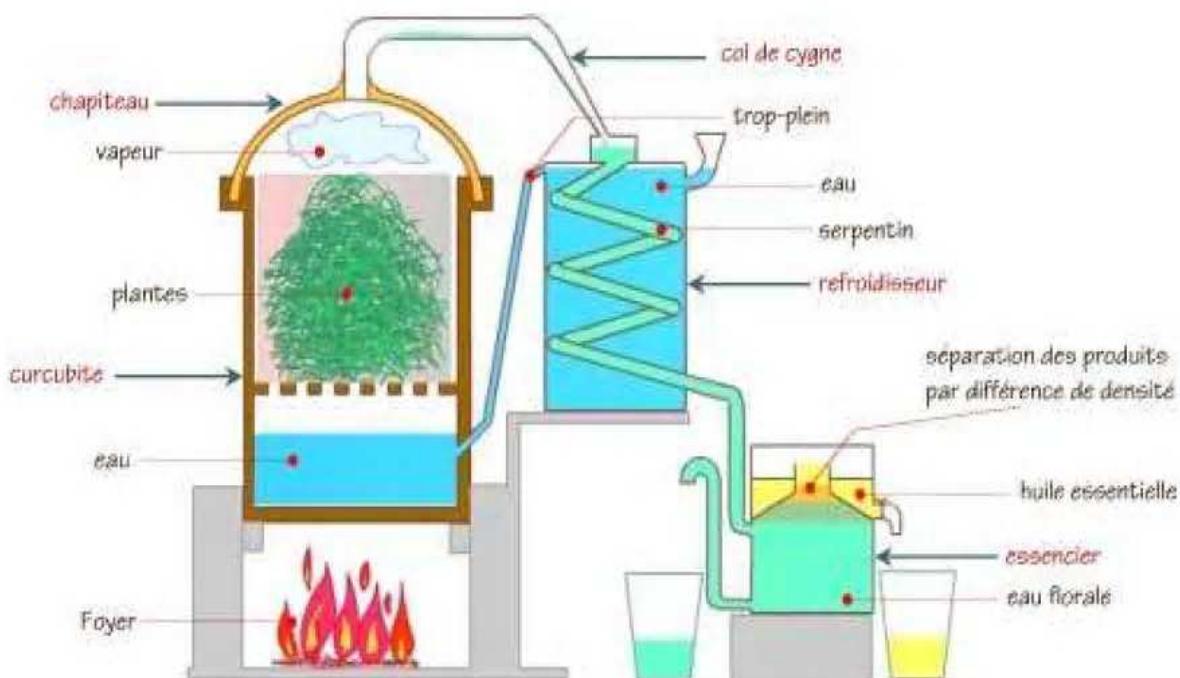


Figure 9: Distillation par entraînement à la vapeur directe

Ce dernier est la méthode utilisée pour notre extraction.

III- Autres procédés d'extraction

III-1- *Extraction par solvant volatil*

Elle se déroule comme suit :

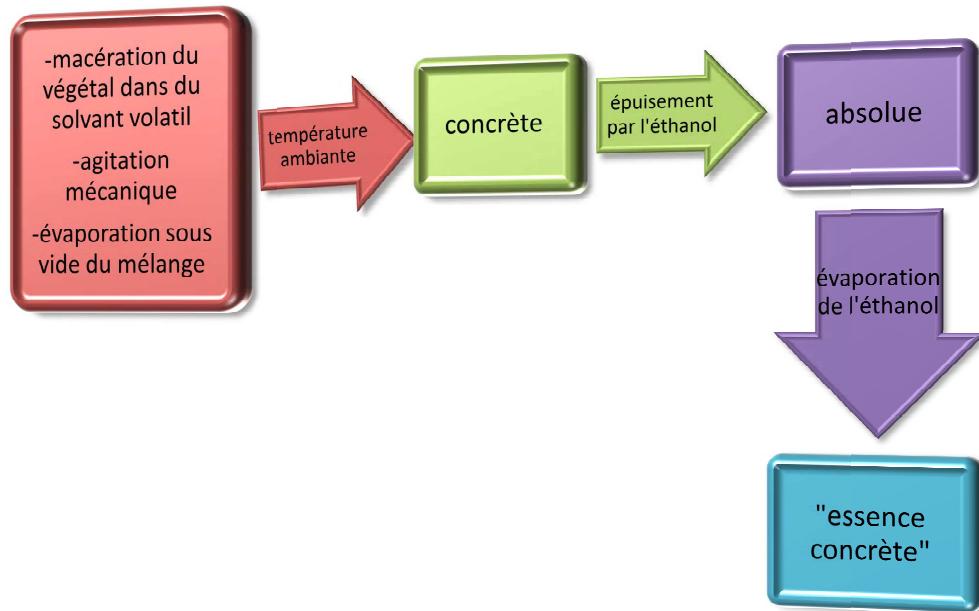


Figure 10: Procédé d'extraction par solvant volatil

Remarques :

- ✖ Le solvant volatil utilisé est l'éther de pétrole, l'hexane, le propane ou le dichlorométhane
- ✖ L'agitation mécanique permet d'accélérer la dissolution et la diffusion des molécules aromatiques dans le solvant.
- ✖ Ce procédé, s'opérant à température ambiante, ne dénature pas les constituants comme dans l'hydrodistillation. Mais les concrètes contiennent en général 2 à 6% de solvants résiduaires ce qui empêche l'utilisation des huiles essentielles obtenu par ce procédé en médecine.

III-2- Extraction au CO₂ supercritique

Le principe de cette extraction consiste à passer le courant de gaz carbonique à l'état supercritique dans les substances végétales qui, par augmentation de la

pression, fait éclater les poches sécrétrices de l'essence et entraîne ce dernier. La figure ci-dessous permettra une meilleure compréhension de cette méthode ;

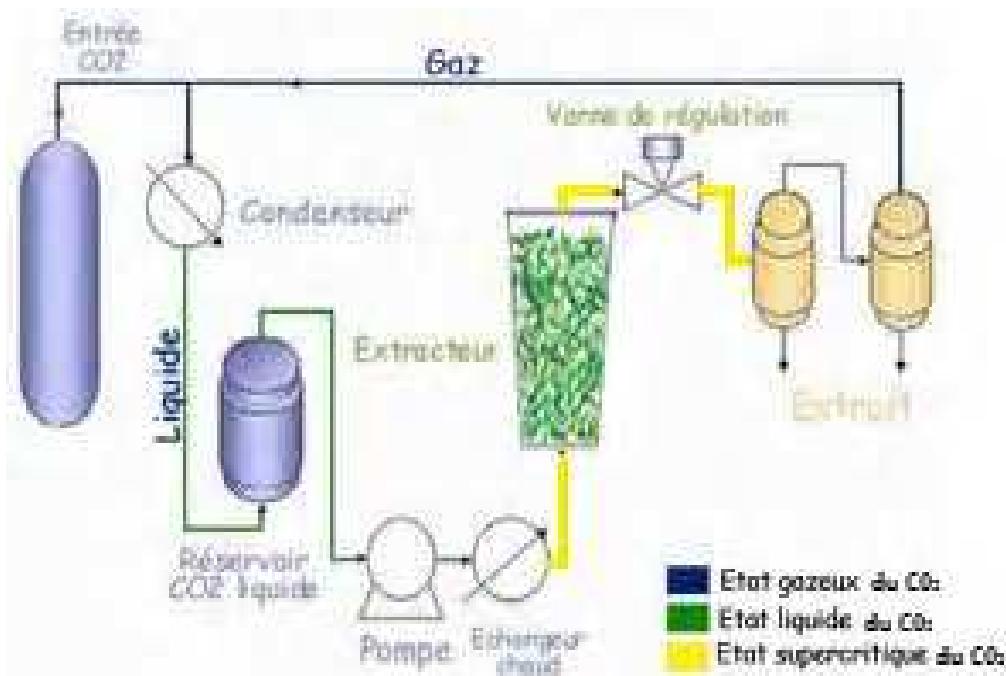


Figure 11: Schéma de l'extraction au CO₂ supercritique

Les avantages de ce procédé sont les suivants :

- ✖ Le CO₂ supercritique a un pouvoir solvant remarquable. De plus, il est bon marché, inert chimiquement et ininflammable.
- ✖ L'extrait obtenu est le plus proche possible de l'essence originel et dépourvu de tout solvant résiduaire.
- ✖ On obtient sélectivement un produit spécifié, en jouant à la température critique T_c et la pression critique P_c ; ceux du gaz carbonique étant :

$$T_c = 31^\circ\text{C}$$

$$P_c = 73 \text{ atm}$$

L'inconvénient : l'installation coûte cher, d'où l'utilisation de ce procédé, seulement quand l'huile essentielle est à forte valeur marchande

III-3- Extraction à la micro-onde

L'extraction assistée par micro-ondes est une technique encore plus récente, mis au point en 1987 par des chercheurs canadiens.

Ce dernier fonctionne, généralement, sous vide. La microonde agit sur les vacuoles et les poches à essence contenant de l'eau contenue dans la matière végétale, qui absorbent l'onde et convertissent son énergie en chaleur. Il en résulte une soudaine augmentation de température à l'intérieur du matériel, jusqu'à ce que la pression interne dépasse la capacité d'expansion des parois cellulaires. La vapeur détruit la structure des cellules végétales, et l'huile essentielle est entraînée par la vapeur d'eau.

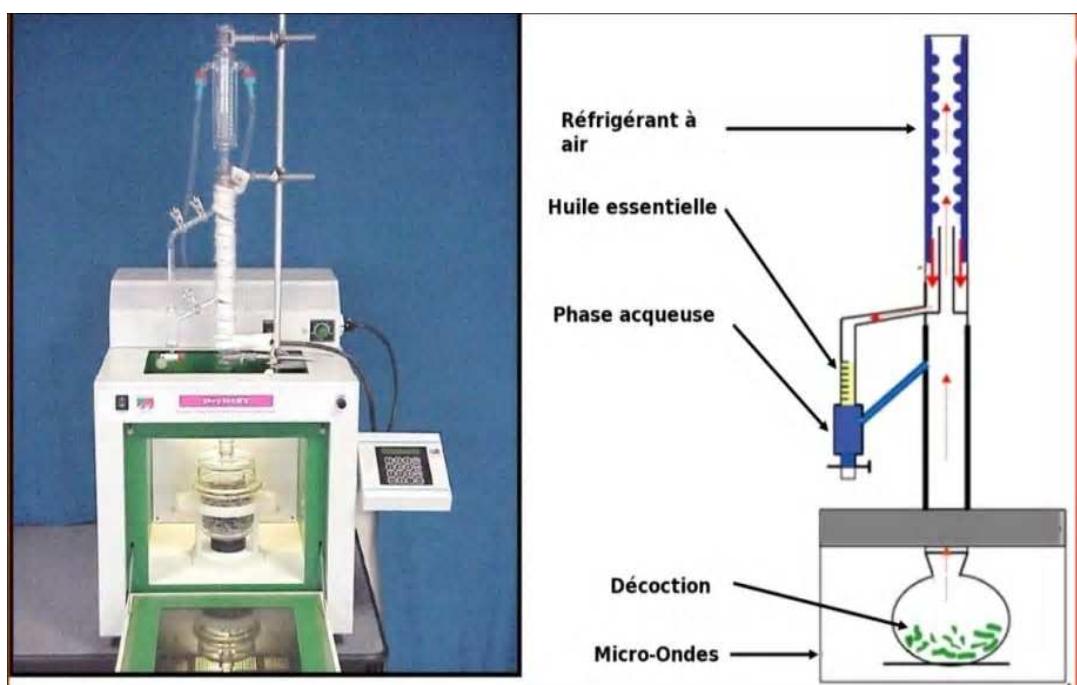


Figure 12: Schéma de l'extraction à la micro-onde

Chap 03 : Les méthodes d'analyse des huiles essentielles

I. Identification des caractéristiques physico-chimiques [22]

La codification et l'appréciation d'une huile essentielle se traduit par la détermination de sa composition chimique (à partir des techniques chromatographiques et spectrales), de ses caractéristiques organoleptiques et des caractéristiques physico-chimiques (outils pour le contrôle de qualité).

I.1 Caractéristiques organoleptiques

A température ambiante, la plupart des huiles essentielles ont un aspect liquide. Elles sont volatiles, odorantes, huileuses. Elles sont incolores ou colorées selon les composées qu'elles contiennent (leur couleur varie du jaune pâle au rouge foncé voire brun) : en général, celles qui ont une forte teneur en hydrocarbures terpéniques sont incolores, tandis que celles à produits oxygénés majoritaires sont colorées.

I.2 Caractéristiques physico-chimiques

Les caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles sont principalement :

- La densité
- L'indice de réfraction
- Le pouvoir rotatoire
- L'indice d'acide
- L'indice d'ester
- La miscibilité à l'éthanol

Les détails sur ces caractéristiques seront situés en annexe.

II. Les techniques chromatographiques [27], [35], [40]

II.1. Définition

Née en 1906 des travaux du botaniste russe TSWETT, à qui on attribue également l'invention du terme « chromatographie », c'est un procédé physico-chimique d'analyse immédiate, permettant l'identification et la quantification des

composés dans l'huile essentielle par séparation des constituants du mélange. L'intérêt de cette méthode est qu'on n'étudie que des quantités infimes d'échantillon, de l'ordre du milligramme jusqu'au nanogramme.

II.2. Principe

Le principe repose sur les équilibres de concentration des composés présents entre deux phases, dont l'une est dite mobile -effectuant sa percolation à travers un lit de particules de phase stationnaire- dans laquelle ils sont solubles, et l'autre appelé phase stationnaire qui exerce sur eux un effet retardateur. Les constituants du mélange se déplacent à des vitesses différentes et sont séparés.

II.3. Différents types de techniques chromatographiques

Selon la nature des phases, on distingue :

- ◆ La chromatographie liquide-solide (CLS)
- ◆ La chromatographie liquide-liquide (CLL)
- ◆ La chromatographie liquide-gel (CLG)
- ◆ La chromatographie sur phases greffées ou « Bonded Phase Chromatography » (BPC)

La phase stationnaire peut être, soit un solide soit un liquide, soit un solide à la surface duquel on a greffé des molécules appropriées. La phase mobile est un liquide. Selon la nature des phénomènes mises en jeu dans la séparation, on distingue la classification suivante :

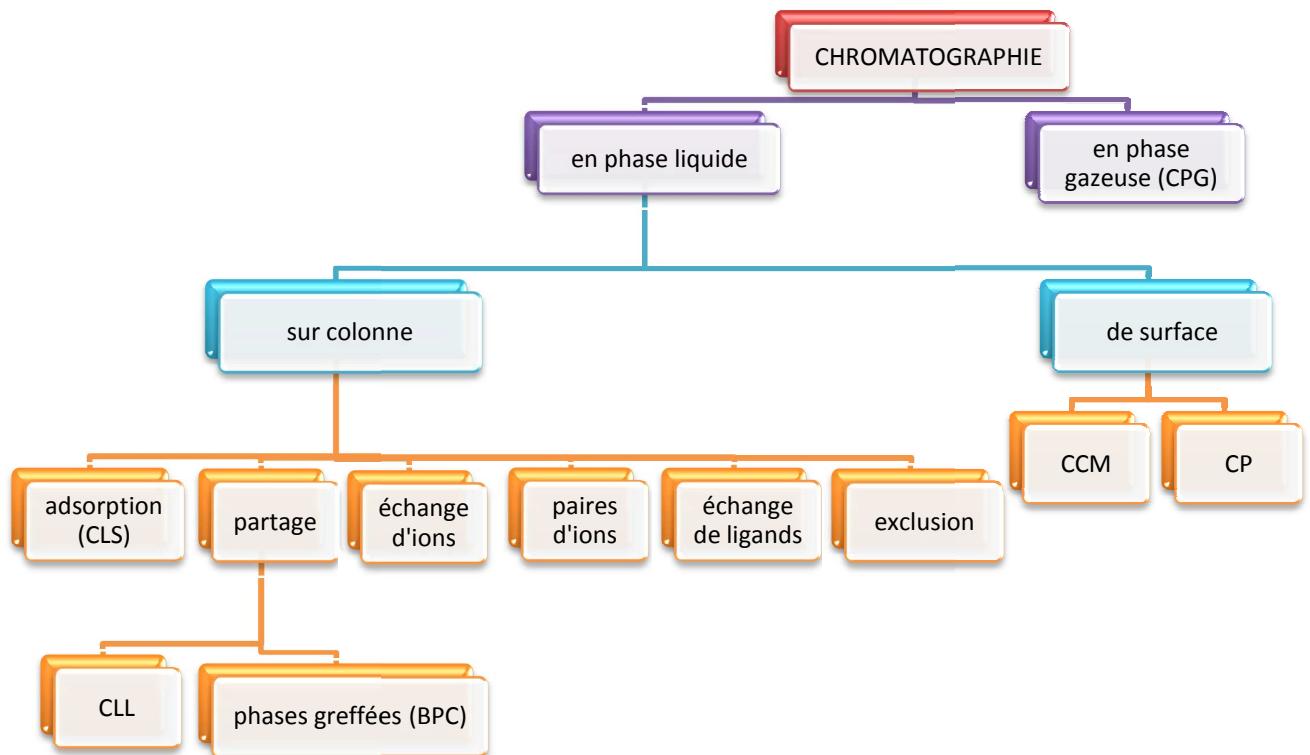


Figure 13: Les différentes techniques chromatographiques

- ✗ Pour la chromatographie d'adsorption, la séparation est fondée sur les différences d'adsorption des molécules du mélange par la phase (CC ou CCM).
- ✗ Pour la chromatographie de partage, la séparation est fondée sur les différences de solubilité des molécules à séparer (CLL ou BPC), on y distingue la HPLC, elle est souvent utilisée pour l'identification des constituants d'un mélange complexe.
- ✗ Pour la chromatographie d'échange d'ions, comme son nom l'indique, on procède à un échange d'ions (CLG)
- ✗ La chromatographie en phase gazeuse ou CPG :

C'est une technique séparative rapide parmi les plus employées pour l'analyse qualitative et quantitative des huiles essentielles, datant du début des années 40.

Le principe de séparation repose sur la **différence d'affinité entre les composés pour la phase mobile et la phase stationnaire** : Un composé qui aura plus d'affinité pour la phase mobile, a peu d'interaction avec la phase stationnaire et

sera donc élué plus rapidement qu'un composé qui aura plus d'affinité avec la phase stationnaire et sera plus souvent en interaction avec la phase stationnaire qu'avec la phase mobile et vice versa. La phase stationnaire peut être polaire ou apolaire.

Voici un schéma simplifié d'un chromatographe en phase gazeuse relié à un détecteur à ionisation de flamme :

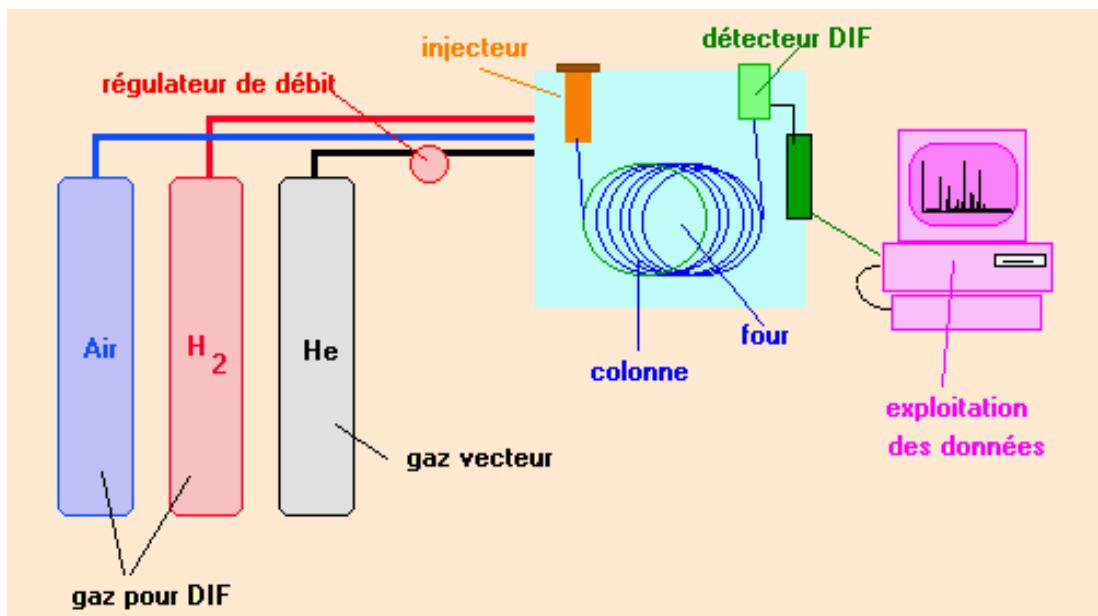


Figure 14: Schéma simplifié d'un chromatographe en phase gazeuse

L'identification des constituants est effectuée par le calcul de l'indice de rétention ou l'indice de Kovats I_k ; cependant, la méthode la plus fiable est le couplage avec des méthodes spectroscopiques, comme la CPG couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM) ou la CPG couplée à l'InfraRouge par Transformée de Fourier (CPG/IRTF).

III. Les méthodes spectrales [10], [36], [43], [47], [49]

Elles présentent deux (2) avantages : la rapidité et la manipulation des quantités de l'ordre du milligramme (mg) ou du microgramme (μg). Les méthodes spectroscopiques habituelles les plus utilisées sont :

III.1. La spectrométrie de masse :

C'est une technique d'analyse puissante, utilisée entre autres dans le dosage isotopique et pour déterminer la structure d'une molécule organique.

Dans la plupart du temps elle est couplée avec la chromatographie en phase gazeuse pour la détermination de la structure des constituants d'une huile essentielle.

III.2. L'infrarouge :

C'est un rayonnement électromagnétique invisible, de longueur d'onde comprise entre $0,8\mu\text{m}$ (lumière rouge visible) et 1mm (micro-ondes). Les radiations infrarouges de fréquences comprises entre $10\,000$ et 100 cm^{-1} sont absorbées par une molécule organique en tant qu'énergie de vibration moléculaire.

III.3. La résonnance magnétique nucléaire (RMN du proton et du carbone-13, RMN bidimensionnelle):

C'est une technique de spectroscopie appliquée aux particules atomiques ayant des noyaux caractérisés par un spin nucléaire non nul et un moment magnétique nucléaire μ qui sont tous deux quantifiés.

Tout noyau porte une charge. Les plus utilisés, et de loin sont ceux de ^1H et ^{13}C , ayant un nombre de spin I de $\frac{1}{2}$.

III.4. La spectroscopie ultra-violette :

L'absorption moléculaire dans le spectre ultra-violet et visible dépend de la structure électronique de la molécule. L'absorption d'énergie est quantifiée et résulte du passage des électrons d'orbitales de l'état fondamental vers des orbitales d'un état excité d'énergie supérieure. En pratique, la spectrométrie UV se limite normalement aux systèmes conjugués.

Chap. 04 : Rappels sur le transfert thermique et la mécanique des fluides

I- Ecoulement de fluide [3], [8], [10], [24], [51]

L'étude de l'écoulement des fluides est nécessaire, étant donné que le transfert thermique convectif est toujours lié avec le transfert de masse lors de la distillation. Autrement dit, la transmission de chaleur par convection dépend largement du mouvement du fluide.

► *Fluide:*

Ce terme désigne tout corps liquide ou gazeux pouvant subir de grandes variations de forme sous l'action des forces extérieures au fluide. Tous les fluides sont compressibles, mais les gaz le sont plus que les liquides, mais sont aussi naturellement visqueux. Et cette viscosité se manifeste par la résistance à la déformation du fluide.

► *Régime d'écoulement :*

L'écoulement visqueux concerne uniquement les fluides réels. Il est déterminé par REYNOLDS, selon l'équation :

$$Re = \frac{V \cdot D}{\nu} = \frac{\rho V D}{\mu} \quad (1)$$

Où :

Re : Nombre de REYNOLDS

V [m/s] : Vitesse d'écoulement du fluide

D [m] : Diamètre hydraulique de la conduite

μ [Pa.s] ou [kg/ms] : Viscosité dynamique du fluide

ν [m^2/s] : Viscosité cinématique du fluide

ρ [kg/m^3] : Masse volumique du fluide

Le nombre de REYNOLDS est un nombre adimensionnel qui définit la nature du régime d'écoulement, qui peut être laminaire ou turbulent. Le passage d'un régime à un autre est caractérisé par le nombre de REYNOLDS critique Re_{cr} ($Re_{cr} =$

2100 à 3500 pour le cas d'une conduite cylindrique), caractérisé par un régime intermédiaire.

☞ **Régime laminaire** : cas où $Re < 2100$

L'écoulement du fluide est unidirectionnel et les particules fluides se déplacent parallèlement à la paroi.

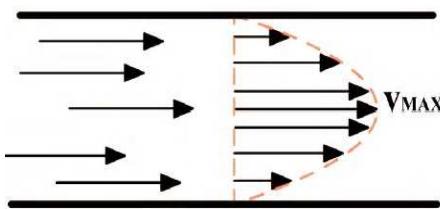


Figure 15: Particules fluides en écoulement laminaire

☞ **Régime turbulent**: cas où $Re > 3500$

Dans ce cas, les particules se déplacent de façon tourbillonnaire et désordonnée, et l'écoulement n'est plus unidirectionnel.

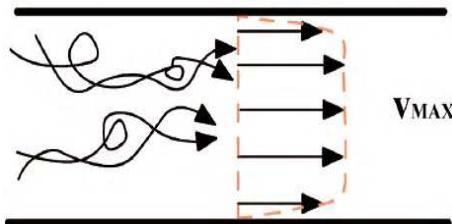


Figure 16: Particules fluides en écoulement turbulent

En régime turbulent, au voisinage de la paroi, la vitesse reste toujours très faible, et l'écoulement y est laminaire sur une faible épaisseur appelée « couche limite laminaire »

Il faut remarquer que le transfert de chaleur en régime turbulent est plus important que celui en régime laminaire. En effet, les particules froides et chaudes sont mélangées par le biais des tourbillons qui transportent les masses fluides à travers les filets fluides.

On verra en annexe quelques propriétés physiques de l'eau et de la vapeur en fonction de la température et la pression.

► Perte de charge :

Notons qu'on est supposé travailler à la pression atmosphérique. Pour un fluide en mouvement, son déplacement entraîne une perte de charge ΔP . Selon l'origine de cette perte de charge, on distingue :

- a) **Les pertes de charge linéaires** : dues au frottement du fluide, lors de son acheminement, sur les parois de la conduite. Dans ce cas, la perte de charge est exprimée par :

$$\boxed{\Delta P_l = \Lambda \frac{L}{D} \frac{\rho V^2}{2}} \quad (2) \text{ équation de Darcy-Weibach}$$

Avec :

ΔP_l [Pa] : Perte de charge linéaire

L [m] : Longueur de la conduite de vapeur

Λ [] : Coefficient de perte de charge linéaire

- ⦿ En régime laminaire : Λ n'est fonction que du nombre de REYNOLDS, et la nature de la tuyauterie utilisée n'intervient pas, et selon BOUSSICAUD :

$$\boxed{\Lambda = \frac{64}{Re}} \quad (3)$$

Et l'équation (3) devient alors :

$$\boxed{\Delta P_l = \frac{64v}{VD} \cdot \frac{L}{D} \rho \frac{V^2}{2} = 32\rho \frac{VvL}{D^2}} \quad (4)$$

- ⦿ En régime turbulent : la détermination du coefficient de perte de charge est beaucoup plus complexe, et c'est la formule de COLEBROOK qui traduit le mieux les phénomènes d'écoulement en régime turbulent.

$$\boxed{\frac{1}{\sqrt{\Lambda}} = -2 \log \left(\frac{1}{3,7} \frac{K}{D} + \frac{2,51}{Re \sqrt{\Lambda}} \right)} \quad (5) \text{ équation de Colebrook}$$

Les valeurs de Λ selon Colebrook seront données en annexe.

Avec :

$\frac{K}{D}$: Rugosité relative

K [m] : Hauteur des aspérités

K varie suivant la qualité et le type de tube utilisé mais aussi suivant la qualité de vapeur produite (dépôts et incrustations). Pour un acier inoxydable : K=0,015 mm.

b) **Perte de charge singulière :**

Cette chute de pression est due à tout accident de parcours tel que : élargissement, rétrécissement, coude, té, vanne, ... provoquant une déformation de l'écoulement du fluide dans la tuyauterie.

$$\Delta P_s = \frac{\xi V^2}{2g} \quad (6)$$

Avec :

ξ : Coefficient dépendant de la nature de résistance local (ses valeurs sont en annexe)

ΔP_s : Perte de charge singulière en [m de colonne de fluide]

On peut également utiliser la relation :

$$\Delta P_s = \xi \frac{\rho V^2}{2} \quad (7)$$

Dans ce cas, ΔP_s est exprimée en [Pa].

c) **Perte de charge totale** : c'est la somme de toutes les pertes de charges le long du parcours

$$\Delta P = \Delta P_l + \Delta P_s \quad (8)$$

II. Transfert de chaleur [6], [7], [10], [39], [44], [45]

Le transfert de chaleur est l'étude des divers modes d'échange thermique entre deux corps ou au sein d'un même corps, la transmission de chaleur s'effectuant toujours du point le plus chaud vers le point le plus froid. Selon le cas, on distingue le transfert de chaleur par conduction, par rayonnement et par convection.

☞ La conduction : mode de transfert de chaleur influencé par la différence de température entre deux régions d'un milieu solide, liquide ou gazeux, opaque et immobile.

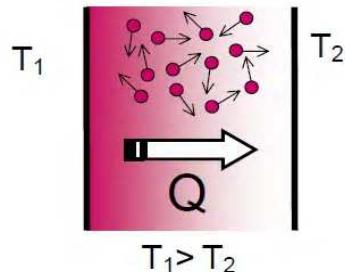


Figure 17:Transmission de chaleur par conduction

A travers un corps cylindrique, l'expression du flux de chaleur, en W/m , est la suivante :

$$\varphi = \frac{T_1 - T_2}{\frac{r_1}{2\pi\lambda L} \ln \frac{r_2}{r_1}} = \frac{(T_1 - T_2)S}{\frac{r_1}{\lambda} \ln \frac{r_2}{r_1}} \quad (9)$$

Où :

$L [m]$: Longueur du cylindre en [m]

$T_1 [K]$: Température du cylindre de rayon r_1

$T_2 [K]$: Température du cylindre de rayon r_2 , en supposant que $T_1 > T_2$

$S [m^2]$: Section latérale du cylindre, rapportée au rayon r_1

$\lambda [W/m.K]$: Conductivité thermique

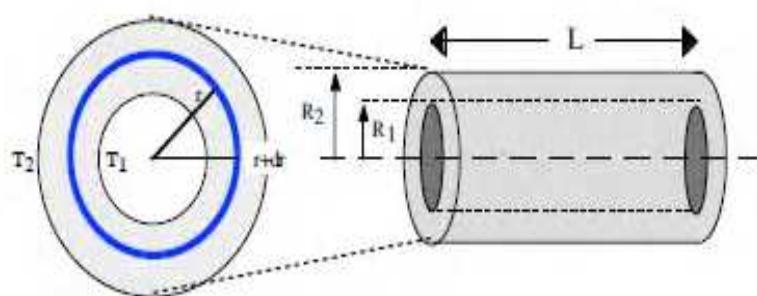


Figure 18: Représentation d'une surface isotherme sur un corps cylindrique

☞ Le rayonnement thermique : émission d'énergie susceptible de se transmettre dans le vide, il est dû à des transitions électromagnétiques par exemple des états de vibration quantifiées de la chaîne d'atomes. Ce mode de transfert

intervient entre deux surfaces quelconques de températures différentes séparés par du gaz.

D'après la loi de Stéphan-Boltzmann, le flux de chaleur échangé entre la surface S et le milieu ambiant peut s'écrire :

$$\boxed{\phi = \varepsilon. \sigma. S. (T_1^4 - T_s^4)} \quad (10)$$

ε : Coefficient d'émission de la surface ($\varepsilon = 1$ pour un corps noir, $\varepsilon \ll 1$ pour un corps brillant)

σ : Constante de Stéphan Boltzmann = $5,67 \cdot 10^{-8} W \cdot m^{-2} K^{-4}$

$S[m^2]$: Surface d'échange

T_1 : Température de surface du corps

T_s : Température ambiante

La convection :

Le transfert de chaleur qui s'effectue simultanément avec un mouvement de fluide est dit transfert de chaleur par convection. Lors de la distillation, il se produit aussi un transfert de masse lors de l'écoulement de fluide. Il permet de déterminer les échanges de chaleur se produisant entre un fluide et une paroi. Selon le mécanisme provoquant ce mouvement du fluide, on distingue :

- ☞ Convection libre ou naturelle : mouvement dû à la différence des masses-volumiques, résultant de la différence de températures sur les frontières et au champ de forces extérieures (la pesanteur).
- ☞ Convection forcée : mouvement induit par une cause indépendante des différences de température.

La théorie de convection suit la loi de Newton, permettant d'exprimer la quantité de chaleur échangée par convection entre la paroi et le fluide, telle que :

$$\boxed{dQ = hS(T_p - T_\infty)dt} \quad (11)$$

Où :

$Q[kCal]$: Quantité de chaleur échangée par convection

$T_p [^{\circ}\text{C}]$: Température de la paroi

$T_{\infty} [^{\circ}\text{C}]$: Température du fluide loin de la paroi, supposée inférieure à T_p

$S [\text{m}^2]$: Aire de la surface en contact avec le fluide

$h \left[\frac{\text{Kcal}}{\text{hm}^2 \cdot ^{\circ}\text{C}} \right]$ ou $\left[\frac{\text{W}}{\text{m}^2 \cdot ^{\circ}\text{C}} \right]$: Coefficient d'échange convectif

On utilise fréquemment le flux de chaleur échangée par convection ϕ en $[\text{W}/\text{m}^2]$, tel que :

$$\phi = \frac{dQ}{Sdt} = h(T_p - T_{\infty}) \quad (12)$$

Le problème de la convection dépend de quelques nombres adimensionnels qui sont les suivants :

■ Nombre de REYNOLDS : représenté par la formule (1). Il permet de définir le régime d'écoulement du fluide.

■ Nombre de NUSSELT : rapport de la quantité de chaleur échangée par convection à la quantité de chaleur échangée par conduction.

$$Nu = \frac{h*D}{\lambda} \quad (13)$$

■ Nombre de PRANDTL: décrit la propriété physique du fluide, c'est-à-dire l'influence de la nature du fluide sur la transmission de chaleur par convection :

$$Pr = \frac{\mu*Cp}{\lambda} \quad (14)$$

Cp : Chaleur spécifique du fluide en $[\text{J}/\text{kg.K}]$

■ Nombre de STANTON ou de MARGOULIS : rapport du flux de chaleur à un flux de chaleur de référence par convection.

$$St = Ma = \frac{h}{\rho * V * Cp} = \frac{Nu}{Re * Pr} \quad (15)$$

■ Nombre de GRASHOF : il caractérise l'écoulement en convection naturelle (remplace le nombre REYNOLDS)

$$Gr = \frac{g * \beta * \rho^2 * D^3 * \Delta T}{\mu^2} \quad (16)$$

β : coefficient de dilatation du fluide en $[K^{-1}]$

$\Delta T = T_{\text{paroi}} - T_{\text{fluide}}$: Différence de température entre la paroi et le fluide

- Nombre de RAYLEIGH : caractérise l'écoulement en convection naturelle
(remplace le nombre de REYNOLDS)

$$Ra = Pr * Gr = \frac{g * \beta * \rho^2 * D^3 * \Delta T}{\alpha * \vartheta} \quad (17)$$

Où :

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho * C_p} : \text{diffusivité thermique en } [m^2/s]$$

- Nombre de PECLET :

$$Pe = Re * Pr = \frac{\rho C_p V L}{\lambda} \quad (18)$$

- Nombre de GRAETZ :

$$Gz = \frac{6C_p}{\lambda L} \quad (19)$$

- Nombre de RAYLEIGH : caractérise l'écoulement en convection naturelle.

$$Ra = Pr * Gr = \frac{g \beta D^3 \Delta T}{\alpha v} \quad (20)$$

III. Le coefficient d'échange convective(h)

La résolution d'un problème de convection repose sur la détermination de h. En effet, il dépend de plusieurs paramètres tels que la nature du fluide, la température, la vitesse d'écoulement et les caractéristiques géométriques de la paroi en contact avec le fluide.

Comme le coefficient convectif dépend de la géométrie de la paroi ainsi que du phénomène se produisant lors de l'échange, on doit préciser les cas particuliers suivants :

► ***Echange sans changement d'état***

☞ **Régime laminaire**

En régime laminaire, l'expression de h est de la forme :

$$h = 1,62 \left(\frac{\mu}{\mu_f} \right)^{\frac{1}{3}} \left(1 + 0,015 Gr \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{4 m_v C}{\pi \lambda L} \right)^{1/3} \frac{\lambda}{D} \quad (21)$$

☞ Régime turbulent (convection forcée)

Dans ce cas, le coefficient de convection suit la formule de Colburn établie à partir de l'analyse dimensionnelle.

$$h = \frac{\lambda \cdot 0,023 Re^{0,8} Pr^{0,4}}{D} \quad (22)$$

A titre indicatif, voici un tableau montrant l'ordre de grandeur du coefficient convectif :

Tableau 2: Quelques valeurs du coefficient d'échange par convection

Configuration	h [W/m ² °C]
Convection naturelle : Dans un gaz (air)	2-10
Dans l'eau	100-1000
Convection forcée : Avec un gaz	10-200
Avec l'eau	100-15000
Avec l'huile	50-1500
Avec des métaux en fusion	5000-250000
Ebullition d'eau : Dans un récipient	2500-35000
En écoulement dans un tube	5000-100000
Condensation de l'eau sous 1atm : Sur une surface verticale	1000-11000
A l'extérieur d'un tube horizontal	10000-25000

▶ *Echange avec changement d'état:*

Ici, on considèrera seulement la condensation de la vapeur.

Dans la pratique industrielle, on rencontre généralement la condensation en film : la paroi est isolée de la vapeur par un film continu de liquide qui joue un rôle d'isolant thermique entre la paroi et la vapeur, et fait chuter h par rapport à la condensation en goutte. Selon la théorie de Nusselt en 1916 :

- ## Sur une paroi verticale :

$$h = 0,943 \left[\frac{\lambda_f^3 \rho_f^2 g \Delta H}{\mu_f L \Delta T} \right]^{1/4} \quad (23)$$

La température du film est celle de condensation.

ΔT : Moyenne arithmétique entre température de condensation et température du réfrigérant

$\Delta H[\text{J/Kg}]$: Variation d'enthalpie à la condensation

■ Sur une paroi horizontale :

$$h = 0,725 \left[\frac{\lambda_f^3 \rho_f^2 g \Delta H}{\mu_f D_i \Delta T} \right]^{1/4} \quad (24)$$

Condition de validité : $\text{Re} < 2100$

S : section de passage du film liquide

■ En convection naturelle (régime turbulent) :

$$h = 0,5 \left[\frac{\lambda (Gr \cdot Pr)^{0,25} \left(\frac{Pr}{Pr_p} \right)^{0,25}}{D} \right] \quad (25)$$

IV. L'écart moyen de température

Si on considère un échangeur de chaleur quelconque, il se produit un écart moyen de température $\Delta\theta$ entre le milieu extérieur et le milieu intérieur.

Les fluides peuvent circuler à co-courant ou à contre-courant, mais ce dernier présente une meilleure efficacité en matière d'échange de chaleur. En effet, voici une figure illustrant ces deux types de circulation de fluide.

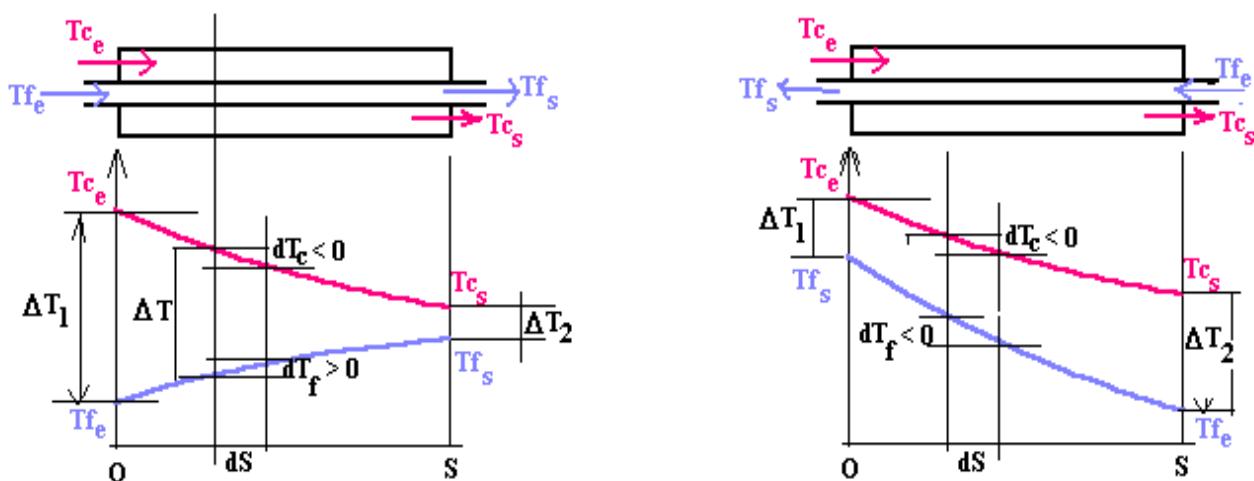


Figure 19: Echangeur de chaleur à co-courant et à contre courant

Soient :

$$\Delta T_1 = \Delta T_e = T_{ce} - T_{fs}$$

$$\Delta T_2 = \Delta T_s = T_{cs} - T_{fe}$$

Où : T_{ce} = température de la vapeur à l'entrée du condenseur

T_{fe} = température d'entrée du réfrigérant

T_{fs} = température de sortie du réfrigérant

T_{cs} = température de sortie du condensat ou distillat

$$\Delta\theta = \frac{\Delta T_e - \Delta T_s}{\ln\left(\frac{\Delta T_e}{\Delta T_s}\right)} \quad (26)$$

V. Le coefficient global de transmission de chaleur:

Le coefficient global par unité de surface est de la forme :

$$K = \frac{1}{\sum R_i} = \frac{1}{h_1} + \frac{1}{h_2} + \frac{1}{h_3} \quad (27)$$

Avec :

h_1 : Coefficient d'échange par convection au niveau du réfrigérant (eau froide)

$h_2 = \frac{1}{\lambda_{\text{matériau}} \ln \frac{r_e}{r_i}}$: Coefficient d'échange par conduction à travers la paroi, le

transfert de chaleur allant du côté chaud de rayon r_i vers le côté froid de rayon r_e .

On doit apporter h_2 à une unité de surface, extérieure ou intérieure des tubes, car la surface d'échange n'a pas la même étendue au contact des deux fluides (chaud et froid). C'est la raison pour laquelle on introduit le rapport $\frac{r_e}{r_i}$ pour rapporter h_2 à la surface intérieure.

h_3 : Coefficient d'échange par convection du côté de la vapeur condensante

$\sum R_i$: Résistance thermique de l'ensemble (réfrigérant+paroi+vapeur)

C'est la plus grande de ces résistances thermique qui limite l'échange de chaleur.

2ème PARTIE :

AMELIORATION D'UN ANCIEN ALAMBIC DE DISTILLATION

Chap. 05 : Caractéristiques de l'ancien alambic

I. Caractéristiques de l'ancien alambic [3]

Pour le foyer:

- ✓ Foyer en argile enveloppé de métal, de diamètre 0,33 m
- ✓ Combustible : charbon de bois dont PCI = 6885 kCal/kg

Pour la cucurbite :

- ✓ Diamètre moyen $D = 0,35 \text{ m}$
- ✓ Hauteur totale $H = 0,795 \text{ m}$
- ✓ Hauteur de la chaudière $H_2 = 0,355 \text{ m}$
- ✓ Volume de la cucurbite : 30L
- ✓ Volume d'eau maximale : 18L
- ✓ Capacité en matières premières : 6 à 10 Kg

Pour le condenseur :

- ✓ Serpentin en cuivre
- ✓ Longueur du serpentin $L = 7,63 \text{ m}$
- ✓ Diamètre du serpentin $d = 0,022 \text{ m}$
- ✓ Surface d'échange du serpentin $S = 0,53 \text{ m}^2$
- ✓ $T_{ce} = 99,63^\circ\text{C}$
- ✓ $T_{cs} = 41^\circ\text{C}$
- ✓ $T_{fe} = 20^\circ\text{C}$
- ✓ $T_{fs} = 51^\circ\text{C}$
- ✓ L'écart de température moyenne : $\Delta\theta_m = 26^\circ\text{C}$
- ✓ Enthalpie de condensation de l'eau : $\Delta H_e = L_v = 539,30 \text{ kCal/kg} = 2253,72 \text{ kJ/kg}$
- ✓ Coefficient d'échange globale : $K = 99,42 \text{ W/m}^2\text{C}$
- ✓ Quantité de chaleur à échanger dans le condenseur : $Q = 1680 \text{ kCal/h}$

- ✓ Débit de vapeur $m_v = 3\text{kg/h}$
- ✓ Débit d'eau de refroidissement $m_e = 41\text{kg/h}$

Au niveau du col de cygne :

- ✓ Longueur du col de cygne : $L_{\text{col}} = 1,414 \text{ m}$
- ✓ Les accidents de parcours présents sur l'installation sont :
 - ✗ Une coude arrondie $r/D = 0,5 ; \xi = 0,9$
 - ✗ Une autre coude de 90° : ($0,2 \text{ m}$) $\xi = 1,3$
- ✓ Entre le couvercle de la cucurbite et le col de cygne, il existe un joint hydraulique.

Le schéma de l'alambic de départ est comme suit :



Figure 20: Cliché de l'alambic de départ

Problèmes rencontrés :

Quelques problèmes ont été rencontrés lors de la distillation qu'on a effectuée avant modification:

- ☞ La combustion au charbon est délicate, de part le fait du rechargement difficile du combustible dans le foyer. On a aussi noté que la puissance de chauffe du charbon n'est pas suffisante pour le chauffage.
- ☞ On constate des fuites de vapeur, et par conséquent une perte en huile essentielle, au niveau du joint d'eau reliant la cucurbite et le col de cygne.
- ☞ L'utilisation du coude de 90° n'est pas méthodique pour éviter de maximiser les pertes de charges singulières.
- ☞ La hauteur trop élevée du col de cygne entraîne un reflux en vapeur.

II. Amélioration et modifications apportées

Face aux problèmes cités ci-dessus, quelques améliorations ont été apportées pour assurer un meilleur rendement et une bonne qualité en huile, en tenant compte des paramètres prix, énergie, temps et rendement :

- Insertion d'un joint thermorésistant en plus du joint hydraulique.
- Réduction de la longueur du col de cygne de moitié : de 141,4 cm à 77 cm
- Changement du coude de 90° par un autre incliné à 45 °
- Utilisation de la quantité optimale en eau pour chaque extraction. En effet, le niveau d'eau est trop élevé. Pratiquement, un kg d'eau est suffisant pour un kg de végétal.

Concernant les modifications géométriques au niveau du col de cygne, il est à remarquer que le débit volumique (ou massique) reste identique en tout point de la canalisation. Ainsi, ce sera la vitesse qui varie.

II.1. Caractéristiques techniques

L'alambic modifié a les caractéristiques techniques suivantes :

Pour le foyer :

- ✓ Foyer en métal, de diamètre 0,36 m. La cucurbite est entourée par les parois latérales du foyer, ce qui permet de récupérer une partie des chaleurs sensibles des fumées et de diminuer ainsi les pertes par conduction des couches d'air.
- ✓ Combustible : bois sec dont PCI = 4231,25 kCal/kg

Pour la cucurbite :

- ✓ Les dimensions sont les mêmes que celles indiquées ci-dessus,
- ✓ Le volume d'eau maximale est de 18L, mais pour économiser le maximum de combustible, il est plus efficace d'utiliser 1 kg d'eau pour 1 kg de matières premières
- ✓ Capacité en matières premières : 6 à 10 Kg

Pour le condenseur :

- ✓ Serpentin en cuivre
- ✓ Longueur du serpentin L = 7,63 m
- ✓ Diamètre du serpentin d = 0,022 m
- ✓ Surface d'échange du serpentin S = 0,53 m²
- ✓ T_{ce} = 99,63°C
- ✓ T_{cs} = 28°C
- ✓ T_{fe} = 20°C
- ✓ T_{fs} = 51°C

Au niveau du col de cygne :

- ✓ Tuyau en acier inoxydable de diamètre moyen 0,037 m et d'épaisseur e_{col} = 1,5 mm = 0,0015 m
- ✓ Longueur du col de cygne réduit à : L_{col} = 0,77 m
- ✓ Les accidents de parcours présents sur l'installation sont :
 - ✖ Une coude arrondie r/D = 0,75 ; ξ = 0,45

- ✖ Une autre coude de 45° : $\xi = 0,5$
- ✓ Entre le couvercle de la cucurbite et le col de cygne, il existe un joint hydraulique et un joint thermorésistant.

II.2. Caractéristiques thermiques

- ✖ Débit de vapeur $m_v = 3 \text{ kg/h}$
- ✖ Débit d'eau de refroidissement $m_e = 189 \text{ kg/h}$
- ✖ Conductivité thermique du cuivre : $\lambda_{Cu} = 389 \text{ W/m°C} = 334,48 \text{ KCal/hm°C}$
- ✖ Conductivité thermique de l'acier inoxydable :

$$\lambda_{inox} = 15 \text{ W/m°C} = 12,9 \text{ kCal/hm°C}$$

- ✖ Quantité de chaleur totale à échanger dans le condenseur :

$$Q = Q_1 + Q_2 = \mathbf{1856,39 \text{ kCal/h}}$$

En effet :

Q_1 : Quantité de chaleur nécessaire pour la condensation de la vapeur

$$Q_1 = m_v \cdot \Delta H_e = 3 * 2253,72 = 6761,16 \text{ kJ/h} = 1617,50 \text{ kCal/h}$$

Q_2 : Quantité de chaleur nécessaire pour le refroidissement de l'eau condensée

$$Q_2 = m_v \cdot C_p \cdot dT = 3 * 4,18 * (99,63 - 20) = 998,56 \text{ kJ/h} = 238,89 \text{ kCal/h}$$

- ✖ Au niveau du col de cygne, refroidi par l'air ambiant à une vitesse de 0,5 m/s, la quantité de chaleur échangée est de $Q_{col} = 54,39 \text{ W} = 46,76 \text{ kCal/h}$
- ✖ Au niveau du condenseur, le condensat sort à 28°C

Le schéma de l'alambic modifié est montré ci-dessous :



Figure 21: Cliché de l'alambic modifié

Chap. 06 : Dimensionnement d'un alambic de capacité moyenne (30 à 50 kg)

Notre objectif est de concevoir un alambic de distillation semi-mobile de capacité moyenne. En effet, les appareillages dont nous disposons sont un alambic de petite taille pouvant contenir 6 à 10 kg de matière végétale (Figure 22), donnant une quantité minimale d'huile insuffisante pour les analyses chimiques et/ou biologiques plus approfondies, et un grand alambic pouvant recevoir jusqu'à 300 Kg de matière végétale (Figure 23), nécessitant ainsi une quantité importante de matière végétale. Ces constats nous ont poussés à concevoir un alambic de capacité moyenne.



Figure 22: Cliché de l'alambic de petite capacité (6-10kg de matière végétale)



Figure 23: Cliché de l'alambic de grande capacité (200-300 kg de matière végétale)

Le dimensionnement est basé sur une cuve en acier inoxydable déjà existante, de 0,50 m de diamètre, de 0,51 m de hauteur et de 2 mm d'épaisseur.



Figure 24: Clichés de la cuve déjà existante et de sa hauteur envisagée

Par ailleurs, par souci économique, nous garderons le condenseur du petit alambic. La condensation sera de ce fait compensé par l'adaptation d'un réfrigérant au niveau du col de cygne. Il s'agit ainsi de valoriser et d'optimiser ce qui existe, au lieu de fabriquer entièrement ou acheter un nouvel alambic.

Le schéma d'ensemble de notre appareillage se représente comme suit :

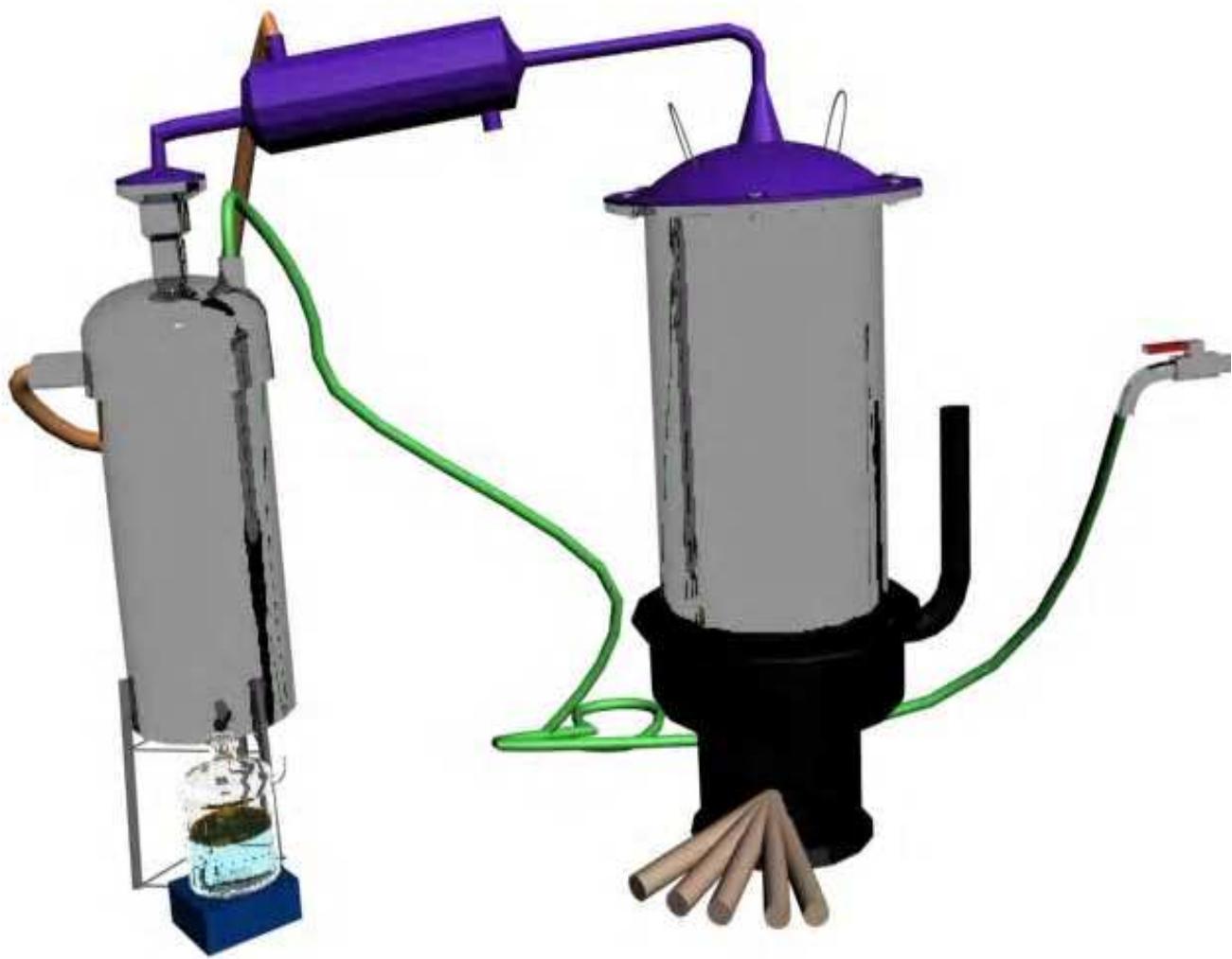


Figure 25: Vue d'ensemble de l'alambic étudié

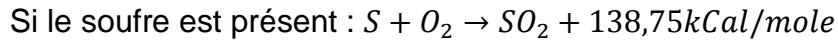
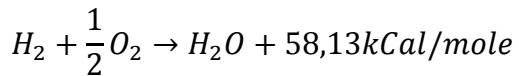
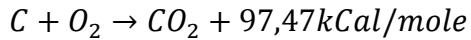
I. Le foyer [30], [39],

I.1-La combustion

La combustion est une réaction d'oxydation d'un combustible par un comburant (généralement de l'air). C'est une réaction exothermique. Ainsi, l'équation de combustion s'écrit:



Où:



Le véritable processus de combustion se fait de la périphérie vers le centre du foyer, en un mouvement ascendant. L'air environnant, qui alimente ainsi le feu, est appelé air secondaire pour le distinguer de l'air primaire qui traverse le lit de combustion. Cet air est d'abord responsable de la combustion du carbone, qui est la partie résiduelle du bois après volatilisation des gaz.

I.2-Le combustible

Nous avons choisi le bois sec comme combustible.

La composition chimique du bois est :

$$\left\{ \begin{array}{l} C = 50\% \\ H = 6\% \\ O = 43\% \\ N = 1\% \end{array} \right.$$

- Le foyer est cylindrique, il a pour diamètre $d_{foyer} = 0,54 \text{ m}$, et de hauteur $h_{foyer} = 0,30 \text{ m}$
- Son pouvoir calorifique est $PCI = 4231,25 \text{ kCal/kg}$.
- Son pouvoir comburivore est :

$$V_a = 4,76.22,4.\left(\frac{\%C}{12}\right) = 4,44m^3/kg \text{ de combustible}$$

- Son pouvoir fumigène est :

$$V_f = \left[22,4.\frac{\%C}{12} \right] + 0,79.V_a = 4,44m^3/kg \text{ de combustible}$$

- ➊ Réellement, on est toujours en présence d'un excès d'air (volume d'air supérieur au pouvoir comburivore) qui ne participe pas à la réaction, mais l'accompagne. L'excès d'air nécessaire pour compléter la combustion :

$$e = \frac{\text{volume d'air admis-pouvoir comburivore}}{\text{pouvoir comburivore}} * 100 \quad (28)$$

Pour les combustibles solides $e = 15$ à 50% . Pour notre cas, on admettra $e = 40\%$

- ➋ Les difficultés de la combustion résident dans la décomposition du combustible initialement solide, d'une part en carbone (sous forme de charbon de bois), et d'autre part en aérosol de gaz, de vapeur et de gouttelettes formées de liquides organiques visqueux. C'est le cas du bois de feu.

2/3 à 3/4 de l'énergie calorifique potentielle du bois sont contenus dans les matières volatiles. Celles-ci brûlent dans la région de la flamme marquée « cœur », située juste au-dessus du lit de combustion. Aux abords de la flamme, l'air nécessaire à la combustion est aspiré par le mouvement ascendant des gaz chauds. En l'absence de friction, la vitesse des gaz chauds est calculée par la formule :

$$v = \sqrt{g \cdot b \cdot z} \quad (29)$$

Où v : La vitesse des gaz chauds

g : L'accélération de la pesanteur = 10 m.s^{-2}

z : La hauteur de la flamme

b : La « légèreté spécifique » ; ce paramètre est à peu près égal à

$$b \approx \frac{T - T_e}{T_e} \approx 3 \quad (30)$$

Dont T est la température des flammes

T_e est la température ambiante = 25°C

La température des flammes peut être déduite de cette équation, on aura donc :

$$\begin{aligned} T &= bT_e + T_e = 3T_e + T_e = 4T_e \\ \Rightarrow [T] &= 1192K = 919^\circ\text{C} \end{aligned} \quad (31)$$

Pour notre cas, $z = 0,30m$,

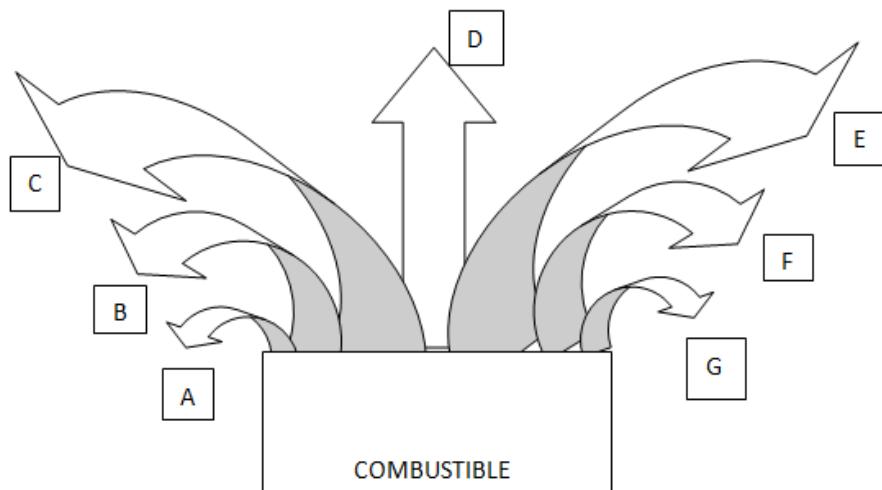
D'où : $v = 3 \text{ m.s}^{-1}$

I.3-Les pertes thermiques dans le foyer

Lorsqu'un combustible est brûlé, la chaleur qu'il dégage se répand de toutes les directions, l'émission la plus intense est verticale dans le même sens que le dégagement de gaz chauds plus légers. Cependant, cette énergie se disperse très rapidement, seule une petite partie est récupérée.

L'enceinte éventuelle, où a lieu la combustion absorbe de la chaleur et en perd. Cette enceinte peut être entièrement ouverte, la déperdition latérale sera très importante, elle pourra être plus ou moins protégée ou même fermée, retenant ainsi de plus en plus d'énergie.

De même, le matériau que l'on chauffe va aussi, selon les conditions extérieures, perdre plus ou moins de la chaleur. Le schéma ci-dessous résume la répartition de la chaleur générée.



Dans lequel :

- A : chaleur perdue sur le corps du foyer
- B : chaleur perdue sur le corps de l'alambic
- C : vapeur générée
- D : chaleur utilisée
- E : chaleur sensible de la cheminée
- F : chaleur latente perdue de la cheminée

G : charbon résiduel ou transformé

Généralement pour ce type de foyer et ce type de combustible, on obtient un rendement de combustion de 40%

I.4-Quantité de chaleur apportée par le combustible

On supposera la quantité de bois utilisée comme étant de 10 kg/h. La chaleur apportée par cette quantité de combustible est donc de 42312,5 kCal/h.

II. Chaudière-cucurbite

L'eau de chaudière est aussi séparée de la masse végétale par une plaque perforée utilisée comme tamis, afin d'éviter tout contact du végétal avec l'eau. Ce tamis est à 1/4 de la hauteur totale de l'alambic.

L'alambic est en acier inoxydable. Et étant donné le prix exorbitant et la rareté de ce matériau, il faut dépenser le minimum et le strict nécessaire. Selon le principe de Rhuston, il faut $D=H$ pour la cuve. Mais en tenant compte de l'efficacité de la distillation (mouvement ascendant et descendant de la vapeur), par expérience, on utilise à l'optimum **H = 1,5D**. Pour cela, on a coupé la cuve existante, et souder une tôle cylindrique de 0,24 m de hauteur afin d'obtenir 0,75 m de hauteur. Selon la figure 26, elle est coupée à 0,45 m de hauteur.

Les dimensions de la cuve cylindrique servant de cucurbite sont donc :

- ✓ Diamètre D = 50 cm
- ✓ Hauteur H = 75 cm
- ✓ Epaisseur de l'acier du cuve : e = 2 mm
- ✓ Niveau du tamis h_1 = 20 cm
- ✓ capacité en eau de la partie inférieure : $V_1= 36 \text{ L}$
- ✓ capacité en plante de l'alambic $m = 50 \text{ kg}$
- ✓ volume de la cucurbite $V = 146 \text{ L}$

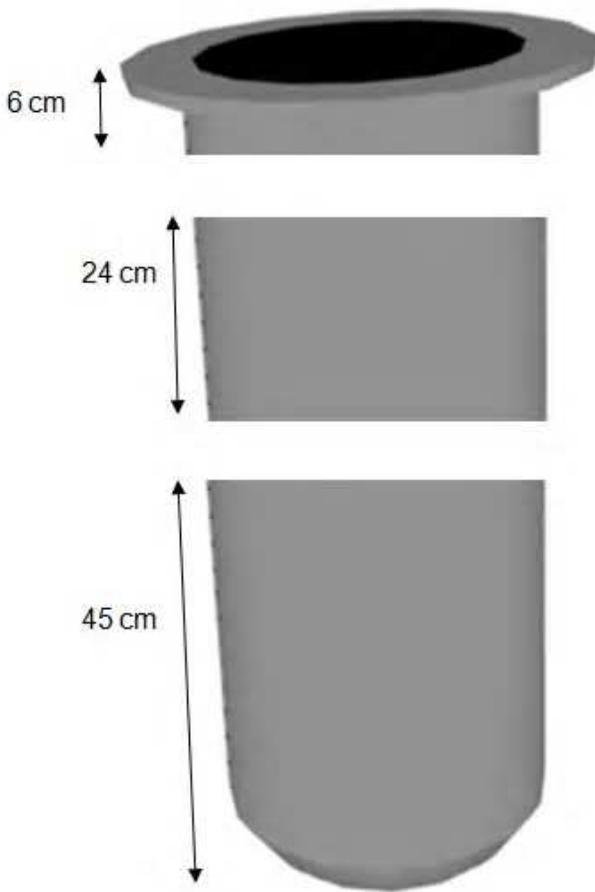


Figure 26: Forme de la cucurbite

Le fond de la cuve est en forme torisphérique ou bombé (convexe). Même si on travaille à pression atmosphérique, remarquons que les fonds torisphériques sont très résistants à des hautes pressions. De plus, la répartition de chaleur y est meilleure.

La cucurbite est reliée au chapiteau par un joint thermorésistant.

III. Condenseur

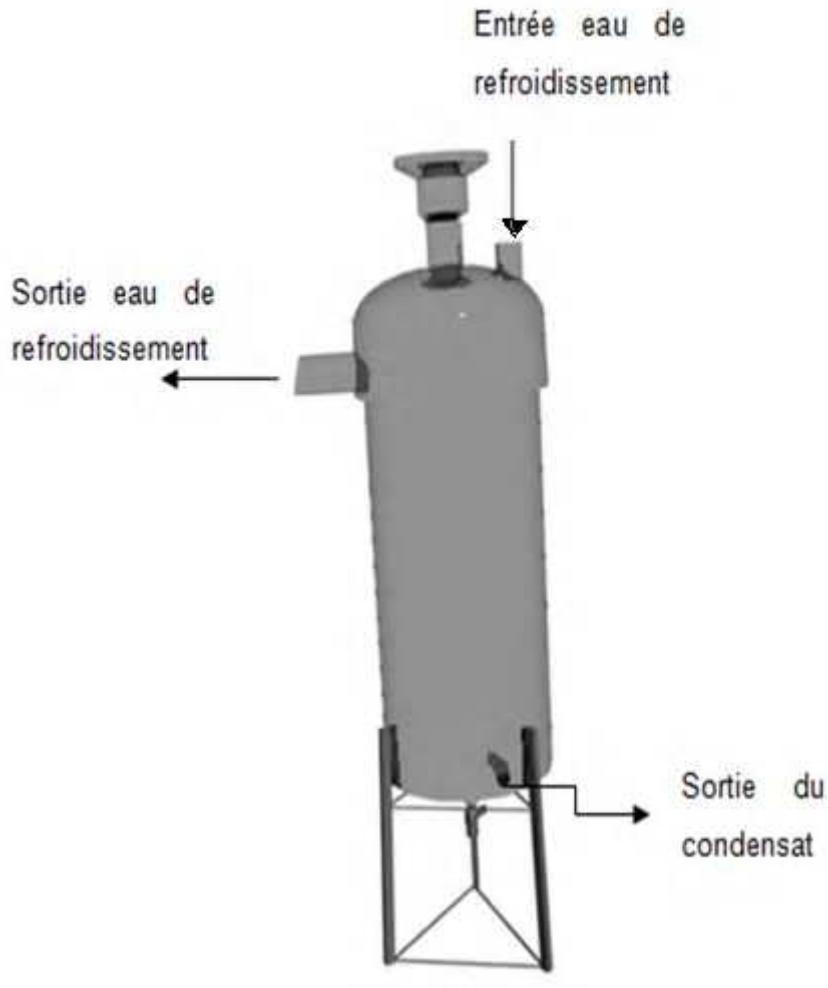


Figure 27 : Forme du condenseur

III-1 Quantité de chaleur à échanger dans la phase de condensation.

Comme le condenseur utilisé est celui du petit alambic, alors il reste à évaluer les échanges thermiques qui y règnent.

En ce qui concerne la phase de condensation, elle s'effectue au niveau du col de cygne ainsi que dans le condenseur proprement dit. Pour cela, la quantité de chaleur totale à échanger est :

$$Q_{tot} = 5878,09 \text{ KCal/h} \quad (32)$$

En effet, l'échange de chaleur en phase de condensation s'effectue en deux étapes : la condensation de vapeur et le refroidissement du liquide condensé.

Ainsi, la quantité de chaleur nécessaire à la condensation de la vapeur est :

$$Q_{cond,total} = m_V \cdot L_V = 21410,34 \text{ KJ/h} = 5122,09 \text{ KCal/h} \quad (33)$$

Et la quantité de chaleur nécessaire pour le refroidissement est telle que :

$$Q_{refr,total} = m_V C_p dT = 3162,11 \text{ KJ/h} = 756 \text{ KCal/h} \quad (34)$$

III-2 Echange thermique dans le serpentin :

Le refroidissement du condensat ne peut se passer que dans le serpentin, alors étant donnée la quantité de chaleur nécessaire pour le refroidissement, on peut en déduire la longueur théorique optimale.

En effet :

$$Q_{refr} = K_{refr} \cdot S \cdot \Delta\theta \quad (35)$$

Avec :

$$\Delta\theta = \frac{(T_{ce} - T_{fs}) - (T_{cs} - T_{fe})}{\ln\left(\frac{T_{ce} - T_{fs}}{T_{cs} - T_{fe}}\right)} = 29,88 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (36)$$

Si : $T_{ce} = 70 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{cs} = 30 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{fe} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et $T_{fs} = 30 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Dans le serpentin, il se passe un échange de chaleur par convection entre le condensat et la paroi interne du serpentin, un transfert de chaleur par conduction à travers le corps du serpentin, et un transfert par convection à l'extérieur. Ainsi, le coefficient d'échange global sera :

$$K_{refr} = \frac{1}{\frac{1}{h_1} + \frac{1}{h_2} + \frac{1}{h_3}}$$

- Du côté extérieur, $h_1 = \frac{\lambda \cdot Nu}{D_{cond}}$

$$\text{Or, } Re = \frac{\rho V D_{cond}}{\mu} = 54968,90$$

Si la masse volumique est $\rho = 997,34 \text{ kg/m}^3$, le diamètre $D_{cond} = 0,30 \text{ m}$, la viscosité dynamique $\mu = 0,000909 \text{ Kg/m.s}$, le débit d'eau égal à 189 L/h et une section de passage de 314 mm^2 .

D'après la valeur du nombre de REYNOLDS, on est en régime turbulent, donc l'expression du nombre de NUSSELT en convection forcée sera :

$$Nu = 0,023Re^{0,8}Pr^{0,4} = 308,75$$

D'où $h_1 = 566,049 \text{ W/m}^2\text{C}$

- A travers la paroi du serpentin :

$$h_2 = \frac{1}{\frac{r_e}{\lambda} \ln \frac{r_e}{r_i}}$$

Pour le cuivre, la conductivité thermique est $\lambda = 389,605 \text{ W/m}^{\circ}\text{C}$, le diamètre intérieur étant $D_i = 22 \text{ cm}$ et le diamètre extérieur $D_e = 24 \text{ cm}$.

D'où $h_2 = 179533,21 \text{ W/m}^2\text{C}$

- Du côté intérieur,

$$h_3 = 0,725 \left(\frac{\lambda^3 \rho^2 g \Delta H}{\mu D \Delta \theta} \right)^{1/4} \quad (37)$$

Où :

$$\lambda = 0,56 \text{ W/m}^{\circ}\text{C}$$

$$\rho = 958,39 \text{ Kg/m}^3$$

$$\Delta H = 2253,72 \text{ W}$$

$$\Delta \theta = 29,88 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

D'où $h_3 = 1522,50 \text{ W/m}^2\text{C}$

Et $K_{refr} = 411,49 \text{ W/m}^2\text{C}$

Comme $S = \pi D L$, finalement on peut en tirer la longueur correspondant à la quantité de chaleur échangée pour le refroidissement :

$$L = \frac{Q_{refr}}{K_{refr} \pi D \Delta \theta}$$

$L = 1,23 \text{ m}$

Ce qui signifie que sur une longueur totale du serpentin de $7,63 \text{ m}$, la condensation de vapeur s'effectue sur une longueur $(7,63 - 1,23) = 6,4 \text{ m}$.

Alors, la quantité de chaleur nécessaire à la condensation dans le serpentin est :

$$Q_{cond} = K_{cond} \cdot S \cdot \Delta\theta$$

Avec $\Delta\theta = 43,27^\circ C$, si on considère $T_{ce} = 96,71^\circ C$, $T_{cs} = 70^\circ C$, $T_{fe} = 30^\circ C$, et $T_{fs} = 50^\circ C$.

La surface d'échange $S = \pi D L = \pi \cdot 0,022 \cdot 6,4 = 0,442 m^2$,

Comme dans le cas du refroidissement, le coefficient d'échange global s'écrit :

$$K_{cond} = \frac{1}{\frac{1}{h_1} + \frac{1}{h_2} + \frac{1}{h_3}}$$

- Du côté extérieur : $h_1 = 566,05 \text{ W/m}^2\text{°C}$
- A travers la paroi du serpentin : $h_2 = 179533,21 \text{ W/m}^2\text{°C}$
- Du côté intérieur :

$$Re = \frac{\rho V D}{\mu} = \frac{0,535 \cdot 12,98 \cdot 0,022}{0,000012} = 12727,31$$

Donc on est en régime turbulent et l'expression du nombre de NUSSELT en convection naturelle est :

$$Nu = 0,5(Gr \cdot Pr)^{0,25} \left(\frac{Pr}{Pr_p} \right)^{0,25} \quad (38)$$

Et

$$Gr = \frac{\beta D^3 g \Delta T \rho^2}{\mu^2}$$

Avec :

$$\beta = \frac{1}{T_m} = 0,013 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$$

Puisque $T_m = \frac{T_V + T_P}{2}$

Où la température moyenne de la vapeur : $T_V = \frac{96,71 + 70}{2} = 83,3^\circ C$

Et la température moyenne de la paroi : $T_p = \frac{83,3 + 56,7}{2} = 70^\circ C$

Donc : $Gr = 1,19 \cdot 10^5$

$$Pr = \frac{\mu C_p}{\lambda}$$

Où :

$$\mu = 0,000909 \text{ Kg/m.s}$$

$$C_p = 4,18 \text{ KJ/Kg}$$

$$\lambda = 0,55 \text{ W/m}^{\circ}\text{C}$$

D'où $Pr = 6,91$

Et $Pr_p = 2,48$ (lecture sur abaque)

$$Nu = 19,45$$

Par conséquent :

$$\underline{h_3 = \frac{\lambda \cdot Nu}{D} = 495,21}$$

$$\text{Et } K_{cond} = 263,7 \text{ W/m}^{2\circ}\text{C}$$

Finalement, on aboutit à la quantité de chaleur nécessaire à la condensation de vapeur dans le serpentin :

$$\boxed{Q_{cond} = 5043,30 \text{ W} = 4336,46 \text{ KCal/h}} \quad (39)$$

IV. Col de cygne

La valeur de Q_{cond} ci-dessus signifie que la vapeur n'est pas entièrement condensée dans le condenseur proprement dit. Pour ne pas modifier le serpentin, nous avons adapté un réfrigérant au niveau du col de cygne. Ce réfrigérant permettra de compenser la différence de la quantité de chaleur nécessaire à la condensation.

Le col de cygne sera en tube inox de diamètre intérieur 37 mm et de diamètre extérieur 40 mm (selon R. POSITELLO) [24]. La figure suivante illustre cette modification :



Figure 28: Schéma du col de cygne modifié

Ainsi, dans le col de cygne doit y avoir une perte de chaleur telle que :

$$Q_{cond,col} = 5122,09 - 4336,46 = 785,63 \text{ KCal/h} \quad (40)$$

Cette valeur de la perte de chaleur nous permet de déterminer la longueur du réfrigérant au niveau du col de cygne. Nous avons l'expression suivante :

$$Q_{cond,col} = K_{col} \cdot S \cdot \Delta\theta_{col}$$

Avec :

$$\Delta\theta_{col} = \frac{(99,63 - 55) - (96,71 - 40)}{\ln \frac{99,63 - 55}{96,71 - 40}} = 50,43 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Si $T_{ce} = 99,63 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{cs} = 96,71 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{fe} = 40 \text{ }^{\circ}\text{C}$, et $T_{fs} = 55 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Le coefficient d'échange global s'écrit :

$$K_{col} = \frac{1}{\frac{1}{h_1} + \frac{1}{h_2} + \frac{1}{h_3}}$$

- Du côté réfrigérant :

$$Re_1 = \frac{\rho V D_{refr}}{\mu}$$

Nous avons fixé le diamètre $D_{refr} = 0,123 \text{ m}$. Et pour $V = 0,167 \text{ m/s}$,

$\rho = 994,79 \text{ Kg/m}^3$, et $\mu = 0,000751 \text{ Kg/m.s}$, le nombre de REYNOLDS sera :

$$Re_1 = 32077,60$$

On est en présence d'un régime turbulent. Ainsi, le nombre de NUSSELT en convection forcée est :

$$Nu = 0,023 Re^{0,8} Pr^{0,4} = 200,67$$

Et $h_1 = 897,3 \text{ W/m}^2\text{°C}$

- A travers le tube en inox :

Le coefficient d'échange par conduction s'écrit :

$$h_2 = \frac{1}{\frac{r_e}{\lambda_{inox}} \ln \frac{r_e}{r_i}}$$

L'écoulement du flux de chaleur étant de l'intérieur vers l'extérieur.

D'où : $h_2 = 9610,25 \text{ W/m}^2\text{°C}$

Si $\lambda_{col} = 15 \text{ W/m°C}$

- Du côté vapeur :

On a : $\rho = 0,590 \text{ Kg/m}^3$

$$\mu = 0,000012 \text{ Kg/m.s}$$

$$V = \frac{9,5 \text{ Kg/h} \cdot 1,6937 \text{ m}^3/\text{Kg}}{\pi 3600 \cdot 0,0185^2} = 4,16 \text{ m/s}$$

D'où $Re_3 = 7562$

La valeur du nombre de NUSSELT en convection naturelle, en régime turbulent est :

$$Nu = 30,73$$

En effet,

$$\beta = \frac{1}{\frac{T_V + T_P}{2}} = 0,012 \text{ °C}^{-1}$$

$$\text{Si } T_V = \frac{99,63 + 96,71}{2} = 98,17 \text{ °C}$$

$$T_P = \frac{99,63 + 40}{2} = 67,3 \text{ °C}$$

Donc, $Gr = 7,41 \cdot 10^5$

Ainsi, $h_3 = 465,09 \text{ W/m}^2\text{°C}$

Et, $K_{col} = 283,65 \text{ W/m}^2\text{°C}$

Finalement, nous obtenons la longueur du réfrigérant au niveau du col de cygne :

$$L_{col} = 0,48 \text{ m}$$

V. Calcul des pertes de charges

Le débit massique de vapeur est $Q_m = 9,5 \text{ Kg/h}$, soit $4,47 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s} = 4,47 \text{ L/s}$.

Ainsi, voici les valeurs des pertes de charge :

☞ Perte de charge linéaire :

Suivant l'équation (4), on trouve :

$$\underline{\Delta P_l = 10,2 \text{ Pa}}$$

☞ Perte de charge singulière :

Les accidents sont :

- Un coude arrondi : $\xi = 0,35$
- Un coude à angle vif : $\xi = 1,16$
- Rétrécissement : $\xi = 1,65$

D'où :

$$\underline{\Delta P_s = 238,64 \text{ Pa}}$$

Et la perte de charge totale :

$$\boxed{\Delta P = \Delta P_l + \Delta P_s = 252,8 \text{ Pa}}$$

Faute de rupture de stock sur l'acier inoxydable, on n'a pas pu mettre à terme la réalisation de notre nouvel alambic. Et par conséquent, nous avons été obligés de faire la pratique avec l'alambic de petite capacité modifié.

3ème PARTIE :

APPLICATION A L'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES D'*HELICHRYSUM GYMNOCEPHALUM* ET D'*ATHANASIA BROWNII*

Chap. 07 : Optimisation de l'extraction d'huile essentielle *d'Helichrysum gymnocephalum*

I- Description, propriétés et utilisations de la plante

I-1- *Description de la plante : [16], [18], [28], [37], [46]*

I-1-1- Récolte:

La période de récolte doit se faire en période de croissance végétative de la plante, moment où le végétal est le plus concentré en « essence », cette période de croissance est du mois de Septembre jusqu'au mois de Juin ; et la floraison s'étale du mois de Février au mois d'Avril (pendant la saison de pluie). La récolte se fait par cueillette manuelle ou mécanique des feuilles.

I-1-2- Ecologie de la plante et répartition géographique : [10], [21]

L'*Helichrysum gymnocephalum* est une plante endémique de notre île. Généralement, cette plante vivace est très fréquente sur les hauts-plateaux de Madagascar, elle pousse :

- ☞ Dans les rocallles siliceuses, les talus et endroits secs (cas d'Ankazobe : le Tampoketsa)
- ☞ dans les forêts des hautes terres centrales de Madagascar
- ☞ Au bout des rivières (Ambohitrolomahitsy et Sadabe),
- ☞ Dans les zones humides en moyenne altitude (Moramanga),
- ☞ Au milieu de la végétation éricoïde des sommets, dans le massif du Tsaratanana (au Nord), le massif de l'Andringovalo (à l'Est du Lac Alaotra) ou le massif de l'Ankaratra (au Sud d'Antananarivo)

Pour la notre, la plante a été cueillie à 41 km d'Ankazobe, à 135 km au Nord d'Antananarivo, dans l'immense plateau du Tampoketsa, à environ 1300 à 1800m d'altitude.

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

Une abondance en Rambiazina a été remarquée à une altitude de 1500m, à une latitude 18°06'11.43s (S) et à une longitude 47°10'5 8.74s (E) ; nous avons remarqué l'absence du végétal à une altitude en-dessous de 1200m.

Cette région jouit d'un climat tropical d'altitude avec des moyennes annuelles de 1500 mm de précipitation et de 16°C de température environ.

I-1-3- Biosystématique du Rambiazina :

L' *Helichrysum gymnocephalum* (DC) H. Humbert fait partie de la famille des Asteraceae [Bercht&J. Presl (1920)] ou des Compositeae [Giseke (1792)], qui, avec plus de 20000 espèces réparties en 1500 genres, forment la plus grande famille de plantes dicotylédones du règne. Un très grand nombre des végétaux de cette famille sont aromatiques dont le genre *Helichrysum* (du grec « helios » : soleil et de « chrysos » : or). On estime environ 600 espèces du genre *Helichrysum*.

Selon la classification de Cronquist, elle est classifiée botaniquement comme suit :

Règne : Végétal

Sous-règne : Tracheobionta

Division : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsidae

Sous-classe : Asteridae

Ordre : Asterales

Famille : Asteraceae ou Compositeae

Genre : *Helichrysum*

Espèce : *gymnocephalum*

I-1-4- Dénominations

⌚ Noms vulgaires :

- ✖ Immortelle, immortelle à tête nue, Hélichryse à capitules nus (Français)
- ✖ Everlasting (Anglais)

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

⌚ Noms vernaculaires :

- ✖ Rambiazina vavy
- ✖ Rambiasina, Rambiazina
- ✖ Manitranketsany

I-1-5- Description botanique

C'est un arbuste aromatique de 0.5 à 4 m de hauteur, ayant des rameaux ultimes couverts d'un fin duvet blanchâtre. Les feuilles avec trois nervures principales en dessous sont lancéolées et longuement atténuées vers la base en pétioles courts, couvertes sur les deux faces d'un tomentum aranéux, elles sont plus larges que celles de l'Hélichryse mâle. La face supérieure des feuilles est de couleur vert vif, tandis que la face inférieure est vert-gris pâle, et la tige est jaune.

Les capitules homogames sont petits (de 3 à 4m), serrés en petits glomérules aux sommets des corymbes. L'involucre possède des bractées régulièrement imbriqués, tomenteuses et de couleur jaune soufre pour certaines. Les fleurs sont toutes homogames.



Figure 29: Cliché du Rambiazina de la région du Tampoketsa

I-2- Propriétés et utilisation de la plante :

Le « Rambiazina vavy » produit une essence obtenue par distillation des feuilles et des sommités fleuries. Selon le Dr Ch. Ranaivo (1932), cette plante jouit de propriétés analgésiques, antiseptiques, anti-inflammatoires, astringentes, désinfectantes, désodorisantes, carminatives, stomachiques et toniques. Selon le Dr D. Pénoel, elle est particulièrement efficace dans les asthmes et rhinites allergiques des enfants et sujets sensibles. Son taux élevé en 1,8-cinéole lui confère la propriété expectorante et respiratoire. Ces feuilles servaient également pour embaumer les morts.

Elle est surtout utilisée à usage externe : par voie cutanée pure ou diluée, par massage et friction sur le thorax, par inhalation, olfaction, diffusion atmosphérique, bain et à usage interne : par voie orale.

Dernièrement a été découvert par Afoulous S. et coll., l'activité cytotoxique, antimalariale et antioxydante de l'huile essentielle d'*Helichrysum gymnocephalum*.

II- Etudes antérieures sur les variabilités chimiques de l'huile [2],

[4], [8], [10], [11], [20]

L'analyse des données de la littérature nous informe qu'il existe une importante variabilité chimique de l'huile essentielle.

(1) En 1998, la composition chimique de l'huile essentielle de Rambiazina a été passée en revue par Lawrence. Trois études sur l'huile ont été décrites par trois chercheurs dont Medici et coll. Theron et coll. et Möllenbeck et coll.

(2) Selon la publication dans Flavour and Fragrance Journal le 14 Juillet 2000 sur les constituants de l'huile essentielle de six espèces d'*Helichrysum* de Madagascar, le végétal extrait le mois de Mars 1997, à Anjozorobe, avec un rendement $R_1 = 0,41\%$, contient 83,2% de monoterpènes dont 60% de 1,8-cinéole, et 10 sesquiterpènes représentant 8,8% de la composition totale.

(3) Selon le Dr. Jean-François Cavalli, l'analyse de cette huile, après chromatographie sur colonne ouverte de silice (de type « flash »), a conduit à

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

l'identification de quarante sept (47) composants, représentant 96,8% de la composition chimique globale.

(4) Selon la publication sur « la composition chimique et l'activité cytotoxique, antimalariale, antioxydante de l'*Helichrysum gymnocephalum* » par Afoulous S. et coll., vingt trois (23) composés ont été identifiées dont les majoritaires sont :

- 47,4% de 1,8-cinéole
- 5,6% de bicyclosesquiphellandrène
- 5,6% de Y-curcumène
- 5,1% de α -amorphène
- 5% de bicyclogermacrène

Le rendement étant de 0,12%.

(5) Selon le Dr. D. Pénœl dans l'Aromathérapie exactement, les principes actifs de l'huile sont :

- Monoterpènes (majoritaire)
- Sesquiterpènes
- Aldéhydes terpéniques
- Oxydes terpéniques

Résumons dans le tableau ci-dessous la variabilité de la composition chimique de cette huile :

Tableau 3: Comparaison de la variabilité de l'huile essentielle de l'*Helichrysum Gymnocephalum*

	(1)		(2)	(3)	(4)	(5)	
1,8-cinéole	14,16-17,2	14,1-20,4	66,7	59,7	59,7-66,3	47,4	14-42
α-pinène	-	-	2,5	4,9	4,4-3,6	-	4-5
β-pinène	6,4-8,2	3,1-10,6	2,7	3,3	2,6-3,3	-	8-11
limonène	-	-	-	1,7	-	-	25-40
sabinène	-	-	-	1,4	-	-	-
Terpinène-4-ole	-	-	-	2,6	2,8-33	-	-
(E)-caryophyllène	9,9-12,7	1,2-9,5	3,3	1,6	-	-	7-10

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

Bicycloses qui phellandrène	-	-	-	-	-	5,6	-
γ-curcumène	-	-	-	-	-	5,6	-
α-amorphène	-	-	-	-	-	5,1	-
Bicyclogerma crène	-	-	-	-	-	5	-
bornéol	10,4- 16,2	-	-	-	-	-	-
eugénol	2,2-13,5	-	-	-	-	-	-
3-éthyl-2,5-diméthylhexa né-1,3-diène	-	2,8-17,2	-	-	-	-	-
α-farnésène	-	1,8-12,7	-	-	-	-	-
α-humulène	-	0,6-13,2	-	1,8	-	-	9-15
p-cymène	-	-	2,3	6,3	3,6-6,4	-	-
citronellal	-	-	-	-	-	-	5
α-terpinéol	-	-	-	1,2	-	-	-
Caryophyllène oxyde	-	-	-	1,6	-	-	-

Nous remarquons que malgré les variations quantitatives et qualitatives parfois importantes de la composition chimique, **1,8-cinéole** reste toujours le **composé majoritaire** de l'huile essentielle de *Helichrysum gymnocephalum* et cette huile est très riche en composés monoterpéniques.

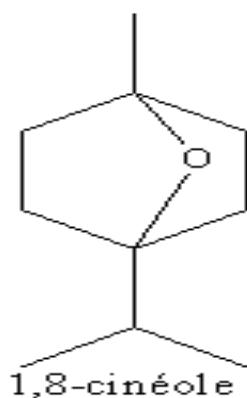


Figure 30: Structure du 1,8-cinéole

III- Extraction de l'huile essentielle d'*Helichrysum gymnocephalum* sur l'alambic de départ

Plante: Helichrysum gymnocephalum (Rambiazina vavy)

Date de récolte : 12 Février 2012

Partie distillée : Feuilles fraîches

Masse (matière végétale) : 5000g

Masse d'huile obtenu : $m_{HE \ obt} = 9,1760\text{g}$

Rendement : $R=0,183\%$

Quantité de distillat obtenu : $V_{distillat \ tot} = 7,000 \text{ L}$

Durée de distillation : 3h

IV- Etude cinétique d'extraction sur l'alambic modifié:

IV-1- *Définition:*

La cinétique d'extraction consiste au prélèvement du distillat à intervalles de temps réguliers. Chaque mélange obtenu se distingue par son volume et son pourcentage en huile essentielle.

IV-2- *A partir des feuilles fraîches :*

Voici les données caractéristiques de l'extraction pratiquée :

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holinaaina

Plante : *Helichrysum gymnocephalum* (Rambiazina vavy)
Date de récolte : 07 Mars 2012
Partie distillée : Feuilles fraîches
Masse (matière végétale) : 4700g
Prélèvement du distillat : toutes les 30 minutes
Masse d'huile obtenu : $m_{HE} \text{ obt} = 9,8167\text{g}$
Rendement : $R=0,209\%$
Quantité de distillat obtenu : $V_{\text{distillat tot}} = 7,700 \text{ L}$
Durée de distillation : 4h

Tableau 4: Résultat de la cinétique d'extraction des feuilles fraîches

	1	2	3	4	5	6	7	8
Début	9h45	10h15	10h45	11h15	11h45	12h15	12h45	13h15
Fin	10h15	10h45	11h15	11h45	12h15	12h45	13h15	13h45
Durée [mn]	30	30	30	30	30	30	30	30
$m_{HE} [\text{g}]$	0,7782	8,2052	0,2259	0,3006	0,0430	0,1315	0,1254	0,0069
$V_{\text{distillat}} [\text{l}]$	1,050	1,400	1,050	1,000	0,800	1,200	0,800	0,400
Aspect distillat	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Trouble	Trouble
Aspect HE	Limpide				Limpide	Limpide	Trouble	Trouble
Couleur HE	Jaune							
Odeur HE	Fraîche et camphrée							

La prise de la quantité de distillat à chaque demi-heure a permis d'obtenir la courbe suivante, déterminant la cinétique d'extraction de l'huile essentielle du Rambiazina.

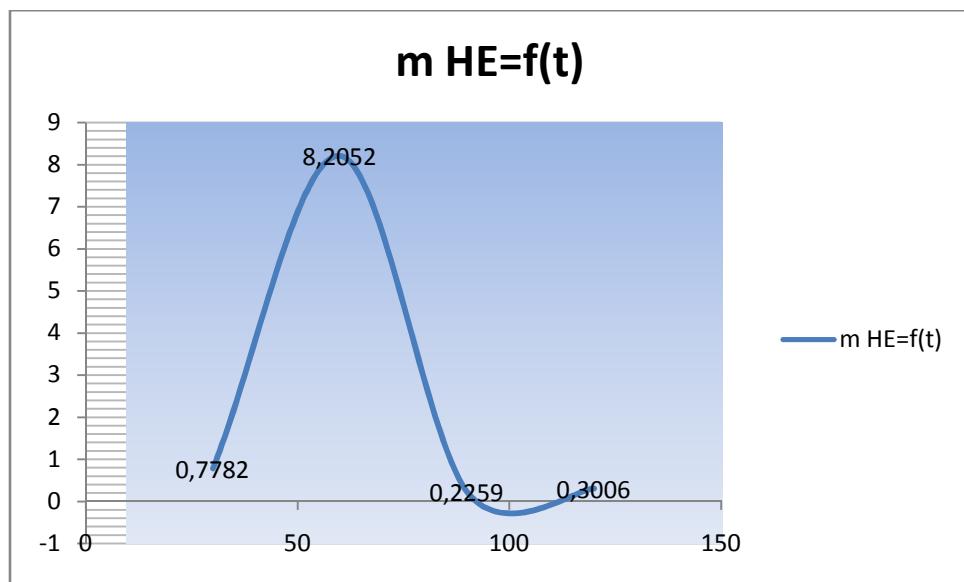


Figure 31: Cinétique d'extraction de l'huile essentielle de Rambiazina en fonction du temps

Analyse qualitative de l'huile :

Aspect : limpide

Couleur : jaune

Odeur de l'huile essentielle : fraîche et camphrée

Indice de réfraction : $\eta = 1,4607$

Densité : $d = 0,957$

Pouvoir rotatoire : $\alpha_d^t = -3^\circ$

Les résultats des analyses par chromatographie en phase gazeuse, déterminé à l'aide de l'injection d'EMAG, effectuée au Laboratoire d'Analyse des Huiles Essentielles sont résumés par le tableau ci-dessous :

Tableau 5: Composition chimique centésimale des fractions d'huile essentielle de Rambiazina obtenue par la cinétique de distillation

constituants	HG1 [%]	HG2 [%]	HG3 [%]	HG4 [%]
α -thujène	0,33	0,129	0,093	0,172
α -pinène	4,624	2,622	5,037	5,105
α -fenchène	-	0,029	-	-
camphène	0,083	0,054	0,096	0,095
β -pinène	3,139	2,938	3,731	3,806
sabinène	2,107	1,782	2,143	1,84

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

β-myrcène	1,577	1,533	1,864	1,99
α-terpinène	1,004	1,099	1,401	1,717
limonène	-	0,761	1,175	1,316
1,8-cinéole	67,818	70,809	55,494	46,267
γ-terpinène	3,234	3,465	4,494	5,241
€-β- ocimène	0,1	-	-	-
Trans-β-ocimène	-	-	0,201	0,182
p-cymène	1,596	1,542	2,06	2,271
terpinolène	0,422	0,495	0,663	0,781
δ-élémène	0,112	0,06	0,047	-
α-copaène	0,093	0,077	0,151	0,216
linalol	0,545	0,394	0,443	0,43
β-élémène	-	0,037	0,043	0,053
€-β-caryophyllène	1,144	1,003	2,047	2,942
Terpinène-4-ol	2,325	2,252	2,528	2,32
α-humulène	1,194	0,984	2,096	3,16
α-terpinéol	0,684	0,613	0,816	0,726
β-sélinène	1,892	0,363	1,591	1,068
δ-cadinène	0,874	0,735	1,556	2,347
Oxyde de caryophyllène	0,375	0,311	0,798	1,242
méthyleugénol	0,084	0,084	0,239	0,399
Trans-neuridol	0,149	0,135	0,373	0,635
eugénol	0,093	0,093	0,256	0,437
Total des composés identifiés connus	96,007	94,399	91,436	86,758
Composants inconnus	4,403	5,596	8,563	13,679
TOTAL	100,101	99,995	99,997	100,437
Nombre de composés identifiés	25	27	27	26

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

Les chromatogrammes ci-dessous des 4 fractions de l'huile essentielle montrent les constituants qu'elles contiennent respectivement ainsi que leur abondance dans chaque fraction.

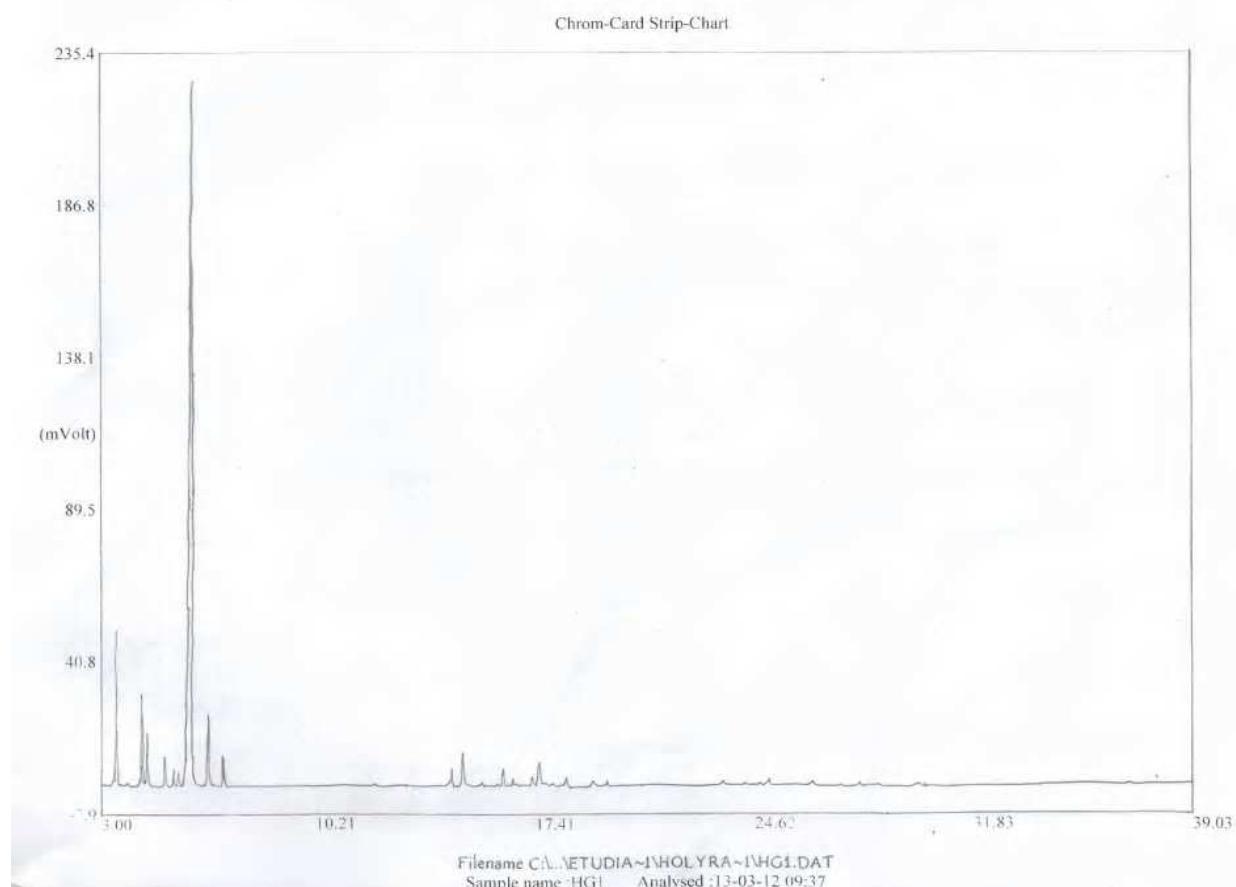


Figure 32: Chromatogramme de la fraction 1

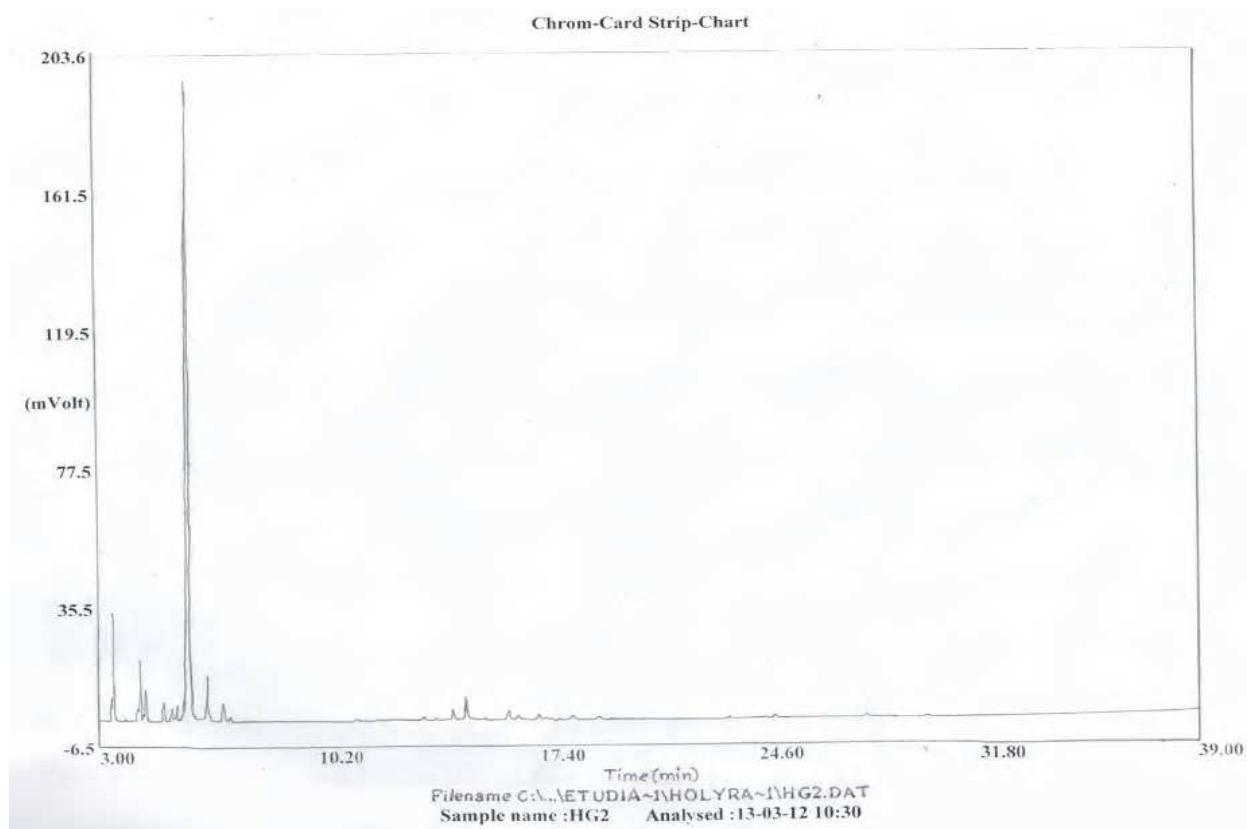


Figure 33: Chromatogramme de la fraction 2
Chrom-Card Strip-Chart

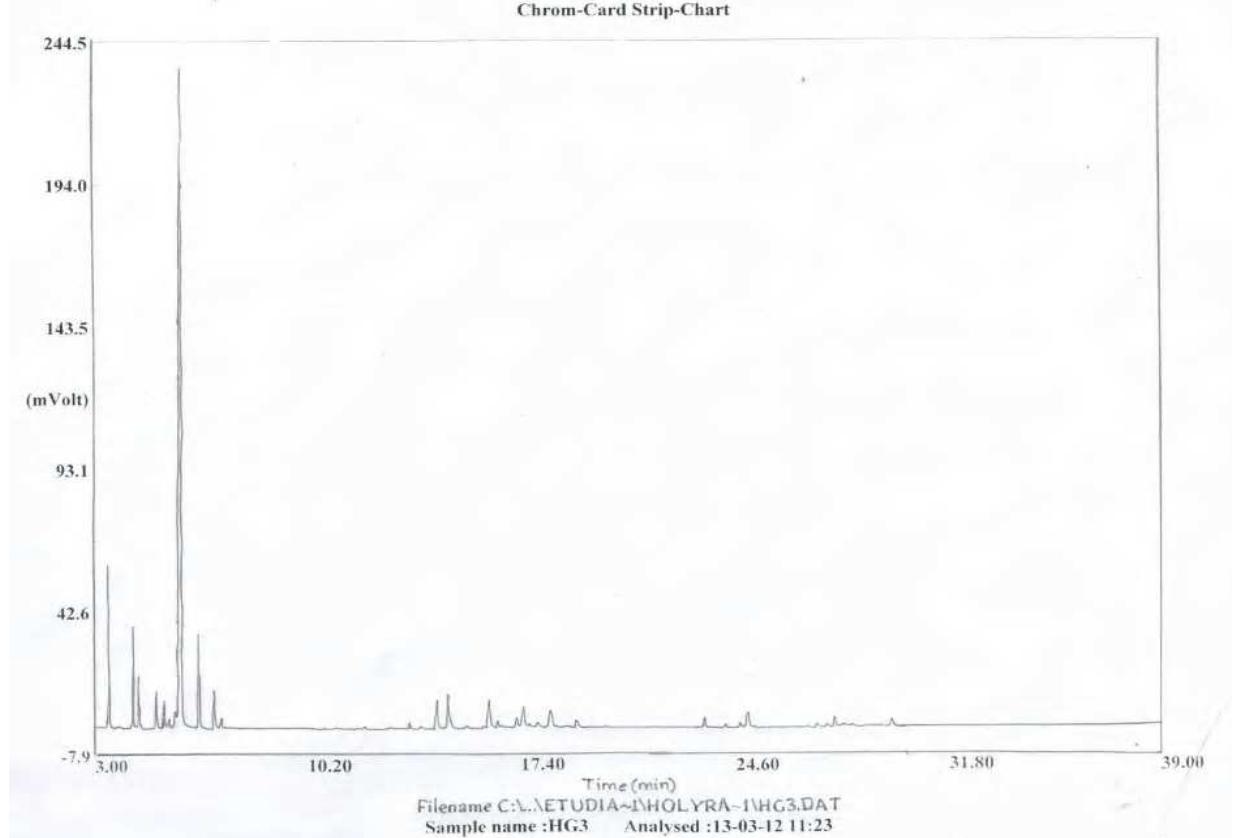


Figure 34: Chromatogramme de la fraction 3

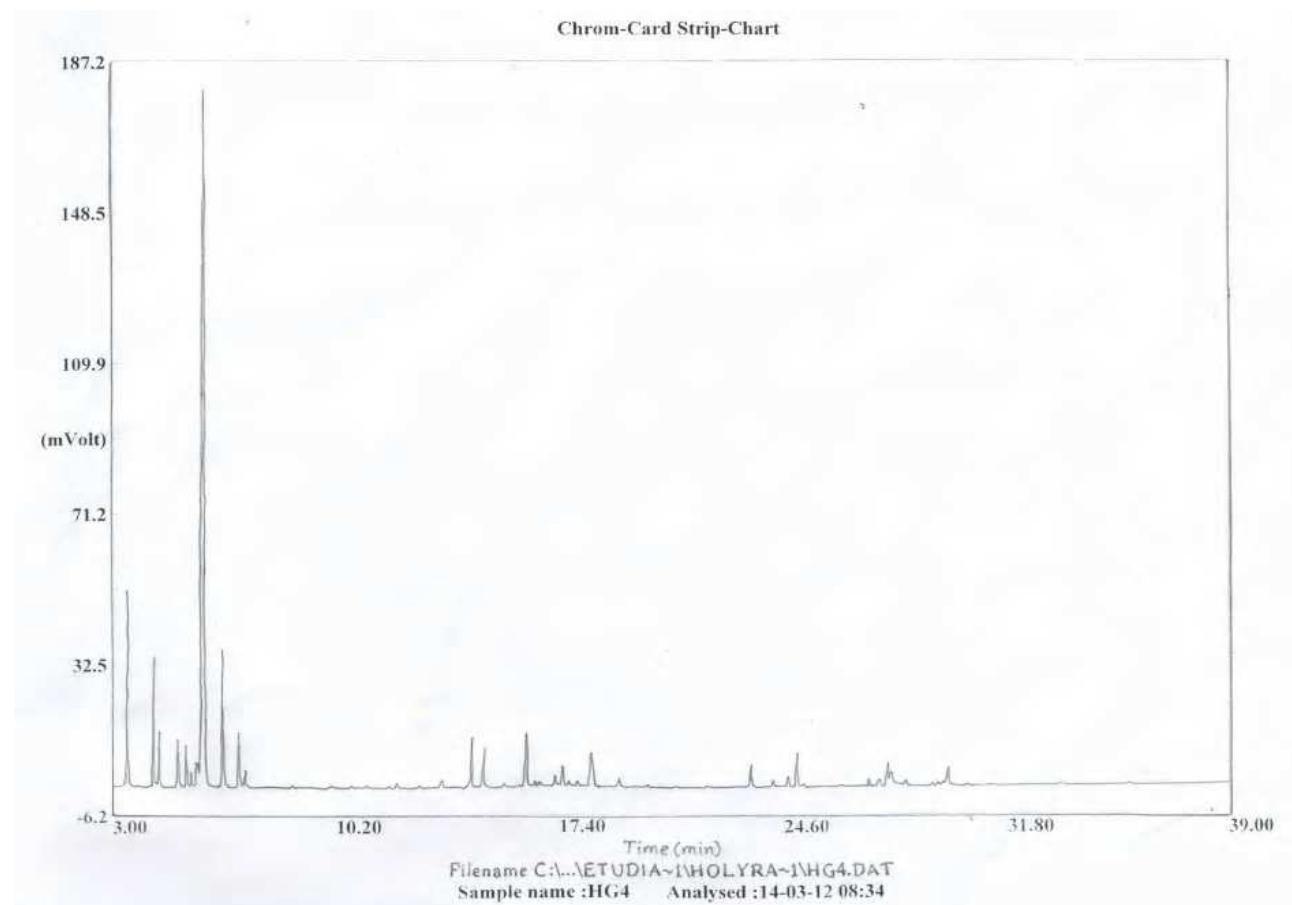


Figure 35: Chromatogramme de la fraction 4

IV-3- Discussion:

- ✓ Sur l'alambic de départ, une distillation de 3 heures a donné un rendement de 0,183%, tandis qu'en l'améliorant, on a obtenu un rendement de 0,209% durant 2 heures.

L'extraction sur l'alambic modifié nous permet d'affirmer que :

- ✓ La quantité obtenue en huile essentielle diminue en fonction du temps.
- ✓ Le distillat devient trouble après trois heures de distillation. La durée de distillation a donc été optimisée à **deux heures** pour économie de temps, d'énergie et pour assurer une meilleure qualité de l'huile obtenue.
- ✓ Les principaux constituants caractérisant les 4 fractions HG₁, HG₂, HG₃ et HG₄, analysés par CPG sont :
 - 1,8-cinéole : variant de 46,27 à 70,81%
 - α-pinène : de 2,62 à 5,10%

- β -pinène : de 2,94 à 3,81%
- sabinène : de 1,78 à 2,14%
- β -myrcène : de 1,53 à 1,99%
- Y-terpinène : de 3,23 à 5,24%
- p-cymène : de 1,54 à 2,27%
- terpinène-4-ol : de 2,32 à 2,53%
- α -humulène : 0,98 à 3,16%
- δ -cadinène : 0,735 à 2,35%

On peut en déduire que ces quatre fractions sont identiques vu d'un aspect qualitatif. Les composés monoterpéniques forment 71,78% à 89,26% de la composition totale, ils sont majoritaires. Ensuite, s'en suit la fraction sesquiterpénique, représentant 4 à 6,23%. En effet, certaines molécules comme α -fenchène, limonène, (E)- β -ocimène, trans- β -ocimène et β -élémène n'existe que dans certaines fractions, mais à un pourcentage minime inférieur à 0,2% sauf pour le limonène qui est à 1,316% dans HG₄.

Du point de vue quantitatif, la quantité en composés obtenus varie avec le temps. On récupère le maximum de 1,8-cinéole dans la fraction HG₂. La concentration d'autres composés comme le limonène, le p-cymène, le β -myrcène croient régulièrement en fonction du temps.

IV-4- A partir des feuilles partiellement séchées :

Cette expérience a servi pour la comparaison des caractéristiques physico-chimiques du végétal partiellement séché (à l'abri du rayonnement solaire) par rapport au végétal frais.

Voici les données concernant cette extraction.

Plante : *Helichrysum gymnocephalum*.

Date de récolte : 07 Mars 2012

Partie distillée : Feuilles partiellement séchées

Masse (matière végétale) : 3200g

Durée de la distillation : 1h30

Prélèvement du distillat : Toutes les 30 minutes

Masse d'huile obtenue : $m_{HE} = 7,6211g$

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holinaina

Rendement : $R = 0,238\%$

Quantité de distillat obtenu : $V_{\text{distillat tot}} = 3,500 \text{ L}$

Tableau 6: Résultat de la cinétique d'extraction des feuilles partiellement séchées

	1	2	3
Début	09h05	09h35	10h05
Fin	09h35	10h05	10h35
Durée [min]	30	30	30
m_{HE} [g]	7,4354	0,1857	-
$V_{\text{distillat}}$ [L]	1,5	2	2
Aspect distillat	trouble	trouble	Limpide
Aspect HE	trouble	trouble	-
Couleur HE	Jaune orangé	-	-
Couleur HE après filtration	Orangé pâle	-	-
Odeur HE	camphrée	camphrée	-

La quantité d'huile obtenue varie en fonction du temps, selon la courbe suivante :

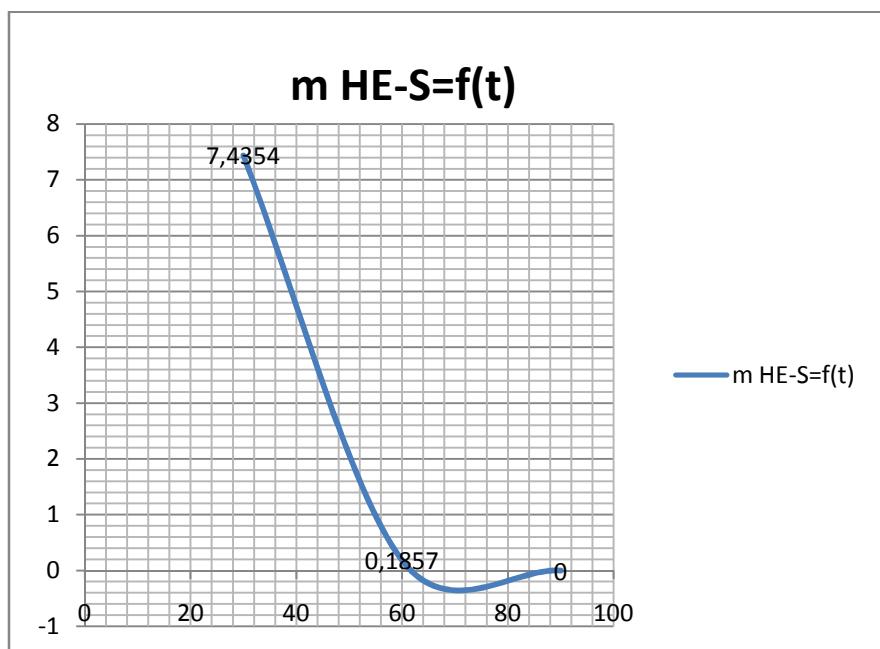


Figure 36: Variation de la masse d'huile essentielle en fonction du temps

Analyse qualitative :

- ✓ **Aspect** : trouble puis limpide après décantation et filtration
- ✓ **Couleur** : marron puis orange pâle
- ✓ **Odeur HE** : camphrée
- ✓ **Indice de réfraction** : $\eta_s = 1,4605$
- ✓ **Densité** : $d_s = 0,999$
- ✓ **Pouvoir rotatoire** : $\alpha_d^t = \text{indéfini}$ (la source lumineuse n'y passe pas)

Soient HE : l'huile extraite du végétal frais, et HE-S l'huile extraite du végétal partiellement séché.

La comparaison des propriétés organoleptiques et des indices physiques de l'huile extraite des feuilles fraîches par rapport à celles des feuilles partiellement séchées se résume comme suit :

Tableau 7 : Caractéristiques physico-chimiques comparées des 'huiles essentielles de l'*Helichrysum Gymnocephalum* respectivement fraîche et partiellement séchée

	HE	HE-S
rendement	0,209%	0,238%
Durée de distillation	2h	1h
Couleur de l'huile	Jaune	Jaune orangée
Aspect	limpide	trouble
Odeur de l'huile	Fraîche et camphrée	camphrée
Densité	0,957	0,999
Pouvoir rotatoire	-3°	indéfini
Indice de réfraction	1,4607	1,4605

- ✓ Les résultats des analyses par CPG ainsi que le profil chromatographique, effectués au Laboratoire d'Analyse des Huiles Essentielles, sont donnés dans le tableau ci-dessous, comparés à ceux du végétal frais :

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

Tableau 8: Compositions chimiques centésimales comparées de l'huile essentielle des feuilles fraîches et des feuilles partiellement séchées du Rambiazina

Constituants	HG2 [%]	HG-S [%]
α-thujène	0,129	0,522
α-pinène	2,622	3,235
α-fenchène	0,029	-
camphène	0,054	0,052
β-pinène	2,938	3,299
sabinène	1,782	1,252
β-myrcène	1,533	1,112
α-terpinène	1,099	0,818
limonène	0,761	0,639
1,8-cinéole	70,809	70,984
γ-terpinène	3,465	3,109
(E)-β-ocimène	-	-
Trans-β-ocimène	-	-
p-cymène	1 ,542	1,183
terpinolène	0,495	0,536
δ-élémène	0,06	0,271
α-copaène	0,077	-
linalol	0,394	0,671
β-élémène	0,037	1,107
(E)-β-caryophyllène	1,003	-
Terpiène-4-ol	2,252	2,008
α-humulène	0,984	1,187
α-terpinéol	0,613	0,510
β-sélinène	0,363	0,272
δ-cadinène géraniol	0,735	1,206
Oxyde de caryophyllène	0,311	0,353
méthyleugénol	0,084	-
Trans-neuridol	0,135	0,776
eugénol	0,093	-

Composants inconnus	5,596	4,895
TOTAL	99,995	99,997
Nombre de composés identifiés	27	19

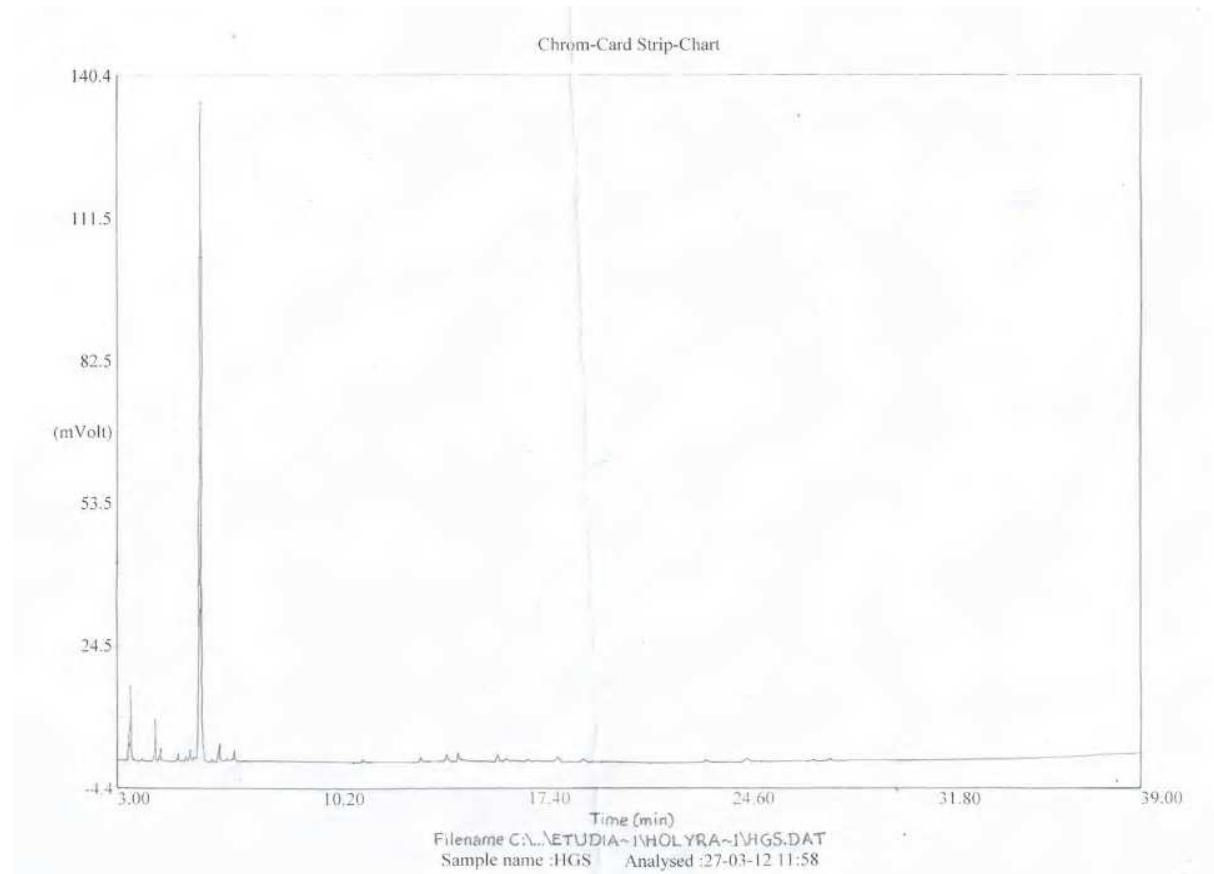


Figure 37: Chromatogramme de l'extrait partiellement séché HG-S

IV-5- Interprétation

- ✓ Les indices physiques et le profil chromatographique nous montrent qu'on est en présence de la même huile.
- ✓ De plus, à la troisième demi-heure, on ne récupère plus d'huile, d'où l'optimisation de la distillation du végétal partiellement séché à une (1) heure. Du point de vue économie de temps et d'énergie, et ayant le même rendement que l'extrait frais, la distillation des feuilles partiellement séchées est rentable pour l'obtention d'huile essentielle de Helichrysum Gymnocephalum.

Cependant, nous constatons que l'huile essentielle obtenue est trouble. Et l'aspect trouble de cette huile a été une objection sur la détermination du pouvoir rotatoire de l'huile HE-S. La source lumineuse n'y passe pas.

V- Analyse, et comparaison

- ✓ On note une amélioration considérable de l'extraction après modification de l'alambic: avant l'optimisation, une extraction de trois heures donne un rendement de 0,183%, tandis qu'après la modification, une extraction de deux heures de temps donne un rendement de 0,209%.
- ✓ L'utilisation du strict nécessaire en eau de chaudière pour la distillation permet de diminuer la consommation de combustible.
- ✓ Tant du point de vue quantitatif que qualitatif, les deux huiles de l'extrait frais et de l'extrait partiellement séché sont à peu près les mêmes. Le rendement en extrait partiellement séché est légèrement supérieure, mais avec un temps de distillation plus court : 0,238% pour une heure d'extraction contre 0,209% en deux heures d'extraction pour l'extrait frais. Cependant, l'huile essentielle du premier est trouble, et le pouvoir rotatoire n'a pas pu être déterminé.
- ✓ Remarquons qu'après décantation d'environ 10 jours, l'huile de l'extrait partiellement séché devient limpide.

Chap. 08 : Extraction et étude de la composition chimique de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*

I. Description de la plante [16], [19], [28], [37], [46]

I.1.Récolte

La période de récolte doit se faire en pleine saison de pluie, c'est-à-dire en période de croissance végétative : du mois de Novembre au mois de Mai. La récolte a été effectuée à Ambatofotsy Antananarivo, de latitude 19°05' Sud et de longitude 47°33' Est, route du Sud, à 1h de route partant de la ville, à une altitude de 1600 m. Et la floraison s'étale du mois d'avril au mois de septembre.

I.2.Ecologie et répartition géographique du végétal

Selon H. Humbert, cette plante est localisée dans l'Imerina et le pays Betsileo : aux environs de Marinarivo, dans le Massif de l'Ankaratra, dans le Massif d'Andringitra, dans le district d'Ambatofinandrahana, à Betroka.

Selon Schatz et al. dans « Catalogue of the Vascular Plants of Madagascar », elle se localise généralement dans les hautes terres centrales de la grande île, à une altitude allant de 1500m à 2200m. Les premières découvertes furent effectuées par ROUSSON en 1899 à Itasy (Antananarivo), puis par H. Perrier de la Bâthie en 1912, à Haute-Matsiatra (Fianarantsoa), à une altitude de 1600m et en 1913 à Vakinankaratra à une altitude de 2200m. Jean-Henri HUMBERT à découvert, en 1955, l'existence de cette plante à Amoron'i Mania, à une altitude de 1500 à 1700m.

L'*Athanasia brownii* ne pousse que sur les endroits rocaillieux (sur sol siliceux) un peu humide, de préférence au bord des dépressions marécageuses ou de ruisselets.

I.3.Biosystématique de la plante

L'*Athanasia brownii* (Hochr) ou *Inulanthera brownii* (Hochr.) Källersjö est une plante endémique malgache n'ayant pas encore été objet de toute recherche

scientifique. Elle fait aussi partie de la famille des Asteraceae du genre *Inulanthera* ou *Athanasia*. Le genre *Inulanthera* comprend 10 espèces.

Athanasia est un nom grec qui veut dire « immortalité » en français.

Selon la classification de Cronquist, elle est classifiée botaniquement comme suit :

Règne	: Plantae (plante vasculaire)
Sous-règne	: Tracheobionta
Embranchement	: Spermatophyta (plantes à graines)
Sous-embranchement	: Angiospermeae (plantes à fleurs)
Division	: Magnoliophyta
Classe	: Magnoliopsidae
Sous-classe	: Asterideae
Ordre	: Asterales
Famille	: Asteraceae ou Compositeae
Sous-famille	: Asteroideae
Tribu	: Anthemideae
Genre	: <i>Inulanthera</i>
Espèce	: <i>brownii</i>

1.4.Dénominations

On l'appelle communément kelimavitrika, mampajengy, ramijaingy, ramizengy.

1.5.Description botanique de la plante

C'est une plante suffrutescente (6 à 10 dm) à rameaux dressés, striés, munis d'un tomentum aranéieux lâche et caduc. Feuilles alternes à contour spatulé (de 25-30 x 8-10mm), présentant dans le haut 5 à 7 dents obtuses larges et profondes, à limbe fortement atténué (subpétiolé) et entier dans les 4/5 ou 2/3 inférieures, à mince tomentum grisâtre-argenté très apprimé sur les 2 faces, rapprochées (bien plus longues que les entre-nœuds). Les capitules de 5*3 mm de diamètre sont à pédoncules courts. L'involucre est obconique –campanulé à bractées nombreuses graduellement imbriquées, lancéolées- aigües ou subaigües, à marge scarieux finement fimbriée, un peu aranéuses et munies de glandes sessiles ; les fleurs sont

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

toutes tubuleuses, femelles, jaunes. Les akènes sont glabres à 10 côtes prolongées en écaille au sommet.



Figure 38: Cliché de l'*Athanasia brownii*

II. Propriétés et utilisations en médecine traditionnelle **[31], [38], [50]**

On consomme le kelimavitrika sous forme de tisane. Cette plante est généralement indiquée pour les enfants qui ont besoin d'équilibrer le taux de sucre dans leur sang. Pour les moins de 2 ans, une cuillère à soupe au quotidien de cette tisane suffit.

On le mélange soit avec *Smilax kraussiana* = avoatra et *Senecio canaliculatus*, soit avec le *Cynanchum sp.* = vahitsiafototra.

Quelques analyses de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii* au laboratoire de l'Université de Camerino ont montré sa cytotoxicité envers les cellules tumorales, ainsi que son effet antioxydant et antimicrobien.

III. Extraction et analyse de l'huile obtenue

III-1- Extraction des feuilles fraîches du végétal

Plante: *Athanasia brownii*

Date de récolte : 08 Juillet 2012

Partie distillée : feuilles fraîches

Masse (matière végétale) : 4000g

Masse d'huile obtenu : $m_{HE \ obt} = 3,264g$

Rendement : $R=0,0816\%$

Quantité de distillat obtenu : $V_{distillat \ tot} = 5,500 \text{ L}$

Durée de distillation : 2h30

III-2- Analyse de la composition chimique de l'huile essentielle

L'huile essentielle du Ramijaingy a été analysée au laboratoire de l'Ecole de Pharmacie, Université de Camerino (Italie) par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

Tableau 9: Composition chimique de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*

N.	Component ^a	RF ^b	RI calc. ^c	RI lit. ^d		% ^e	ID ^f		
				apolar phase					
				HP-5MS	DB-Wax				
1	α -pinene	1.08	932	1026	939	931	1027	0.6	Std
2	camphene	1.08	945	1070	954	945	1070	0.1	Std
3	sabinene	1.08	971	1124	975	971	1124	0.1	RI,MS
4	β -pinene	1.08	974	1112	979	973	1113	0.2	Std
5	myrcene	1.08	991	1166	990	989	1167	0.4	Std
6	isoamyl isobutyrate	1.45	1017		1009	1017		0.2	RI,MS
7	p-cymene	1.09	1026	1270	1024	1026	1270	0.1	Std
8	limonene	1.08	1030	1198	1029	1028	1198	0.3	Std
9	1,8-cineole	1.40	1032	1211	1031	1032	1211	1.8	Std
10	γ -terpinene	1.08	1061	1247	1059	1062	1247	0.2	Std
11	linalool	1.40	1100	1556	1096	1101	1558	0.4	Std
12	isopentyl 2-methyl butanoate	1.45	1100	1281	1100	1100	1280	0.1	RI,MS

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holiniaina

13	<i>n</i> -nonanal	1.65	1106	1393	1100	1106	1393	Tr ^g	RI,MS
14	<i>n</i> -undecane	0.96	1106		1100	1100		Tr	Std
15	isopentyl isoalate	1.45	1108	1297	1103	1109	1296	0.1	RI,MS
16	borneol	1.40	1164	1700	1169	1164	1700	0.4	Std
17	terpinen-4-ol	1.40	1176	1601	1177	1176	1599	0.3	Std
18	α -terpineol	1.40	1189	1700	1188	1189	1700	0.1	Std
19	isobornyl formate	1.45	1234	1239	1568	1239	1574 ^h	0.1	RI,MS
20	piperitone	1.40	1253	1716	1252	1253	1717	0.1	Std
21	bornyl acetate	1.45	1283	1576	1288	1284	1575	0.2	Std
22	eugenol	1.68	1358	2163	1359	1358	2164	0.1	Std
23	α -copaene	1.05	1370	1484	1376	1370	1485	Tr	RI,MS
24	β -bourbonene	1.05	1377	1509	1388	1377	1510	Tr	RI,MS
25	β -panasinsene	1.05	1389		1382	1385		0.3	RI,MS
26	(E)-caryophyllene	1.05	1409	1586	1419	1410	1587	2.1	Std
27	α -trans-bergamotene	1.05	1432	1580	1434	1432	1586	0.3	RI,MS
28	aromadendrene	1.05	1440	1632	1441	1440	1632	0.1	RI,MS
29	α -humulene	1.05	1445	1658	1454	1445	1658	2.4	Std
30	allo-aromadendrene	1.05	1452	1634	1460	1452	1635	0.3	RI,MS
31	geranyl acetone	1.40	1455	1854	1455	1455	1854	1.3	RI,MS
32	(E)- β -farnesene	1.05	1458	1666	1456	1458	1666	0.1	RI,MS
33	germacrene D	1.05	1471		1485	1473		0.1	RI,MS
34	γ -selinene	1.05	1475	1680		1477	1685	1.1	RI,MS
35	<i>ar</i> -curcumene	1.05	1479	1767	1480	1479	1767	1.5	RI,MS
36	δ -selinene	1.05	1483	1713	1492	1483	1717	0.7	RI,MS
37	β -dihydroagarofuran	1.20	1488	1709	1503	1495 ^h	1706 ^h	0.3	RI,MS
38	α -muurolene	1.05	1494	1716	1500	1494	1716	0.2	RI,MS
39	β -bisabolene	1.05	1504	1721	1505	1504	1720	0.4	Std
40	7- <i>epi</i> - α -selinene	1.05	1507	1749	1522	1514^h		1.2	RI,MS
41	δ -cadinene	1.05	1517	1749	1523	1517	1749	0.8	RI,MS
42	α -agarofuran	1.20	1535	1877	1550	1536 ^h	1861 ^h	0.2	RI,MS
43	α -calacorene	1.05	1535	1901	1545	1528 ^h	1906 ^h	0.2	RI,MS
44	<i>cis</i> -cadinene ether	1.20	1548	1872	1553			0.2	RI,MS
45	β -calacorene	1.05	1558	1945	1568	1548 ^h		0.2	RI,MS
46	palustrol	1.20	1558	1918	1568	1557	1915	0.2	RI,MS
47	(E)-nerolidol	1.20	1564	2049	1563	1564	2049	4.9	Std
48	spathulenol	1.20	1568	2123	1578	1569	2124	0.6	RI,MS
49	caryophyllene oxyde	1.20	1572	1969	1583	1572	1967	8.7	Std
50	viridiflorol	1.20	1592		1592	1592		0.8	RI,MS

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holiniaina

51	humulene epoxyde II	1.20	1597	2026	1608	1598	2026	5.1	RI,MS
52	10- <i>epi</i> -gamma-eudesmol	1.20	1608	2099	1623	1609 ^h	2094 ^h	1.4	RI,MS
53	1,10-di- <i>epi</i> -cubenol	1.20	1620	2061	1619			2.4	RI,MS
54	muurola-4,10(14)-dien-1-β-ol	1.20	1622	2308	1631	1625 ^h		1.1	RI,MS
55	caryophylla-4(12),8(13)-dien-5α-ol	1.20	1622	2288	1640			1.1	RI,MS
56	caryophylla-4(12),8(13)-dien-5β-ol	1.20	1627	2294	1640			1.7	RI,MS
57	α-eudesmol	1.20	1644	2215	1653	1644	2212	1.7	RI,MS
58	selin-11-en-4-α-ol	1.20	1649	2226	1659	1655 ^h		24.6	RI,MS
59	helifolenol A	1.20	1656		1675			0.7	RI,MS
60	(Z)-α-santalol	1.20	1656	2372	1675	1660		0.7	RI,MS
61	M ⁺ 222 69(100) 95(96) 109(87) 179(72) 41(67) 93(60) 137(55) 107(2) 55(2) 67(2)	1.20	1663	2282				4.5	MS ⁱ
62	α-bisabolol	1.20	1679		1685	1680		Tr	RI,MS
63	eudesma-4(15),7-dien-1β-ol	1.20	1685	2299	1688			0.9	RI,MS
64	(Z)-apritone	1.20	1694		1689			0.6	RI,MS
65	cedr-8-en-15-ol	1.20	1697	2375				3.2	MS ⁱ
66	14-hydroxy-α-humulene	1.20	1700		1714			Tr	RI,MS
67	(Z)-α-trans-bergamotol	1.20	1704	2394	1690	1703		1.1	RI,MS
68	(E)-nerolidyl acetate	1.45	1714		1717	1715		0.1	RI,MS
69	(Z)-nuciferol	1.20	1720	2542	1725			0.4	RI,MS
70	(E)-nuciferol	1.20	1740	2577	1756			0.6	RI,MS
71	3,7,11-trimethyl-dodeca-2,6,10-trienoic acid	1.20	1753	2822				0.2	MS ⁱ
72	M ⁺ 220 93(100) 43(50) 133(44) 79(42) 91(40) 119(36) 41(34) 121(33) 120(32) 69(31)	1.20	1759					2.3	MS ⁱ
73	8-cedren-13-ol acetate	1.45	1773		1788			0.5	RI,MS
74	β-bisabolenol	1.20	1783	2562	1789			1.1	RI,MS

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

75	geranylgeraniol	1.43	2166	2829	2201	0.4	MS ⁱ
Total identified (%)						84.4	

74 composés sont identifiés dans l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*, constituant 84,4% de la composition chimique totale, dont :

- Les monoterpènes hydrocarbonés forment 1,8% de la totalité
- Les monoterpènes oxygénés sont de 4,3%
- Les sesquiterpènes hydrocarbonés sont de 11,9%
- **Les 71,2% appartiennent aux sesquiterpènes oxygénés**
- Les esters représentent 1,3%
- D'autres composés forment 0,7% de la composition chimique totale.

Le chromatogramme obtenu est représenté comme suit :

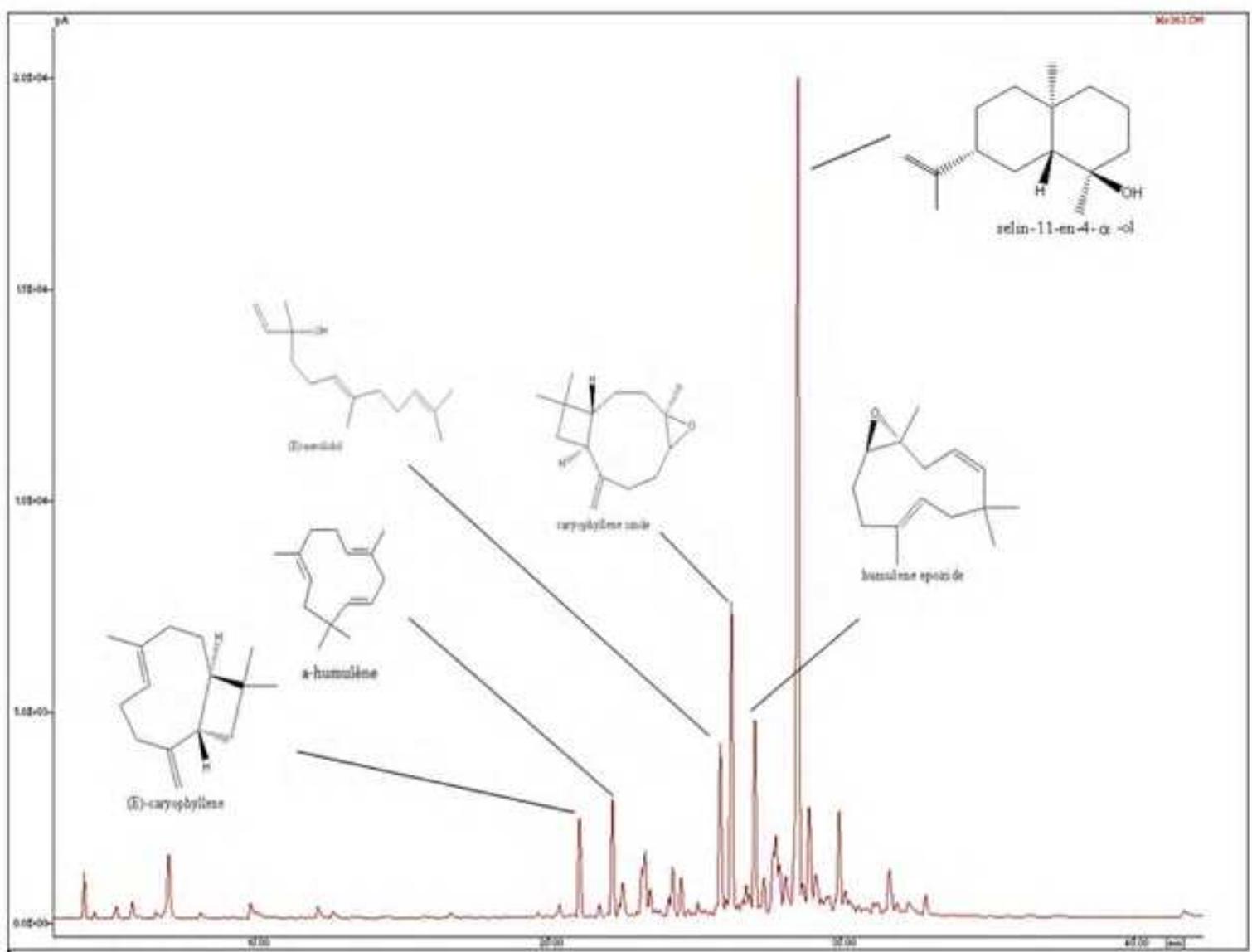


Figure 39: Chromatogramme de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*

IV. Discussion

La composition chimique de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii* est d'une importance capitale. Les composés majoritaires à 71,2% sont les sesquiterpènes oxygénés, dont le selin-11-en-4- α -ol (24,6%), le caryophyllène oxyde (8,7%), l'humulène époxyde II (5,1%), l'E-nérolidol (4,9%) et une molécule non encore connue de masse M⁺ 222 (4,5%).

Les structures de ces composés majoritaires sont les suivants :

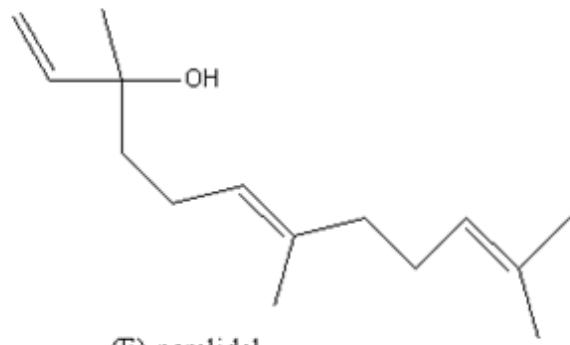
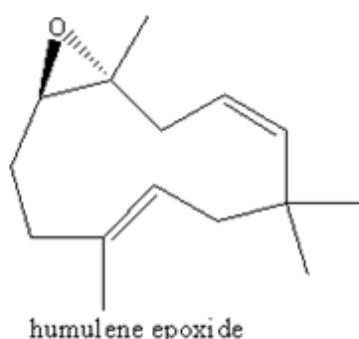
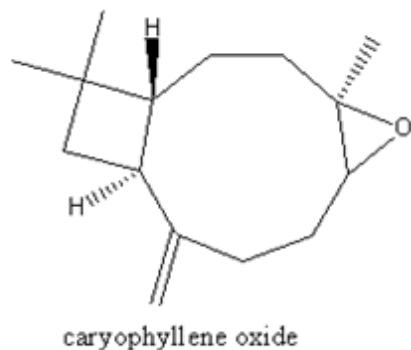
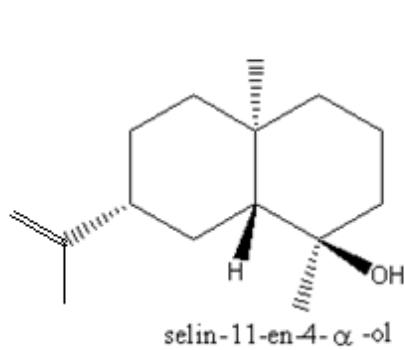
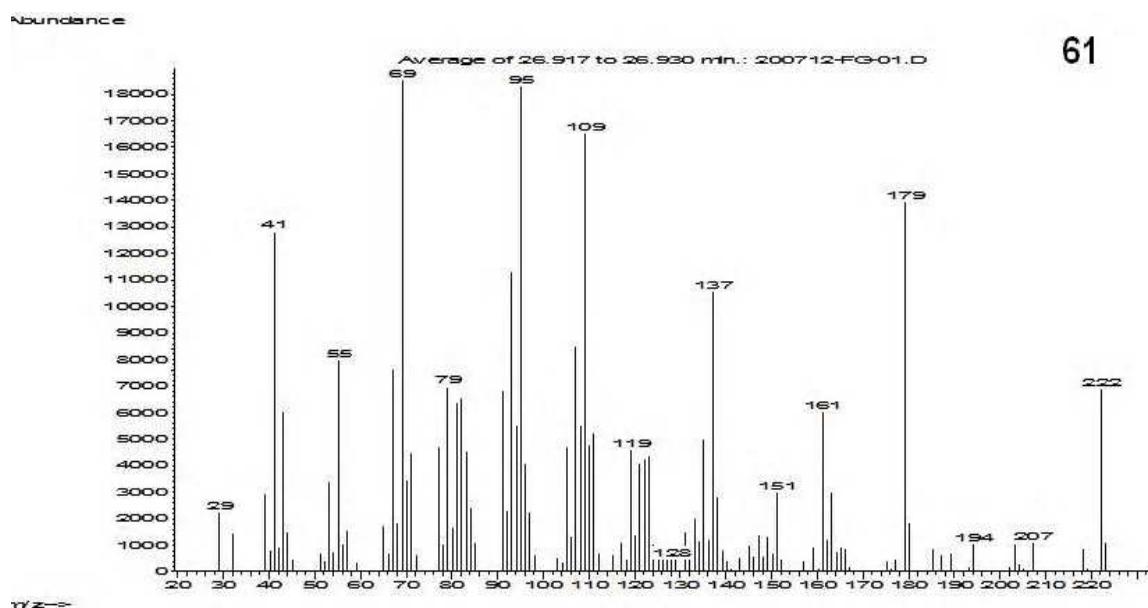


Figure 40: Structure des composés majoritaires de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*

Les spectres de masse des sesquiterpènes oxygénés inconnus dans le Tableau 9 (n°61 et 72) sont représentés ci-dessous :

61



72

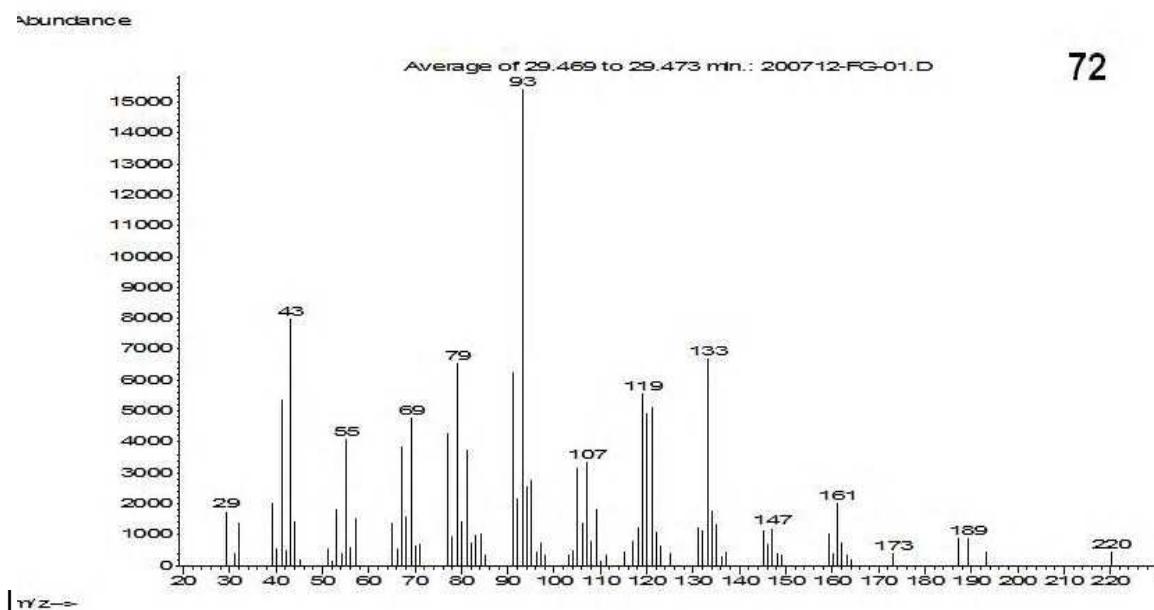


Figure 41: Spectre de masse des composés n°61 et 72 de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*

- ☞ D'après les manipulations antérieures effectuées, il est à remarquer que l'utilisation d'un alambic de grande capacité (200 à 300 kg) est plus performante du point de vue quantitatif. L'extraction sur le petit alambic (6 à 10 kg) donne un rendement de 2,8 mL d'huile par kilogramme de végétal à distiller, pourtant sur l'alambic de grande capacité, un kilogramme de végétal donne 8 mL d'huile essentielle.

Par ailleurs, d'après les récoltes effectuées, l'*Athanasia brownii* est spécifique pour les endroits rocaillieux. Sur ce, il est difficile de trouver de matières végétales en grande quantité. Nous sommes donc contraints d'utiliser l'alambic de petite capacité. Cependant, la quantité d'huile obtenu sur ce dernier n'a pas suffit pour plus d'analyses physico-chimiques et biologiques.

CONCLUSION

Depuis 4 500 ans en Chine, il y a 3 000 ans en Egypte, les hommes faisaient un usage important des plantes aromatiques pour soigner les malades, pour les pratiques magiques et rites religieux et pour la parfumerie. L'utilisation des huiles essentielles était aussi d'une pratique courante chez les Grecs.

L'extraction d'huile essentielle peut s'effectuer suivant plusieurs méthodes mais la distillation par entraînement à la vapeur s'avère plus pratique et plus efficace. Néanmoins, sa manipulation nécessite une grande attention.

Dans ce travail, notre objet d'étude a été l'amélioration d'un ancien alambic de petite capacité et le dimensionnement d'un appareillage de distillation de capacité moyenne pour l'optimisation d'extraction de l'huile essentielle d'*Helichrysum gymnocephalum* ou *Rambiazina vavy* en faisant une étude cinétique de la distillation et l'étude de la composition chimique de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*.

Les extractions ont été effectuées sur l'ancien alambic modifié, car, faute de rupture de stock du matériau de construction, la réalisation n'a pas pu aboutir.

Pour cela, nous avons remarqué un meilleur rendement de 0,209% pour 2h de distillation, au lieu de 0,183% à 3h de distillation, pour l'*Helichrysum gymnocephalum* frais.

L'*Athanasia brownii*, est une plante aromatique qui n'a pas encore été étudiée jusqu'à présent. Dans cette extraction, le rendement a été de 0,0816% pour 2h30 de distillation, et nous avons trouvé comme composé majoritaire le sélin-11-4- α -ol à 24%. Malheureusement, l'insuffisance de matière végétale ne nous a pas permis d'effectuer le calcul des indices physiques et l'activité biologique de l'huile essentielle.

Pour les prochaines recherches, on peut se focaliser sur l'étude approfondie de l'activité biologique de l'huile essentielle d'*Athanasia brownii*, extraite avec le nouvel alambic dimensionné.

REFERENCES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] ADORJAN Barbara, BUCHBAUER Gerhard, "Biological properties of essential oils: an updated review", Flavour and Fragrance Journal, accepted 19 August 2010, published online in Wiley Online Library.
- [2] AFOULOUS Samia, Hicham Ferhout, Emmanuel Guy Raoelison, Alexis Valentin, "Helichrysum gymnocephalum Essential Oil: Chemical Composition and Cytotoxic, Antimalarial and Antioxidant Activities, Attribution of the Activity Origin by Correlations", OPEN ACCESS Molecules, 29 Septembre 2011.
- [3] ANDRIAMAMPIONONA Jonah, RAKOTOVAO Hery Zo, « Contribution à la conception et réalisation d'une unité de distillation sous pression : cas du vétiver », mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur en Génie Chimique, Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo, 1999.
- [4] ANDRIANOELINA Toky Nomenjanahary, « Conception et confection d'un alambic mobile à l'échelon semi-pilote, application à l'extraction des huiles essentielles de quelques plantes », mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur en Génie Chimique, Ecole Supérieure Polytechnique d'Antananarivo, 21 Mars 2008.
- [5] Béatrice Moukarzel, François Couderc and Jalloul Bouajila, "Helichrysum gymnocephalum Essential Oil: Chemical Composition and Cytotoxic, Antimalarial and Antioxidant Activities, Attribution of the Activity Origin by Correlations", molecules 2011, ISSN 1420-3049, 16, 8273-8291, accepted: 23 Sepember 2011, published: 29 September 2011.
- [6] BENSIMON R., Givaudon J., Massot P., " Précis du Génie Chimique". Tome I, Gieper, Paris 1960.
- [7] BERTHAUD Claude, « Production et distribution de la vapeur en IAA », Guide technologique des IAA, Lavoisier, Paris 1990.

RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

- [8] BIGOT Pascal, Cours CIRA 1^{ère} Année, Mécanique des fluides.
- [9] BOUGATSOS Christos, Olipa Ngassapa, Deborah K. B. Runyoro, and Ioanna B. Chinou, Chemical Composition and in vitro Antimicrobial Activity of the Essential Oils of Two Helichrysum Species from Tanzania, November 4, 2003/February 19, 2004 GENRE *HELICHRYSUM*.
- [10] CAVALLI Jean-François, caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMN du carbone-13 d'huiles essentielles de Madagascar, Thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Corse, 17/10/2002.
- [11] CAVALLI Jean-François, Lalasoa Ranarivelo, Michel Ratsimbason, Antoine-François Bernardini and Joseph Casanova ; "Constituents of the essential oil of six *Helichrysum* species from Madagascar » ; Flavour and Fragrance Journal, Flavour Fragr. J. 2001; 16: 253–256, accepted 16 January 2001.
- [12] Confédération Suisse, les Huiles essentielles, Office Fédéral de la Santé Publique OFSP, Unité de Direction de Protection des consommateurs, Avril 2008.
- [13] EDRIS Amr E., "Pharmaceutical and Therapeutic Potentials of Essential Oils and Their Individual Volatile Constituents: A Review", phytotherapy research, Phyther. Res. 21, 308-323, published online 2 January 2007 in Wiley InterScience, Aroma and Flavor Chemistry Department, National Research Center, Dokki, El Behose Street, Dokki, 12622, Cairo, Egypt.
- [14] EL KALAMOUNI Chaker, caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées, Thèse de Doctorat de l'Université de Toulouse, Délivré par l'Institut National Polytechnique de Toulouse ; Discipline ou spécialité : Sciences des Agroressources ; Le 13 Décembre 2010.
- [15] FRANCHOMME P., JOLLOIS R., PENOEL D., l'aromathérapie exactement : Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles, 1995 Nouvelles éditions Roger Jollois.

[16] HERBARIUM; Parc Botanique et Zoologique de Tsimbazaza (PBZT), DESCRIPTION BOTANIQUE.

[17] HULIN V., MATHOT A. G., MAFART P., DUFOSSÉ L., « les propriétés antimicrobiennes des huiles essentielles et composés d'arômes », Science des aliments, 1998, vol 18, n°6, 563-582.

[18] Humbert H., Flore de Madagascar et des Comores. 189^{ème} Famille, Composées (Compositae); Tome II, p. 339-622, Museum National d'Histoire Naturelle, 1962, Paris.

[19] Humbert H., Flore de Madagascar et des Comores (Plantes vasculaires). 189^{ème} Famille, Composées, Tome III, Muséum National d'Histoire Naturel, laboratoire de Phanérogamie, Paris 1963.

[20] LAWRENCE B. M., REYNOLDS R. J., “Helichrysum Oil and Extract”; progress in Essential Oils, Perfumer & Flavorist, 1998, 23, 55-59.

[21] LEIPZIG, Madagascar : rapport de pays pour la conférence technique internationale de la FAO sur les ressources phytogénétiques, Mars 1995.

[22] NORME AFNOR, « HUILES ESSENTIELLES », recueil de normes françaises 1992, 4^{ème} édition.

[23] POSITELLO R., « La vapeur d'eau industrielle », Connaissance, Production, Etude des tuyauteries, Techniques de documentation, Lavoisier, Paris 1983.

[24] RAKOTOVAO Lala Henriette & RANDRIANJOHANY Emile, origine et répartition bioécologique des plantes aromatiques de Madagascar, Biogéographie de Madagascar, 1996 : 187-194, Centre National de Recherches sur l'Environnement.

[25] RASOANAIVO Philippe, DE LA GORCE P., “Essentials Oils OF Economic Value in Madagascar: present state of knowledge”; Herbal Gram, 1998, 43, 31-59.

[26] RAZANAMPARANY Liva Andriamanarivo, ETUDE PROSPECTIVE des ESSENCES AROMATIQUES de la forêt de TSIANIMPIHY – ANTSALOVA, Mémoire

de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur Agronome, Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, promotion Andraina 2000-2005.

[27] ROUESSAC F., ROUESSAC A., Préface de Guy OURISSON, Analyse chimique : méthodes et techniques instrumentales modernes, 2ème édition Masson, 1994.

[28] RAZAFINDRAMBAO R., Contribution à l'inventaire des plantes médicinales des hauts-plateaux de Madagascar, Troisième partie.

[29] VERHAART P., DE DEPELEIRE G., KRICHNA K., VISSER P., Guide technique des fourneaux à bois, Edisud, La Calade.

REFERENCES WEBOGRAPHIQUES

- [30] <http://bouturerailleurs.uniterre.com/207248/pharmacop%C3%A9+malgache.html>; 22/10/2012.
- [31] <http://en.wikipedia.org/wiki/Asteraceae>; 26/04/2012.
- [32] http://fr.wikipedia.org/wiki/Entra%C3%AEnement_%C3%A0_la_vapeur; 06/08/2012.
- [33] <http://qfev.univ-tln.fr/EntrVap/ENTRAINEMENT.htm>; 06/08/2012.
- [34] http://www.mech.kth.se/~ardeshir/courses/literature/Notes_Spectral_Methods.pdf; 22/10/2012.
- [35] <http://un.abundantlifeessentials/hg.com>; 26/04/2012.
- [36] <http://www.unavarra.es/servicio/herbario/htm/Compositae.htm>; 22/10/2012.
- [37] http://www.ipni.org/ipni/idPlantNameSearch.do;athanasia_brownii; 22/10/2012.
- [38] <http://www.lthe.fr/PagePerso/cohard/ressources/transferts%20thermiques.pdf>; 17/09/2012.
- [39] http://www.mech.kth.se/~ardeshir/courses/literature/Notes_Spectral_Methods.pdf; 22/10/2012.
- [40] <http://www.pennybio.com/huiles/extraction-huile-essentielle.htm>; 06/08/2012.
- [41] <http://www.sjf.ch/datei/Cereghetti%20Gea.pdf>; 06/08/2012.
- [42] <http://www.techniques-ingénieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/chromatographie-et-techniques-separatives-42385210/methodes-chromatographiques-p1445/>; 22/10/2012.
- [43] <http://www.thermexcel.com/french/program/vapor4.html>; 06/08/2012.
- [44] http://www.thermexcel.com/french/ressourc/pdc_line.htm; 06/08/2012.

[45] <http://www.unavarra.es/servicio/herbario/htm/Compositae.htm>; 22/10/2012.

[46] http://www.mech.kth.se/~ardeshir/courses/literature/Notes_Spectral_Methods.pdf; 22/10/2012.

[47] <http://www.web-sciences.com/fiches2d/fiche5/technique extraction.fiche5.php>; 06/08/2012.

[48] http://archimede.datacenter.dsi.upmc.fr/www_poly_interactif/rythmes/anal_spectrale/html/cours.pdf; 22/10/2012.

[49] http://www.ipni.org/ipni/idPlantNameSearch.do;athanasia_brownii; 22/10/2012.

[50] <http://www.techniques-ingeneur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/chromatographie-et-techniques-separatives-42385210/methodes-chromatographiques-p1445/>; 22/10/2012.

[51] <http://www.ac-nancy-metz.fr/enseign/physique/chim/chromato01/chromato.pdf>; 22/10/2012.

ANNEXES

ANNEXE 1 : DETERMINATION DE L'INDICE DE REFRACTION SELON AFNOR T 75-112

1. DEFINITION

L'indice de réfraction d'une huile essentielle 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 déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante.

2. PRINCIPE

Suivant le type d'appareil utilisé, soit mesurage direct de l'angle de réfraction, soit observation de la limite de réflexion totale, l'huile étant maintenue dans des conditions d'isotropisme et de transparence.

3. APPAREILLAGE

• Réfractomètre

Utiliser un refractomètre classique permettant la lecture directe d'indices de réfraction situées entre 1,300 0 et 1,700 0 avec une précision de $\pm 0,0002$.

Ajuster l'appareil de manière à donner, à la température de 20°C, les indices de réfraction suivants :

- 1,3330 pour l'eau distillée,
- 1,4906 pour le p-cymène,
- 1,5685 pour le benzoate de benzyle,
- 1,6585 pour le bromo-1 naphtalène.

Les produits étalons doivent être purs, de qualités pour réfractométrie.

Certains appareils peuvent aussi être ajustés au moyen d'une lame de verre d'indice de réfraction connu, selon les indications fournies par le fabricant de l'appareil.

• Dispositifs pour la stabilisation de la température

Utiliser n'importe quel dispositif, par exemple un thermostat, faisant circuler un courant d'eau dans le réfractomètre et permettant ainsi de maintenir l'appareil à la température convenable ($\pm 0,2$).

- **Source lumineuse**

Effectuer les déterminations à la lumière du sodium, ou, si le réfractomètre est muni d'un compensateur achromatique, à la lumière diffuse du jour ou d'une lampe électrique.

4. MODE OPERATOIRE

Faire passer un courant d'eau dans le réfractomètre afin de maintenir l'appareil à la température à laquelle des lectures doivent être effectuées. Cette température ne doit pas différer de la température de référence de plus de $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$, et doit être maintenue à $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

Avant de le placer dans l'instrument, porter l'échantillon pour essai à une température à peu près égale à celle à laquelle le mesurage doit être effectué.

Attendre, pour effectuer la lecture, que la température soit stable.

5. EXPRESSION DES RESULTATS

L'indice de réfraction (n_D^t) à la température de référence (t) est donné par la formule :

$$n_D^t = n_D^{t'} + 0,0004(t' - t)$$

Où :

$n_D^{t'}$: Valeur de la lecture, à la température t' , à laquelle a été effectuée la détermination.

La précision du réfractomètre est de $\pm 0,0002$.

ANNEXE 2 : DETERMINATION DU POUVOIR ROTATOIRE SELON AFNOR T 75-113

1. DEFINITION

- Pouvoir rotatoire d'une huile essentielle α_D^t : angle, en [milliradians ou degrés d'angle] dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde $589,3\text{ nm} \pm 0,3\text{ nm}$, correspondant aux raies D du sodium, quand celle-ci traverse une épaisseur de 100 mm de l'huile essentielle dans des conditions déterminées de température.
- Pouvoir rotatoire d'une huile essentielle en solution ou « pouvoir rotatoire spécifique apparent : quotient du pouvoir rotatoire α_D^t de la solution d'huile essentielle par la masse d'huile essentielle contenue dans l'unité de volume.

2. APPAREILLAGE

➤ Polarimètre

Polarimètre de précision au moins égale à $\pm 0,5\text{ mrad}$ ($\pm 0,03^\circ$), et réglée de façon à donner 0° et 180° avec l'eau.

L'appareil doit être utilisé dans des conditions de stabilité, et à l'obscurité dans le cas des polarimètres non électroniques.

➤ Source lumineuse

On peut utiliser un dispositif quelconque permettant d'obtenir une lumière de longueur d'onde $589,3\text{ nm} \pm 0,3\text{ nm}$, de préférence une lampe à vapeur de sodium.

3. MODE OPERATOIRE

Allumer la source lumineuse et attendre jusqu'à l'obtention d'une bonne luminosité.

Remplir le tube avec l'échantillon pour essai, en s'assurant qu'il ne reste aucune bulle d'air interposée

Placer le tube dans le polarimètre et lire l'angle de rotation dextrogyre (+) ou lévogyre (-) de l'échantillon pour essai sur l'échelle de l'appareil.

Effectuer au moins trois mesurages sur le même échantillon pour essai.

Prendre comme résultat la moyenne des valeurs obtenues pour trois mesurages, à condition qu'elles ne diffèrent pas entre elles de plus de $1,4\text{ mrad}$ ($0,08^\circ$).

ANNEXE 3 : DETERMINATION DE LA DENSITE RELATIVE A 20°C SELON AFNOR NF T 75-111

1. Définition

La densité relative à 20°C d'une huile essentielle est le rapport de la masse d'un certain volume d'une huile essentielle à 20°C à la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20°C.

Cette grandeur est sans dimension et son symbole est d_{20}^{20} .

2. Principe

A l'aide d'un pycnomètre, pesées successives de volumes égaux d'huile essentielle et d'eau, à la température 20 °C.

3. Appareillage

- Pycnomètre en verre
- Balance analytique

4. Mode opératoire

• **Préparation du pycnomètre :**

Nettoyer soigneusement puis rincer le pycnomètre, par exemple au moyen d'éthanol puis d'acétone, et le sécher en faisant passer un courant d'air sec. Si nécessaire, essuyer l'extérieur du pycnomètre avec un chiffon sec ou un papier filtre.

• **Pesée de l'eau distillée :**

Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée récemment bouillie, puis refroidie aux environs de 20 °C. Peser le pycnomètre plein, muni de son bouchon s'il y a lieu, à 1 mg près.

• **Pesée de l'huile essentielle :**

Vider le pycnomètre, puis le rincer et le sécher. Effectuer les mêmes opérations que précédemment, en remplaçant l'eau par l'échantillon pour essai.

5. Expression des résultats

La densité relative (d_{20}^{20}) est donnée par la formule suivante :

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

m_0 [g] : Masse du pycnomètre à vide

m_1 [g] : Masse du pycnomètre rempli d'eau

m_2 [g] : Masse du pycnomètre rempli d'huile essentielle

**ANNEXE 4 : DETERMINATION DE L'INDICE D'ACIDE I.A SELON AFNOR
NF T 75-103**

1. Définition

L'indice d'acide IA est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres dans 1g d'huile essentielle.

2. Principe

On neutralise des acides libres par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium KOH titrée.

3. Réactifs

- Ethanol 90°
- Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium titrée, C_{KOH}=0,1 N
- Phénolphtaléine (indicateur coloré).

4. Matériels

- Une fiole de 100 ml
- Une pipette de capacité 5 ml
- Une burette de capacité 25 ml, graduée en 0,1 ml
- Une balance analytique.

5. Mode opératoire

On pèse 2 g ± 0,05g de l'échantillon d'huile essentielle. On introduit cette prise d'essai dans la fiole. On ajoute 5ml d'éthanol et 5 gouttes de solution de phénolphtaléine comme indicateur coloré et on neutralise le liquide avec la solution d'hydroxyde de potassium titrée contenue dans la burette.

6. Expression des résultats

L'indice d'acide I.A est donné par la formule :

$$IA = \frac{5,61 V}{m}$$

V [ml] : Volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée.

m [g] : Masse de la prise d'essai

ANNEXE 5 : DETERMINATION DE L'INDICE D'ESTER I.E SELON NF T 75-104

1. Définition

L'indice d'ester IE est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans 1 g d'huile essentielle.

2. Principe

On hydrolyse des esters par chauffage, dans des conditions définies, en présence d'une solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium, et on dose l'excès d'alcali par une solution titrée d'acide chlorhydrique.

3. Réactifs

- Ethanol 90°
- Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium titrée cKOH=0,5 mol/l
- Phénolphtaléine (indicateur coloré).

4. Appareillage

- Un dispositif de saponification comprenant un ballon en verre résistant aux alcalis, de capacité 100 ml à col rodé auquel peut être adapté un tube en verre à extrémité rodée, servant de réfrigérant à reflux.
- Un chauffe-ballon
- Une pipette de capacité 5ml
- Une burette de capacité 25 ml, graduée en 0,1ml
- Une balance analytique.

5. Mode opératoire

On pèse $2g \pm 0,05g$ de l'échantillon d'huile essentielle. On introduit cette prise d'essai dans le ballon. On ajoute à l'aide d'une burette 25ml de la solution d'hydroxyde de potassium. Chauffer le ballon avec son contenu pendant une heure. Ensuite, on laisse refroidir et on y ajoute 20 ml d'eau distillée puis 5 gouttes de la solution de phénolphtaléine. Enfin, on titre l'excès d'hydroxyde de potassium avec la solution d'acide chlorhydrique.

Parallèlement à cette manipulation, nous devons effectuer un essai à blanc, dans les mêmes conditions et en utilisant les mêmes réactifs à la seule différence de l'absence de la prise d'essai.

6. Expression des résultats

L'indice d'ester IE est donné par la formule :

$$IE = \frac{28,05}{m} (V_0 - V_1) - IA$$

Où

$V_0 [ml]$: Volume de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc

$V_1 [ml]$: Volume de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour la détermination

$m [g]$: Masse de la prise d'essai

IA : La valeur de l'indice d'acide déterminée précédemment selon NF T 75-103.

ANNEXE 6 : EVALUATION DE LA MISCIBILITE A L'ETHANOL SELON NF T 75-101

1. Définition

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 de 1 volume d'huile essentielle considéré avec V volumes de cet éthanol est limpide et le reste après addition graduelle d'éthanol de même titre, jusqu'à un total de 20 volumes.

2. Principe

Mesure graduelle à une prise d'essai de l'huile essentielle, à la température de 20°C d'éthanol de titre alcoométrique convenable.

3. Appareillage

- Burette de 25 ou 50 mL
- Pipette ou balance analytique, selon le cas
- Eprouvette ou fiole de 25 ou 30 mL, munie d'un bouchon inattaquable par l'éthanol et par l'huile essentielle à examiner.

4. Mode opératoire

Ajouter à l'aide de la burette un mélange hydro-éthanolique de titre alcoométrique déterminé et préalablement amené à une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$, par fractions de 0,1mL, jusqu'à miscibilité complète en agitant énergiquement après chaque addition. Lorsque le mélange est parfaitement limpide, noter le volume du mélange hydro-éthanolique utilisé.

Poursuivre l'addition du mélange hydro-éthanolique, par fractions de 0,1 mL jusqu'à un total de 20 mL en n'oubliant pas d'agiter après chaque addition. S'il se produit un trouble ou une opalescence avant l'addition complète, noter le volume qui a provoqué ce trouble ou cette opalescence et, éventuellement, le volume sur lequel celui-ci ou celle-ci disparaît.

Dans le cas où une solution limpide n'est pas obtenue après l'addition des 20 mL de solvant, utiliser le mélange hydro-éthanolique de titre alcoométrique de référence immédiatement supérieur.

5. Expression des résultats

La miscibilité de l'huile essentielle à l'éthanol de titre t à la température de 20°C, est exprimée de la façon suivante :



RAKOTOMALALA NOROHARILINA Holmiaina

- ☛ 1 volume d'huile essentielle dans V volumes d'éthanol de titre t
- ☛ 1 volume d'huile essentielle dans V volumes d'éthanol de titre t, avec trouble de V' volumes d'éthanol de même titre.
- ☛ 1 volume d'huile essentielle dans V volumes d'éthanol de titre t, avec un trouble entre V' et V'' volumes d'éthanol de même titre, où :

V [mL]: volume.

ANNEXE 7 : CALCUL DE L'INDICE DE RETENTION

Il est nécessaire d'effectuer l'injection de l'EMAG pour pouvoir calculer l'indice de rétention de chaque constituant d'une huile essentielle.

On peut calculer les indices de rétention à partir de la formule suivante :

$$I(x) = 100 \left[n + \frac{T_x - T_n}{T_{n+1} - T_n} \right] \quad \text{tel que} \quad T_x = 50 + 5t_{R(x)}$$

Où :

n : Nombre de carbone d'ester méthylique EMAG élué avant le constituant x

$I(x)$: Indice de rétention du composé x

T_x, T_n, T_{n+1} : Température de sortie du composé x et des esters méthyliques élués avant et après x respectivement

$t_{R(x)}$: Temps de rétention du composé x.

ANNEXE 8 : CALCUL DE L'INDICE DE KOVATS

Il existe une autre méthode d'identification des composés présents dans l'huile essentielle. Elle est basée sur l'étude comparative entre l'indice de Kovats calculé en utilisant les alcanes linéaires et ceux publiés par la littérature. On peut calculer l'indice de Kovats selon la formule :

$$I_k(x) = 100n + 100 \left[\frac{\log t'_x - \log t'_n}{\log t'_m - \log t'_n} \right]$$

Où :

$I_k(x)$: Indice de Kovats du composé x

n et m : Alcanes linéaires (paraffines normales) élués avant et après le composé x

t'_x : Temps de rétention réduit de x

t'_n : Temps de rétention réduit de la paraffine normale immédiatement éluée avant x

t'_m : Temps de rétention réduit de la paraffine normale immédiatement éluée après x.



ANNEXE 9 : CONDUCTIVITE DE QUELQUES MATERIAUX EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

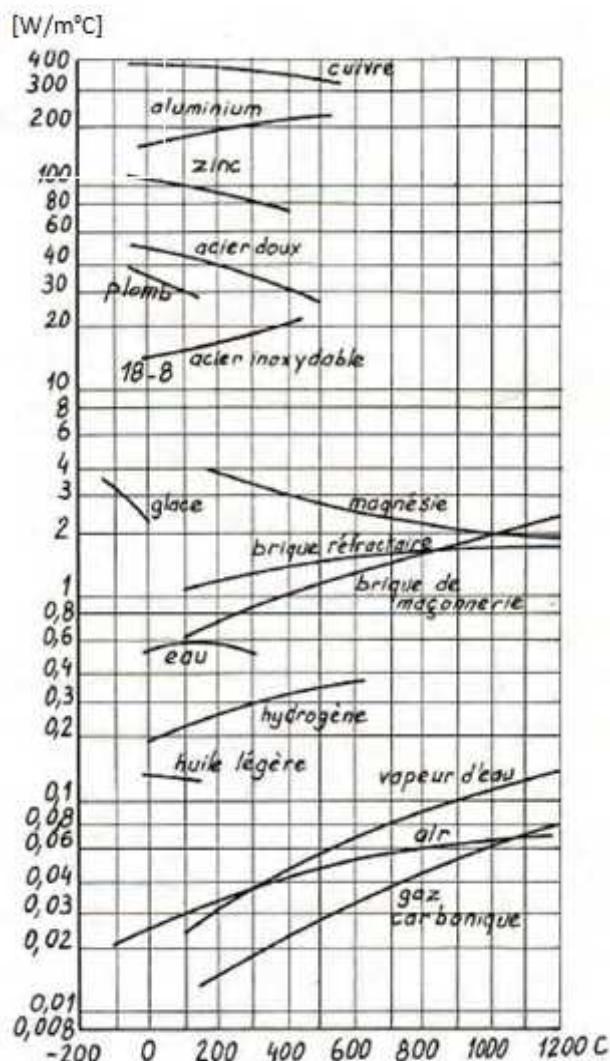


Figure 42: Conductivité thermique de quelques matériaux en fonction de la température, Source: CRABOL J., Transfert de chaleur, Tome I, Editions Masson

ANNEXE 10 : COEFFICIENT DE PERTE DE CHARGE LINEAIRE λ EN REGIME TURBULENT – FORMULE DE COLEBROOK

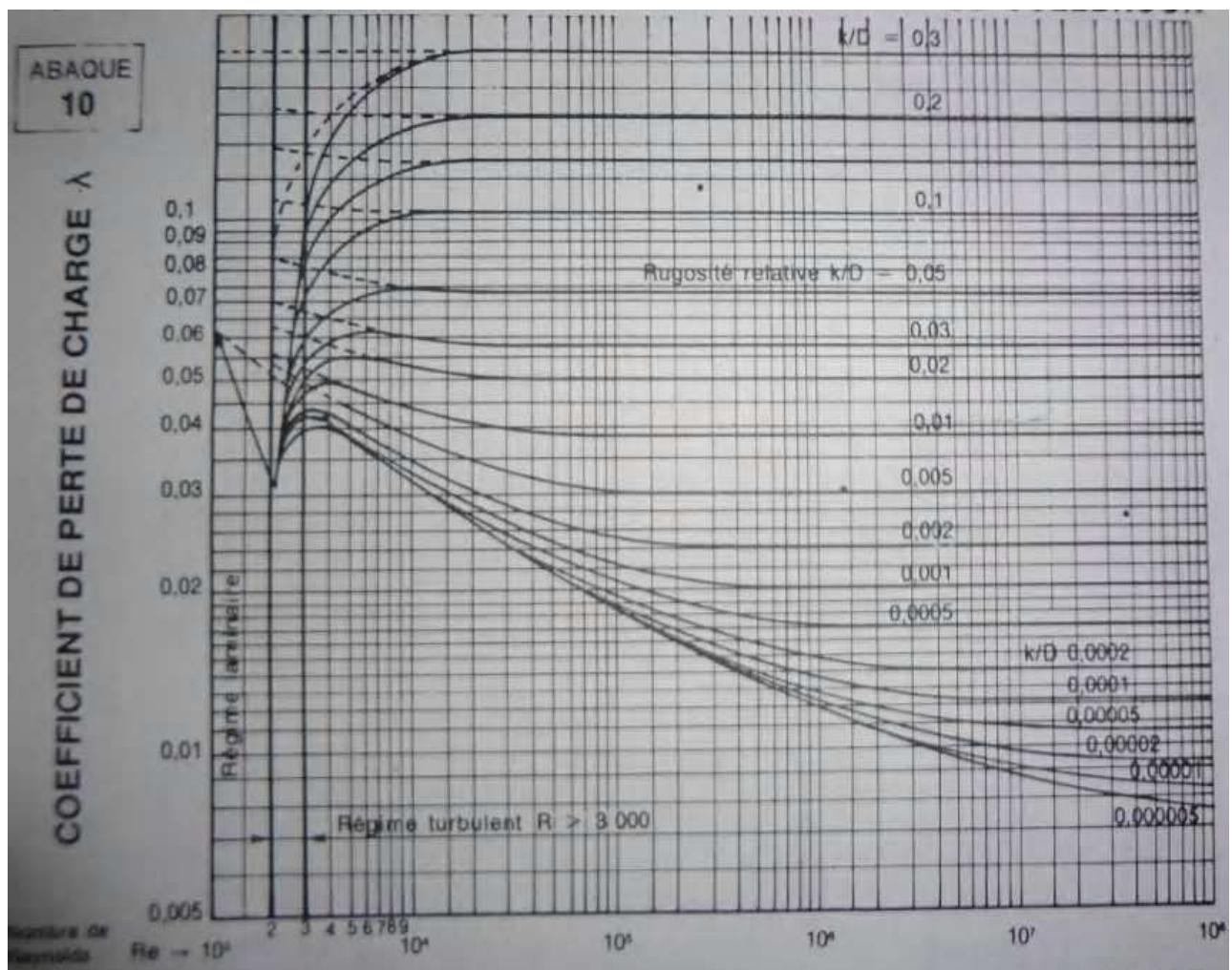
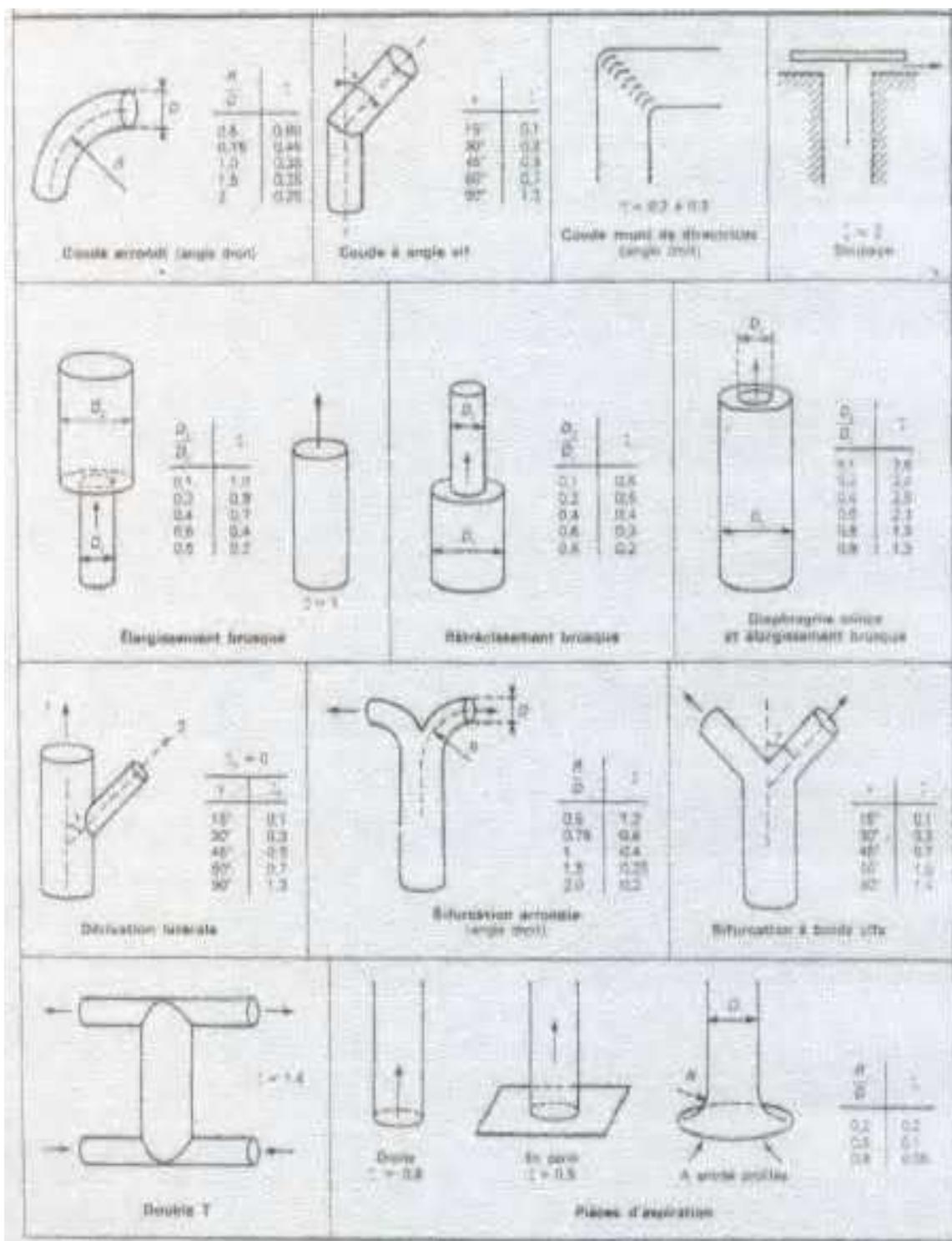
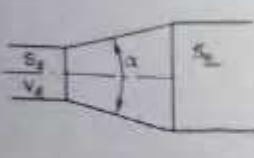


Figure 43: Utilisation de la formule de Colebrook pour la détermination de en fonction du nombre de Reynolds (Re) en régime turbulent -K/D: rugosité relative, Source BOUSSICAUD, Calcul des pertes de charges, Editions CFP

ANNEXE 10 : VALEUR DU COEFFICIENT DE PERTE DE CHARGE SINGULIERE ξ POUR DIVERS ACCIDENTS DE TUYAUTERIE



Elargissements de section (ζ se rapporte à V1)													
S_1	V_1	S_2	V_2	$\frac{S_1}{S_2}$	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
					0,85	0,67	0,51	0,38	0,27	0,17	0,1	0,045	0,012
				α	15	0,25	0,22	0,18	0,16	0,125	0,1	0,07	0,05
					30	0,55	0,5	0,38	0,28	0,2	0,14	0,1	0,06
					45	0,69	0,69	0,55	0,37	0,24	0,17	0,11	0,07
					60	0,76	0,72	0,62	0,44	0,27	0,16	0,12	0,07
					90	0,83	0,70	0,57	0,42	0,29	0,2	0,13	0,07

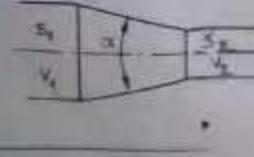
Elargissements de section (ζ se rapporte à V2)													
S_1	V_1	S_2	V_2	$\frac{S_1}{S_2}$	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
					0,85	0,67	0,51	0,38	0,27	0,17	0,1	0,045	0,012
				α	15	0,25	0,22	0,18	0,16	0,125	0,1	0,07	0,05
					30	0,55	0,5	0,38	0,28	0,2	0,14	0,1	0,06
					45	0,69	0,69	0,55	0,37	0,24	0,17	0,11	0,07
					60	0,76	0,72	0,62	0,44	0,27	0,16	0,12	0,07
					90	0,83	0,70	0,57	0,42	0,29	0,2	0,13	0,07

Figure 44: Valeurs du coefficient de perte de charge singulière pour divers accidents de tuyauterie ; Source : BOUSSICAUD, Calcul des pertes de charges, Editions CFP

ANNEXE 11 : PROPRIETES PHYSIQUES DE L'EAU EN FONCTION DE LA PRESSION ET DE LA TEMPERATURE

Tableau 10: Propriétés physiques de l'eau en fonction de la pression et la température, Source: Thermexcel

Pression absolue évaporation bar	Températ. évaporation °C	Masse volumique vapeur kg/m3	Enthalpie spécifique de l'eau (Chaleur sensible)		Enthalpie spécifique de la vapeur (chaleur totale)		Chaleur latente de vaporisation		Chaleur spécifique vapeur kj/kg	Viscosité dynamique vapeur kg/m.s
			kJ/kg °C	Kcal/kg °C	kJ/kg °C	Kcal/kg °C	kJ/kg	Kcal/kg		
1	99.63	0.590	417.51	99.72	2675.43	639.02	2257.92	539.30	2.0267	0.000012
1.1	102.32	0.645	428.84	102.43	2679.61	640.01	2250.76	537.59	2.0373	0.000012
1.2	104.81	0.700	439.36	104.94	2683.44	640.93	2244.08	535.99	2.0476	0.000012
1.3	107.13	0.755	449.19	107.29	2686.98	641.77	2237.79	534.49	2.0576	0.000013
1.4	109.32	0.809	458.42	109.49	2690.28	642.56	2231.86	533.07	2.0673	0.000013
1.5	111.37	0.863	467.13	111.57	2693.36	643.30	2226.23	531.73	2.0768	0.000013
1.5	111.37	0.863	467.13	111.57	2693.36	643.30	2226.23	531.73	2.0768	0.000013

ANNEXE 12 : VALEURS DE LA RUGOSITE EN FONCTION DU MATERIAU

Tableau 11: Quelques valeurs de la rugosité en fonction du matériau

Nature de la surface intérieure	Indice de rugosité k
1 Cuivre, plomb, laiton, inox	0,001 à 0,002
2 Tube en PVC	0,0015
3 Acier inox	0,015
4 Tube acier du commerce	0,045 à 0,09
5 Acier étiré	0,015
6 Acier soudé	0,045
7 Acier galvanisé	0,15
8 Acier rouillé	0,1 à 1
9 Fonte neuve	0,25 à 0,8
10 Fonte usagée	0,8 à 1,5
11 Fonte incrustée	1,5 à 2,5
12 Tôle ou fonte asphaltée	0,01 à 0,015
13 Ciment bien lissé	0,3



TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS	II
GLOSSAIRE	V
LISTE DES ABREVIATIONS	VII
NOMENCLATURE DES UNITES	VIII
NOMENCLATURE DES TABLEAUX.....	IX
NOMENCLATURE DES FIGURES.....	X
INTRODUCTION	1
1 ^{ère} PARTIE :	3
GENERALITES SUR LES HUILES ESSENTIELLES	3
Chap. 01 : Les plantes aromatiques.....	4
I- Définitions : [12], [13], [10], [14], [15]	4
I.1. Plante aromatique :	4
I.2. Composition chimique des plantes aromatiques :	4
I.3. Essence :	4
I.4. Huiles essentielles :.....	4
I.5. Localisation de l'essence dans la plante aromatique :	5
I.6. Concrètes et absolues.....	5
I.7. Oléorésines	6
II- Propriétés et usages des huiles essentielles [1], [12], [13], [15], [17]	6
II.1. Propriétés anti-infectieuses :.....	6
II.2. Propriétés insectifuge et insecticide	7
II.3. Propriété anti-inflammatoire (antiphlogistique) et propriété antihistaminique	7
II.4. Propriétés anticatarrhales :	7
II.5. Propriétés neurotropes :	8
II.6. Propriétés vasculotrope et hémotrope :	8

II.7.	Propriétés antitumorales et propriétés antileucémiques	8
II.8.	Propriété anticancéreuse	8
II.9.	Propriétés indésirables et toxicité des composants aromatiques:.....	9
III-	Les huiles essentielles à Madagascar [24], [25], [26]	9
III.1.	Historique et origine	9
III.2.	Récolte des plantes aromatiques.....	10
III.3.	Ecologie et répartition géographique	11
Chap 02 : Technique d'extraction des huiles essentielles [14], [34], [41], [42], [48], [52] ...		14
I-	Expression- Enfleurage	14
I-1-	Expression ou pressage.....	14
I-2	Enfleurage.....	15
II-	La distillation.....	15
II-1-	Hydrodistillation.....	16
II-2-	Hydrodiffusion ou percolation.....	17
II-3-	Entraînement à la vapeur.....	17
III-	Autres procédés d'extraction	18
III-1-	Extraction par solvant volatil	18
III-2-	Extraction au CO ₂ supercritique	19
III-3-	Extraction à la micro-onde	21
Chap 03 : Les méthodes d'analyse des huiles essentielles		22
I.	Identification des caractéristiques physico-chimiques [22]	22
I.1	Caractéristiques organoleptiques	22
I.2	Caractéristiques physico-chimiques	22
II.	Les techniques chromatographiques [27], [35], [40]	22
II.1.	Définition	22
II.2.	Principe	23
II.3.	Différents types de techniques chromatographiques	23

III.	Les méthodes spectrales [10], [36], [43], [47], [49]	25
III.1.	La spectrométrie de masse :.....	26
III.2.	L'infrarouge :.....	26
III.3.	La résonnance magnétique nucléaire (RMN du proton et du carbone-13, RMN bidimensionnelle):	26
III.4.	La spectroscopie ultra-violette :	26
Chap. 04 : Rappels sur le transfert thermique et la mécanique des fluides.....		27
I-	Ecoulement de fluide [3], [8], [10], [24], [51].....	27
•	Fluide:.....	27
•	Régime d'écoulement :.....	27
•	Perte de charge :	29
II.	Transfert de chaleur [6], [7], [10], [39], [44], [45].....	30
III.	Le coefficient d'échange convective(h).....	34
•	Echange sans changement d'état	34
•	Echange avec changement d'état:	35
IV.	L'écart moyen de température.....	36
V.	Le coefficient global de transmission de chaleur:	37
2ème PARTIE :		38
AMELIORATION D'UN ANCIEN ALAMBIC DE DISTILLATION		38
Chap. 05 : Caractéristiques de l'ancien alambic.....		39
I.	Caractéristiques de l'ancien alambic [3].....	39
II.	Amélioration et modifications apportées.....	41
II.1.	Caractéristiques techniques.....	42
II.2.	Caractéristiques thermiques	43
Chap. 06 : Dimensionnement d'un alambic de capacité moyenne (30 à 50 kg)		45
I.	Le foyer [30], [39],.....	48
II.	Chaudière-cucurbite	52

III.	Condenseur.....	54
IV.	Col de cygne	58
V.	Calcul des pertes de charges.....	61
3 ^{ème} PARTIE :	62
APPLICATION A L'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES		
D' <i>HELICHRYSUM GYMNOCEPHALUM</i> ET D' <i>ATHANASIA BROWNII</i>		62
Chap. 07 : Optimisation de l'extraction d'huile essentielle <i>d'Helichrysum gymnocephalum</i>	63
I-	Description, propriétés et utilisations de la plante.....	63
I-1-	Description de la plante : [16], [18], [28], [37], [46]	63
I-2-	Propriétés et utilisation de la plante :.....	66
II-	Etudes antérieures sur les variabilités chimiques de l'huile [2], [4], [8], [10], [11], [20]	66
III-	Extraction de l'huile essentielle <i>d'Helichrysum gymnocephalum</i> sur l'alambic de départ	69
IV-	Etude cinétique d'extraction sur l'alambic modifié:	69
IV-1-	Définition:	69
IV-2-	A partir des feuilles fraîches :	69
IV-3-	Discussion:.....	75
IV-4-	A partir des feuilles partiellement séchées :.....	76
IV-5-	Interprétation.....	80
V-	Analyse, et comparaison	81
Chap. 08 : Extraction et étude de la composition chimique de l'huile essentielle <i>d'Athanasia brownii</i>		82
I.	Description de la plante [16], [19], [28], [37], [46].....	82
I.1.	Récolte	82
I.2.	Ecologie et répartition géographique du végétal	82
I.3.	Biosystématique de la plante	82

I.4. Dénominations	83
I.5. Description botanique de la plante	83
II. Propriétés et utilisations en médecine traditionnelle [31], [38], [50]	84
III. Extraction et analyse de l'huile obtenue	85
III-1- Extraction des feuilles fraîches du végétal.....	85
III-2- Analyse de la composition chimique de l'huile essentielle	85
IV. Discussion	90
CONCLUSION	93
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	95
REFERENCES WEBOGRAPHIQUES.....	99
ANNEXES.....	a