

## CHAPITRE 2

### EXTRACTION DES PLANTES AROMATIQUES ET MÉDICINALES Cas particulier de l'entraînement à la vapeur d'eau et ses équipements

**Bachir Benjilali, professeur**

Département des sciences alimentaires et nutritionnelles, Institut agronomique et vétérinaire  
(I.A.V.) Hassan II, Rabat, Maroc  
[b.benjilali@iav.ac.ma](mailto:b.benjilali@iav.ac.ma)

#### INTRODUCTION

La méthode d'obtention des huiles essentielles intervient de façon déterminante dans le rendement en huile et dans la composition de cette dernière. Les différentes parties de l'appareil de distillation peuvent être à l'origine des modifications, plus ou moins importantes, de leur composition chimique. La distillation des petites charges au laboratoire ou dans des installations pilotes donne un produit pouvant être sensiblement différent de celui que l'on obtient à l'échelle industrielle. Il faut donc être prudent quand on établit, à partir de ce type de données expérimentales, des prévisions pour des productions commerciales.

Certes, d'autres méthodes que l'entraînement à la vapeur d'eau, peuvent être utilisées pour l'extraction des substances volatiles et aromatiques. L'extraction par solvants est l'une de ces méthodes dont l'avantage est d'utiliser des températures beaucoup plus douces que dans le cas de l'entraînement à la vapeur d'eau. On traitera de ces exemples plus loin.

Cependant, la distillation reste la méthode la plus utilisée pour l'obtention des composés d'arômes du fait qu'elle produit des substances volatiles facilement analysables par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.) et exigeant une technologie relativement simple, donc un coût plus bas ainsi qu'une reproductibilité facilement contrôlable.

#### 1. LES TECHNIQUES D'OBTENTION DES HUILES ESSENTIELLES ET D'AUTRES EXTRAITS AROMATIQUES

Par définition, les huiles essentielles sont obtenues par entraînement à la vapeur d'eau. Mais autour de cette technique de base, il existe actuellement plusieurs procédés technologiques ou plusieurs façons de faire différentes.

##### 1.1. La distillation des plantes aromatiques

###### 1.1.1. Mécanisme de la distillation

La distillation peut être définie comme étant la séparation des constituants d'un mélange de deux ou plusieurs composants en fonction de leur température de passage à l'état gazeux (ébullition ou sublimation). Suite à cette définition, la distillation des plantes aromatiques reposerait sur

l'évaporation des constituants de l'huile. Or, la réalité est bien différente. Les huiles essentielles se trouvant à l'intérieur du tissu du végétal doivent d'abord passer à la surface de ce dernier avant une éventuelle évaporation et distillation. Ce passage de l'intérieur du tissu vers la surface du matériel végétal (feuille par exemple) est supposé se faire essentiellement par diffusion (1). La production des huiles essentielles à partir des plantes aromatiques par entraînement à la vapeur d'eau, se ferait donc en deux étapes :

- la diffusion de l'huile essentielle de l'intérieur des tissus vers la surface du matériel végétal et
- l'évaporation et entraînement à la vapeur d'eau.

La diffusion est un processus relativement long. Les composés volatiles constitutifs de l'huile essentielle, sont retenus par la fraction lipidique de la plante, en particulier les hydrocarbures, ce qui ralentit leur entraînement par la vapeur d'eau (2). C'est cette étape qui détermine la durée de la distillation.

Il est par ailleurs connu qu'au cours de l'hydrodistillation, la vitesse de vaporisation des huiles volatiles du matériel végétal est influencée non seulement par la résistance à la diffusion de l'huile essentielle à travers les tissus cellulaires, mais aussi par le degré de solubilité de ces constituants volatils dans l'eau (1, 3).

La distillation des plantes aromatiques et médicinales, s'effectue le plus souvent, à la vapeur directe dans des alambics dont la contenance est très variable : de 0,1 m<sup>3</sup> (alambics mobiles courants) à 5 m<sup>3</sup> et plus pour les distilleries de grande production. Dans sa forme simple, durant la distillation, l'eau chaude (ou la vapeur) pénètre dans les tissus végétaux et dissout les constituants des huiles essentielles présentes dans les cellules. Cette "solution" aqueuse diffuse à travers les parois cellulaires. C'est l'hydrodiffusion. Quand ces composés, dissous dans l'eau chaude se trouvent à la surface du tissu végétal, ils s'évaporent. La limite à l'évaporation de chaque constituant est fixée par sa tension de vapeur dans les conditions du milieu.

### 1.1.2. Les méthodes générales de la distillation

Dans l'industrie, il existe trois méthodes de base pour l'obtention des huiles essentielles : la distillation par l'eau ou "l'hydrodistillation", la distillation à la vapeur d'eau ou "la vapo-hydrodistillation" et la distillation à la vapeur directe produite par un générateur séparé "vapodistillation".

Ces trois modes reposent sur le même principe : entraînement des constituants volatils du matériel végétal par la vapeur d'eau. La différence entre eux réside dans le degré de contact entre l'eau liquide et le matériel végétal (4).

#### **a) Distillation à l'eau ou "hydrodistillation"**

Le matériel végétal à distiller se trouve en contact direct avec l'eau bouillante. Il peut flotter ou être complètement immergé selon sa densité et la quantité de matière manipulée. L'évaporation de l'eau dans l'alambic peut être réalisée par chauffage direct (alambic à feu nu) ou par injection de vapeur surchauffée (Fig. 1).

Cette méthode est conseillée pour les matières premières qui, par nature, s'agglutinent facilement et donc empêchent la pénétration de la vapeur dans la masse végétale, telles que les pétales de roses, les fleurs d'orangers, etc. (4). Elle est encore à conseiller dans les cas où des produits indésirables ont une importante solubilité dans l'eau. Ils sont alors retenus et n'apparaissent pas dans l'huile recueillie. Ainsi, la vapo-hydrodistillation des parties aériennes de la comptonie voyageuse (*Comptonia peregrina* (L.) Coulter) libère des résines phénoliques indésirables que l'on ne recueille pas en hydrodistillation (5).

Certaines précautions sont à prendre pour mieux conduire l'opération.

- \* Dans le cas du chauffage à feu nu, il faut veiller à ce que la quantité d'eau soit suffisante et que la couche supérieure de la charge ne soit jamais soumise à une surchauffe.
- \* L'alambic doit être chargé de manière à permettre un mouvement suffisamment libre de la plante dans l'eau. Ceci contribue à augmenter la surface de contact entre la vapeur et la plante.
- \* Il faut veiller à réduire la durée de distillation pour diminuer les phénomènes de réaction avec l'eau (hydrolyse) et de décomposition. En effet certains composés sont facilement hydrolysables dans les conditions d'hydrodistillation ; c'est le cas des esters d'alcools tertiaires par exemple.

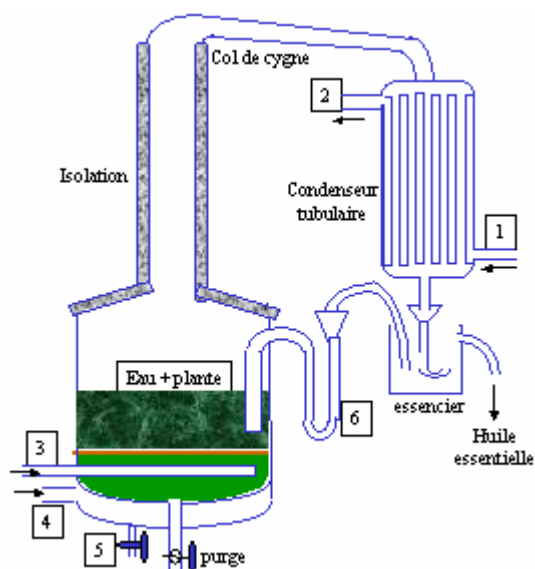


Figure 1. Coupe schématique d'un alambic pour l'hydrodistillation ; chauffage indirect (injection de vapeur surchauffée).

Légende : 1 : Entrée d'eau froide pour le condenseur ; 2 : Sortie d'eau du condenseur ; 3 : Alimentation en eau de la " partie chaudière de l'alambic " ; 4 : Admission de la vapeur surchauffée dans la double enveloppe pour la production de vapeur dans la " partie chaudière " ; 5 : Purge de la double enveloppe ; 6 : Système pour cohobation (recyclage des eaux blanches) éventuellement.

## b) Distillation à la vapeur d'eau dans un alambic à double fond : "Vapo-hydrodistillation"

Le matériel végétal, dans ce cas, se trouve supporté par une grille ou une plaque perforée placée à une distance adéquate du fond de l'alambic. La partie inférieure de celui-ci est remplie d'eau. Le niveau de cette dernière doit permettre d'éviter tout contact entre l'eau et la plante. Comme dans le cas précédent, l'évaporation de l'eau peut être obtenue par chauffage direct (alambic à feu nu) ou par injection de vapeur surchauffée dans la chemise formant le fond de l'alambic (Fig. 2 et 2a). À l'intérieur de l'alambic, il y a production d'une vapeur d'eau saturée (mouillée) à pression faible qui traverse la masse du végétal du bas en haut.

Cette technique présente des inconvénients :

- ◆ Le chauffage direct (alambic à feu nu) peut provoquer des points de surchauffe le long de la paroi de l'alambic. Il en résulte qu'une partie du matériel végétal, en contact de cette paroi se trouve à des températures bien au-dessus de 100 °C, ce qui provoque des changements qualitatifs (couleur, composition, odeur, ...) et quantitatifs (rendements, ...) de l'huile essentielle produite.
- ◆ Le refroidissement de l'eau avant chaque décharge et le réchauffage de l'eau après chaque chargement se traduit par une consommation importante d'énergie et de temps.

Les principales caractéristiques de cette technique peuvent être résumées comme suit :

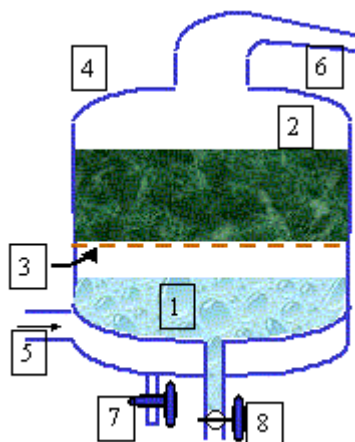
- la vapeur utilisée est toujours saturée. Elle ne risque jamais d'être surchauffée,
- le matériel végétal à distiller est en contact avec la vapeur seulement, ce qui réduit le phénomène d'hydrolyse,
- dans le cas de l'alambic à "feu nu", le risque de surchauffe, au niveau de la paroi de l'alambic, est plus important que dans le cas précédent (hydrodistillation).

Lorsque cette méthode de distillation est adoptée, il faut faire attention :

\* à l'homogénéisation et la répartition uniforme de la charge. En effet celle-ci ne doit contenir ni de grandes racines, ni trop de longues tiges et ne doit pas être d'une granulométrie trop fine.

\* au degré de mouillage de la charge. Un mouillage excessif provoque l'agglutination de la charge végétale, ce qui freine la libération de l'huile essentielle en limitant le contact entre la vapeur et le matériel végétal. Par contre, si le matériel distillé est trop sec, les parois des glandes oléifères peuvent empêcher le transfert de l'huile vers l'extérieur. Un minimum de mouillage est donc nécessaire. Dans cette dernière situation, le calorifugeage des alambics, en empêchant une certaine condensation de la vapeur, peut avoir des effets négatifs sur le rendement en huiles essentielles (6). Tout est donc une question d'équilibre, équilibre qui dépend de la nature même du végétal traité.

Le contrôle de ces facteurs permet d'éviter l'apparition des chemins préférentiels, de passages de la vapeur au sein de la masse végétale, qui diminuent le rendement en huile essentielle et augmentent la consommation en énergie. Il permet aussi de garantir les conditions physiques (de mouillage en particulier) optimales pour faciliter l'hydrodiffusion et l'entraînement de l'huile essentielle.



Légende

- 1- eau ;
- 2- matériel végétal ;
- 3- tôle perforée ;
- 4- couvercle ;
- 5- vapeur surchauffée ;
- 6- col de cygne (conduite vers le condenseur ;
- 7- purge du fond chauffant ;
- 8- purge de l'alambic.

Figure 2. Coupe schématique d'un alambic pour la vapo-hydrodistillation. Le chauffage est assuré par injection de vapeur surchauffée produite séparément.

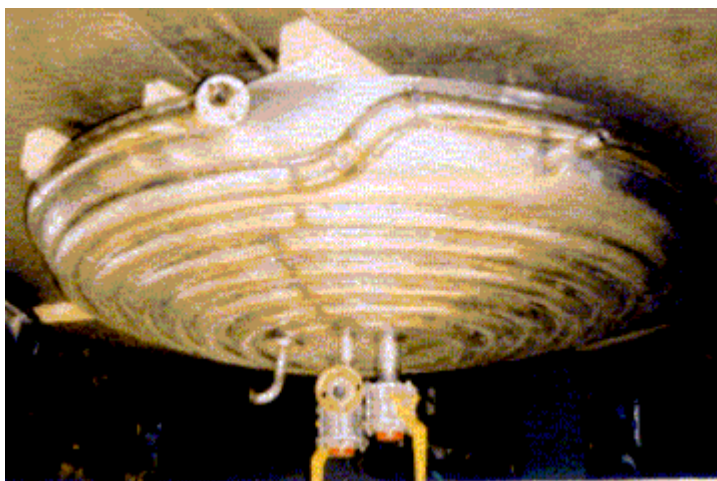


Figure 2a. Exemple de fond chauffant par circuit de vapeur soudé (7). Le fond est posé sur le sol et la photo est renversée pour montrer le système de chauffage en position normale. On distingue à la partie inférieure les deux valves de purge.  
*Avec l'aimable permission de l'auteur.*

c) Distillation à la vapeur directe : "générateur séparé" ou "vapodistillation"

Cette méthode ressemble à celle décrite précédemment, sauf que cette fois il n'y a pas d'eau au fond de l'alambic. La vapeur saturée ou surchauffée à pression généralement supérieure à la pression atmosphérique est introduite au fond de l'alambic par un système de conduite et traverse la masse végétale de bas en haut. La vapeur provient d'une chaudière indépendante (Fig. 3). C'est la forme de distillation la plus avancée techniquement. L'alimentation de l'alambic avec de la vapeur surchauffée permet une réduction du coût de l'opération

(consommation plus faible d'énergie) (1). Mais l'utilisation de la vapeur à haute température pose des problèmes techniques, à savoir :

- le risque de décomposition des constituants de l'huile et
- si la matière première est sèche on peut avoir un ralentissement, voire même un blocage de l'effet des forces d'hydrodiffusion. Il en résulte que la conduite de la distillation par de la vapeur surchauffée est plus délicate que celle par la vapeur saturée (voir la discussion du mouillage en 1.1.2.b).

- Si l'alambic est bien calorifugé, il n'y a qu'une très faible condensation de vapeur sur le matériel végétal. Or parfois, comme nous venons de le voir, il faut avoir suffisamment de condensation pour faciliter la diffusion des huiles essentielles à l'extérieur des tissus des plantes. C'est un facteur critique : si l'humidité du matériel végétal est trop faible, à la suite d'un séchage par exemple, l'huile ne pourra pas être libérée par les tissus des plantes. Il faut alors fournir l'eau nécessaire sous forme d'eau de condensation (1).

- La vapeur étant toujours prête à l'emploi, le temps de mise en régime de chaque opération entre la fermeture de l'alambic et la première goutte de distillat est plus court.

- Les deux caractéristiques précédentes font de cette technique une méthode d'extraction relativement plus rapide que les deux précédentes.

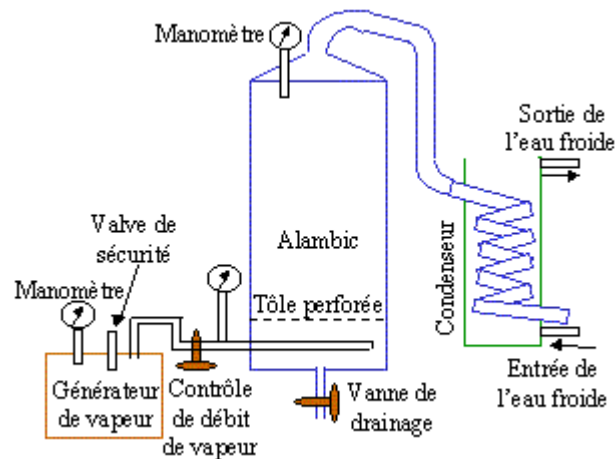


Figure 3. Schéma d'un appareil de distillation des plantes aromatiques à générateur de vapeur séparé de l'alambic (vapodistillation).

Les manifestations des phénomènes qui se produisent durant l'extraction des huiles essentielles et leur ampleur font, sur le plan pratique, l'essentiel des différences entre les différents modes de distillation utilisés (Tableau 1). Le coût des équipements et le niveau de difficulté de montage et de conduites techniques sont d'autres facteurs qui peuvent également faire pencher la décision vers un système ou un autre.

Tableau 1. Les conditions pratiques de distillation (1) (Avantages et limites des différents procédés de distillation).

	A) Distillation à l'eau ou hydrodistillation	B) Distillation à l'eau et à la vapeur ou vapo-hydrodistillation	C) Distillation à la vapeur directe ou vapodistillation
Type de l'alambic	Simple, de faible coût, portable, peuvent être facilement installés dans les régions de production.		De grande dimension, pour augmenter la cadence de distillation.
Type du matériel végétal	Indiqué pour certain type de matériel végétal : les fleurs. N'est pas adapté pour les végétaux contenant des composés saponifiables, hydrosolubles ou des constituants à points d'ébullition élevés (>100 °C).	Convient bien pour la distillation des plantes entières et feuillage.	Convenant pour n'importe quelle charge sauf matériel finement broyé. Particulièrement indiqué pour des huiles essentielles exigeant des températures relativement élevées (>100 °C) pour leur entraînement.
Mode de chargement	Le matériel végétal doit être complètement couvert par l'eau.	Le matériel doit être chargé, à l'intérieur de l'alambic de manière la plus homogène possible, pour éviter des chemins préférentiels pour la vapeur.	
Conditions de diffusion	Bonne, si le matériel est proprement chargé et s'il est mobile dans l'eau bouillante.	Bonnes.	Bonnes, si la vapeur est légèrement mouillée.
Pression de vapeur dans l'alambic	Toujours autour de la pression atmosphérique.		Peut être modifiée selon la nature du matériel végétal.
Température dans l'alambic	Autour de 100 °C, risques de brûlures des plantes par contact direct du végétal avec l'alambic.	Autour de 100 °C (diminue avec l'altitude : 93 °C à 2 500 m).	Peut être modifiée (vapeur saturée ou surchauffée) suivant la nature du matériel végétal.
Vitesse de distillation	Relativement faible.	Assez bonne.	Élevée.
Hydrolyse des constituants d'huile	Condition toujours non favorable. La vitesse d'hydrolyse d'ester est élevée.	Problème amoindri dû à la séparation du matériel végétal de l'eau.	Bonne condition. L'hydrolyse est en général faible.
Rendement d'huile	Souvent relativement faible : hydrolyse et perte par solubilisation dans l'eau.	Bon, s'il n'y a pas une mouillabilité excessive de la plante.	Bon, si les conditions de travail sont bien conduites.
Qualité de l'huile	Dépend des conditions de l'opération de distillation.	Toujours bonne.	Bonne, si l'opération est proprement conduite.

### 1.1.3. La consommation de vapeur pour la distillation des plantes aromatiques

La consommation de vapeur peut être déterminée à partir de l'équation de **Dalton** qui suit. Le rapport de la masse d'eau nécessaire à la masse d'huile récupérée est égal au rapport des pressions partielles à la température de l'alambic multiplié par celui de la masse molaire de l'eau à celle de l'huile :

$$\frac{W_{\text{H}_2\text{O}}}{W_{\text{huile}}} = \frac{P_{\text{H}_2\text{O}}}{P_{\text{huile}}} \times \frac{M_{\text{H}_2\text{O}}}{M_{\text{huile}}} \quad (1)$$

$W_{\text{H}_2\text{O}}$  et  $W_{\text{huile}}$  : poids respectifs de l'eau et de l'huile dans le condensat.

$P_{\text{H}_2\text{O}}$  et  $P_{\text{huile}}$  : pressions de vapeur respectives de l'eau et de l'huile à la température de l'alambic.

$M_{\text{H}_2\text{O}}$  : masse molaire de l'eau.

$M_{\text{huile}}$  : masse molaire moyenne de l'huile essentielle.

Si dans le cas de l'eau, la masse molaire est de 18 g/mole et la variation de la pression de vapeur en fonction de la température est bien connue, par exemple 1 atm ou 760 mm de mercure à 100 °C, les valeurs correspondantes pour l'huile doivent être calculées dans chaque cas, puisqu'elles dépendent de la composition de l'huile. Prenons par exemple, le cas du lemongrass, dont l'huile est surtout constituée de citral (75 %). Compte tenu de la masse molaire de cette molécule, on pourra supposer que la valeur de  $M_{\text{huile}}$  est approximativement égale à 152 g/mole. De même, la littérature indique une pression de vapeur de l'huile de 8 mm de mercure à 100 °C (1). Un calcul plus rigoureux pourrait faire intervenir l'ensemble des constituants de l'huile.

En pratique, la consommation de vapeur est mesurée par la quantité d'eau récupérée après décantation dans l'essencier. Diverses raisons peuvent augmenter cette consommation.

- La consommation de vapeur est influencée par le degré d'humidité du matériel végétal : plus le matériel végétal à distiller est chargé d'eau plus la consommation de vapeur augmente (Tableau 2). Mais un matériel végétal trop sec nécessite un minimum d'eau à l'état liquide (fournie par la condensation partielle de la vapeur) pour faciliter la diffusion de l'huile essentielle (1).

Tableau 2. Hydrodistillation de la menthe poivrée. Effet de la teneur en eau sur la quantité de vapeur nécessaire pour extraire 1 kg d'huile essentielle (1).

<i>État de la plante</i>	<i>Quantité de vapeur en kg</i>
frais	250 - 350
semi-sec	60 - 80
sec	30 - 40

- Les différents constituants de l'huile essentielle sont intégrés de différentes façons aux tissus du matériel végétal et l'extraction de certains de ces constituants demande beaucoup d'énergie et beaucoup de vapeur. La figure 4 donne un exemple d'un tel phénomène : si en moins de 30 minutes, la presque totalité de l' $\alpha$ -pinène est extraite par hydrodistillation de *Tanacetum annuum* L. dans un appareil de Clevenger classique,



après cinq heures de distillation, le même matériel végétal est loin d'avoir libéré tout son contenu en chamazulène.

- De même, l'existence de substances non volatiles ou à point d'ébullition élevé, telles que les résines ou les acides gras, qui se mélangent avec les huiles volatiles, entraînent une diminution de la pression de vapeur de ces dernières et réduisent ainsi leur vitesse d'évaporation.
- Au cours de la distillation, l'huile contenue dans la charge de plante diminue graduellement et la masse d'huile extraite par unité de temps diminue. Il en résulte qu'on peut être tenté de prolonger l'opération de distillation pour un meilleur épuisement de la matière première. Mais cela se traduit par une augmentation de consommation de vapeur et, comme expliqué plus haut, par une modification de la composition de l'huile essentielle obtenue.
- La dimension et la forme des fragments de matière végétale influent sur la consommation de vapeur. En effet, plus on découpe, plus on augmente la surface d'échange et plus on facilite la libération de l'huile. Mais un découpage très poussé rendant le matériel végétal trop fin provoque l'apparition de chemins préférentiels et donc perte d'énergie et baisse de rendement en huile essentielle. Là encore, un bon équilibre est nécessaire entre « trop » et « pas assez ». L'équilibre dépend bien sûr du matériel végétal traité.

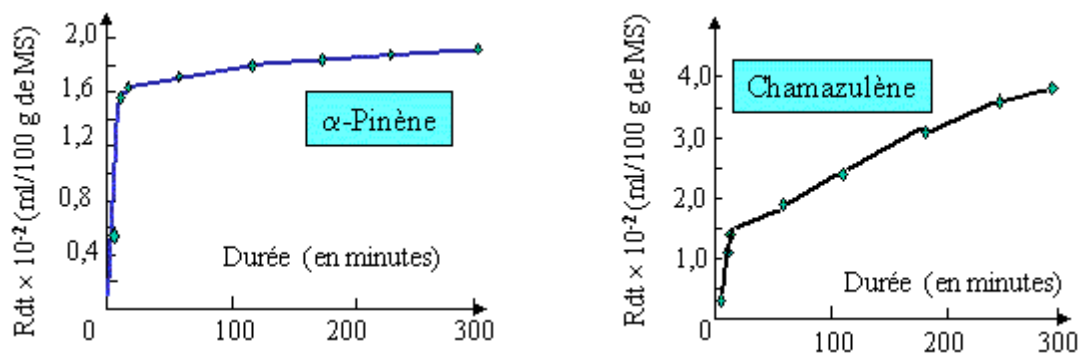


Figure 4. Cinétiques d'extraction comparées de deux hydrocarbures pendant la distillation de *Tanacetum annuum* L. (89).

Rdt : rendement ; MS : matières sèches.

À titre indicatif, dans le cas de la lavande, Muñoz (9) estime la quantité de vapeur nécessaire pour distiller 5 000 kg de matière végétale pendant une demi-heure à environ 460 kg soit 9,2 %, que nous pouvons arrondir à 10 %, de la masse végétale traitée.

#### 1.1.4. La condensation et la séparation des huiles essentielles

Le mélange des vapeurs (vapeur d'eau et constituants d'huiles volatiles) vient se condenser dans un condenseur. La structure des condenseurs généralement utilisés dans ce domaine est variable (voir § 2.2). Le plus simple et le plus couramment utilisé dans les alambics mobiles ou semi-mobiles consiste en un serpentin, à tubes parallèles, plongé dans un bassin d'eau. Muñoz (9) estime à 12 litres la quantité d'eau fraîche à 20 °C nécessaire pour condenser 1 kg de vapeur en utilisant un condenseur à tube en hélice.

À la sortie du condenseur, deux liquides non miscibles (eau et huile) arrivent au niveau d'un séparateur (décanteur) où ils se séparent par décantation statique basée sur leur différence de densité.

#### 1.1.5. La qualité des huiles essentielles extraites par distillation

La qualité d'une huile essentielle est jugée à travers ses propriétés organoleptiques, avec des exigences qui dépendent généralement de l'utilisation qui est envisagée. La qualité dépend en partie de la technique de distillation et/ou de la nature des matériaux de l'appareil et, à travers ses propriétés physico-chimiques, elle est également directement liée au matériel botanique.

La distillation, bien que ce soit la technique la plus répandue dans le monde, souffre de certaines faiblesses :

- \* L'action, relativement longue, de la vapeur ou de l'eau bouillante sur la masse végétale affecte certains constituants de l'huile (hydrolyse, polymérisation, etc.). Ces phénomènes sont particulièrement importants dans le cas de l'hydrodistillation et de la vapo-hydrodistillation (10).

- \* Certains constituants à point d'ébullition relativement élevés sont difficilement extractibles par cette technique (cas de l'hydrodistillation et vapo-hydrodistillation).

- \* La solubilité de certains constituants de l'huile essentielle dans l'eau conduit à des pertes de ces derniers dans les eaux blanches (eaux de décantation dans l'essencier).

Les huiles essentielles obtenues par distillation ne représentent jamais exactement l'arôme et le parfum existants naturellement dans la plante. L'extraction, deuxième technique d'obtention des extraits aromatiques, peut permettre de résoudre certains problèmes de la distillation.

### **1.2. Autres techniques classiques d'obtention d'extraits naturels à intérêts aromatiques**

L'extraction par solvant est une technique qui nécessite un matériel de précision et une main d'œuvre qualifiée, ce qui rend l'opération plus coûteuse. C'est la raison pour laquelle elle n'est employée que pour certaines matières premières dont le prix de l'extrait est assez élevé, telles que le jasmin ou la tubéreuse et celles qui, par distillation, donnent un rendement trop faible ou de moins bonne qualité.

### 1.2.1. L'enfleurage ou extraction par la graisse froide

Cette méthode est adoptée pour certaines fleurs telles que le jasmin et la tubéreuse, dont l'activité physiologique se poursuit après la récolte et qui continuent donc à émettre une certaine quantité de parfum (11).

La méthode consiste à éparpiller les fleurs sur une surface plane (tamis, plateaux). Ces plateaux sont intercalés entre d'autres plateaux spécialement préparés avec une graisse, appelé corps. Cette graisse, grâce à son pouvoir d'adsorption, va fixer les constituants de parfum que le végétal libère dans le milieu ambiant : c'est l'*enfleurage*. La durée de l'opération est variable car elle dépend de la nature de matériel végétal. À titre d'exemple, elle est généralement d'une journée pour le jasmin. Avec le même lit de graisse, on fait plusieurs passages de charge florale jusqu'à "saturation" en constituants volatils. On obtient ainsi une pommade<sup>(1)</sup>. La récupération des produits volatiles floraux à partir de la pommade se fait dans une série de batteuses (extracteur). Le principe de cette récupération consiste à traiter des charges successives de pommade par l'alcool (solvant) de manière à ce que les teneurs des constituants dans les diverses charges de pommade décroissent alors que celle du solvant augmente corrélativement. On obtient alors un "extrait d'enfleurage"<sup>(2)</sup>. Ce dernier est ensuite refroidi jusqu'à  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  puis filtré pour éliminer les graisses restantes dans le milieu alcoolique.

L'isolation des constituants volatils floraux du solvant se fait par concentration sous vide. Le filtrat est concentré dans un alambic, sous vide et à faible température. On obtient ainsi un "absolu de l'enfleurage" de couleur sombre et de consistance semi-solide du fait de l'existence de faibles quantités de graisses qui ne sont pas éliminées par le froid. L'élimination de ces graisses par d'autres techniques de purification permet d'améliorer la couleur de l'absolue.

### 1.2.2. Extraction par macération dans la graisse chaude

Dans ce type de technique, les constituants de l'arôme sont extraits par immersion des fleurs, pendant une demi-heure, dans une graisse chauffée à  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ . L'ensemble, graisse-fleurs, est ensuite abandonné à lui-même pendant une heure environ. L'ensemble est ensuite réchauffé puis filtré à chaud à travers un tamis métallique pour séparer la graisse du matériel végétal épuisé. Puis une nouvelle charge florale peut remplacer l'ancienne jusqu'à "saturation" de la graisse, dénommée alors pommade. Le lavage de la pommade par un alcool fort aboutit à un extrait alcoolique. L'élimination de l'alcool se fait, comme dans le cas de l'enfleurage, par concentration sous vide à basse température. On obtient ainsi un "absolu de macération". Cette méthode est actuellement peu utilisée.

### 1.2.3. L'extraction par solvant

Le matériel végétal, les fleurs par exemple, est chargé dans un extracteur spécialement construit contenant un solvant hautement purifié. Le solvant circulant à travers le matériel végétal en extrait les constituants d'arôme ainsi que d'autres substances liposolubles. Le solvant est

---

(1) Pommade : graisse saturée en constituants volatils.

(2) Extrait d'enfleurage : constituants volatils et une faible quantité de graisse dans l'alcool.

éliminé par évaporation et on obtient une *concrète* ou *résinoïde*. Les caractéristiques physico-chimiques de la concrète obtenue dépendent surtout du solvant utilisé. Ce dernier doit remplir certaines conditions :

- Il doit être aussi sélectif que possible: il doit dissoudre rapidement tous les principes odoriférants du matériel végétal et en extraire le moins possible d'albumine et de pigments. Un exemple bien connu est celui de l'usage de l'éthanol, excellent solvant de la chlorophylle. Avec des feuillages verts, le résultat est un extrait vert si foncé qu'il est pratiquement noir.

- Il doit avoir une température d'ébullition faible de façon à ce qu'il puisse être facilement éliminé par évaporation sans préjudice sur les constituants de l'arôme.

- Il ne doit pas être soluble dans l'eau. Si le solvant dissout de l'eau, l'opération d'élimination du solvant pour récupérer l'huile laisse de l'eau, ce qui vient compliquer le processus de séparation de l'huile.

- Il doit être chimiquement inerte : pas de réaction avec les constituants de l'huile.

- Il doit avoir un point d'ébullition uniforme, c'est à dire que lors de son évaporation, il ne doit pas contenir des résidus de composés à haut point d'ébullition.

- Le solvant ne doit pas être très coûteux et, si possible, être non inflammable.

- Il ne doit pas non plus interférer avec les utilisations envisagées. L'usage de fréons est à proscrire dans le cas d'utilisation de l'extrait en alimentation. Il est en effet généralement très difficile d'éliminer par la suite toute trace de ces molécules.

En réalité, aucun solvant ne peut satisfaire à toutes ces conditions. Autrefois le benzène était le solvant le plus couramment utilisé. Aujourd'hui ce solvant est interdit pour ce type d'extraction à cause de ses effets néfastes sur la santé humaine. Il est essentiellement remplacé par l'hexane.

L'extraction conduit certainement à des produits représentant mieux le parfum naturel existant dans le matériel végétal mais cette technique ne peut remplacer entièrement la distillation, surtout par entraînement à la vapeur directe car celle-ci a l'avantage d'être moins coûteuse, plus simple et ne demande pas de main d'œuvre très spécialisée.

#### 1.2.4. Les absolues

Les concrètes qu'on vient de décrire ne sont pratiquement jamais utilisées en l'état. Elles comportent trop de produits sans parfums et sans intérêts aromatiques. Par ailleurs, leur couleur (généralement vert foncé à noire) ainsi que leur solubilité et stabilité physiques dans les solutions hydroalcooliques rendent leurs utilisations industrielles (parfumerie, savonnerie, cosmétique, industrie des arômes) impossibles. Certains constituants de ces produits, en agissant comme pro-oxydants, peuvent jouer un rôle néfaste dans la stabilité chimique des substances aromatisantes. Pour ces diverses raisons, les concrètes sont fractionnées par solubilisation dans une solution hydroalcoolique. En effet, les concrètes, mises en solution dans un milieu alcoolique et à froid, laissent précipiter les cires, les résines et diverses substances hydrophobes à poids moléculaires relativement élevés. Les substances odoriférantes et à intérêt aromatique restent solubles dans le milieu. Après filtration et concentration du filtrat par

évaporation sous vide, on élimine l'eau et l'éthanol et on obtient un extrait aromatique, utilisable par les industriels et les formulateurs, appelé une **absolue**.

## 2. ÉQUIPEMENTS DE DISTILLATION DES PLANTES AROMATIQUES

L'équipement nécessaire pour la distillation dépend de la capacité de production journalière et de la méthode de distillation utilisée. Comme nous venons de le voir, une unité de production d'huile essentielle est constituée de trois parties essentielles: l'alambic, le condenseur et le séparateur. Toutefois, si on chauffe d'une manière autre qu'à feu nu, une quatrième partie s'ajoute : c'est le générateur de vapeur ou "chaudière".

### 2.1. L'alambic ou cuve de distillation ou "Tank"

L'alambic sert de conteneur du matériel végétal et de récipient dans lequel l'eau et/ou la vapeur sont mises en contact avec la plante pour en extraire l'huile essentielle.

#### 2.1.1. Formes et tailles des alambics

Le choix de la forme de l'alambic est gouverné d'une part par la facilité de chargement et de déchargement du matériel végétal et d'autre part par l'efficacité de la distillation.

Compte tenu du premier facteur presque tous les alambics sont cylindriques (1, 4). La forme conique fonctionne, probablement, d'une manière intéressante, mais les problèmes de chargement et de déchargement ne sont pas simplifiés (4). Les alambics à forme cubique ou à section rectangulaire peuvent être facilement chargés, mais il est plus difficile de contrôler la distribution uniforme de la vapeur.

À cause du deuxième facteur (efficacité de la distillation), la hauteur de l'alambic doit être (cas de la vapo-hydrodistillation et de la distillation par injection directe) supérieure au diamètre. On recommande une hauteur de l'ordre de 1,5 le diamètre de l'alambic. Pour l'hydrodistillation, le diamètre de l'alambic doit être légèrement plus grand que sa hauteur afin d'éviter l'effet de la pression dû à la hauteur de la charge (1).

La taille de l'alambic dépend des facteurs économiques et de la capacité de la distillation. D'après Ames et Mathews (4), la taille des alambics est en pratique limitée. L'efficacité des alambics de plus de 7 000 litres de volume est médiocre quoiqu'on en trouve parfois de plus grands (distillation de feuillage de conifères au Québec). Des alambics de taille moyenne, 3 500 à 6 000 litres, sont utilisés dans le cas où la matière première serait abondante. Ceux de capacité plus faible (600 à 1 500 litres) généralement transportables, sont utilisés dans le cas où la matière première est utilisée en faible tonnage et/ou dans des régions éloignées.

**Remarque** : La quantité du matériel végétal chargée par alambic varie avec la nature de la plante à distiller : pour un alambic de 1000 litres de volume on arrive à charger entre 200 à 250 kg de plantes telles que la lavande, la sauge, le romarin, le thym, etc. et entre 300 et 350 kg de plantes telles que la menthe, le géranium, etc. (12). Un rapide calcul montre que si la densité du matériel végétal est de 1,0, de 65 à 80 % de l'alambic est occupé par de l'air ! Cela indique

l'importance de bien contrôler le tassement du matériel végétal pour éviter l'apparition de chemin préférentiel dans le cas de la vapo-hydrodistillation ou de la vapo-distillation.

### 2.1.2. Le couvercle de l'alambic

L'alambic est équipé d'un couvercle mobile recouvrant la section cylindrique. Les couvercles, les plus anciens, sont convexes et s'inclinent graduellement pour finir dans la conduite amenant au condenseur (Fig. 5). Ce type de couvercle est actuellement rare ; il est remplacé par le couvercle plat. À celui-ci est soudé, en son milieu, le tube de connexion entre le condenseur et l'alambic. Cette conduite doit être bien calorifugée et de courte hauteur afin d'éviter des reflux dans l'alambic. En effet, on trouve dans la littérature des propositions d'alambics équipés de couvercle muni d'une colonne verticale allant jusqu'à 1 m appelée « colonne de rectification » ou colonne à reflux (cf. Fig. 1). Des essais réalisés sur ce type d'alambic pilote ont montré que la qualité de l'huile essentielle (essentiellement la couleur) est nettement affectée par ce type de montage. Le rendement a également été réduit (Tableau 3).

Tableau 3. Effet de la longueur de « colonne de rectification » sur la couleur et le rendement de l'huile essentielle d'*Eucalyptus camaldulensis* (13).

Essai N°	Absorbance à 450 nm		Rendement en huile essentielle (% matières sèches)	
	Avec colonne (hauteur : 725 mm)	Sans colonne	Avec colonne (hauteur : 725 mm)	Sans colonne
1	0,37	0,28	1,34	0,98
2	0,39	0,29	1,12	0,99
3	0,43	0,32	0,69	1,00
4	0,44	0,33	0,70	1,01
Moyennes	0,41	0,31	0,96	1,00

**Remarque :** il existe des cas où la tuyauterie reliant l'alambic au condenseur prend des formes particulières :

- Dans le cas de la distillation de l'iris (rhizomes d'iris finement broyé), l'appareil de distillation généralement de faible capacité (1000 litres environ) est équipé d'un long serpentín aérien en cuivre (100 mm de diamètre × 40 m de longueur) reliant l'alambic au condenseur (Fig. 5). Ce serpentín est installé à l'extérieur sous une charpente en bois, à claire-voie (7). Il joue le rôle d'une colonne à reflux tout en créant par la perte de charge induite une surpression dans l'alambic. Ce serpentín est souvent remplacé par une vraie colonne à reflux. L'ensemble du montage peut être aujourd'hui remplacé par des appareils fonctionnant sous pression contrôlée (7).

- Un système similaire au précédent (serpentín aérien de 20 m environ) est installé au Maroc dans les unités de distillation de la rose.

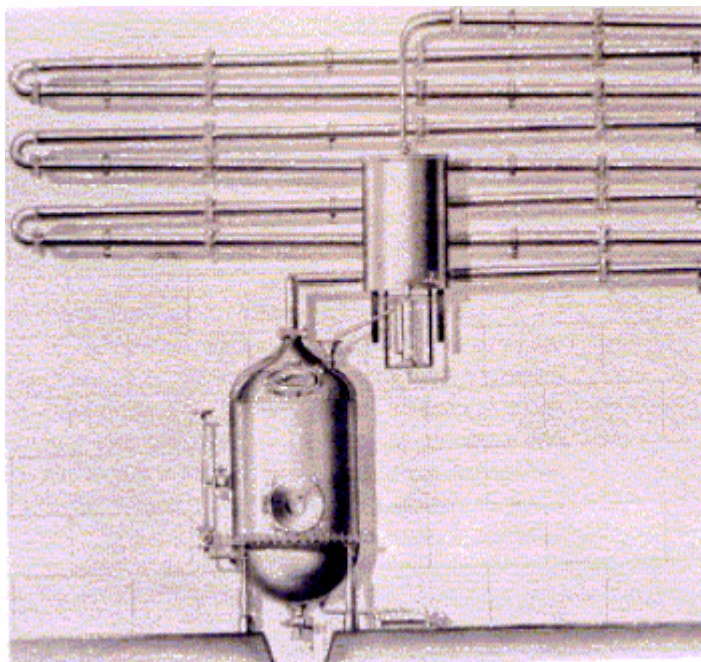


Figure 5. Vue d'un montage de distillation de distillation d'iris équipé d'un long serpentín aérien reliant l'alambic au condenseur (7).  
*Avec l'aimable permission de l'auteur.*

Habituellement, le diamètre de la conduite reliant l'alambic au condenseur est fonction de la vitesse de distillation. Guenther (1) recommande pour ces conduites les dimensions suivantes: 10 cm de diamètre et 20 cm de hauteur.

Étant donné que le couvercle est mobile, on doit assurer au système alambic-couvercle une étanchéité parfaite. Cette dernière est obtenue par deux moyens :

- par joint à eau : (Fig. 6) : à la partie supérieure, sur toute la circonférence, est soudé une gouttière de 5 à 7 cm de largeur et de 25 à 40 cm de hauteur. Cette gouttière remplie d'eau assure l'étanchéité (4).
- par un joint plat sur lequel vient se poser le couvercle. La fermeture (serrage) est assurée par des boulons (Fig. 6).

Signalons que le joint à eau ne peut être utilisé lorsqu'on doit travailler à des pressions élevées de vapeur (supérieures à la pression atmosphérique).

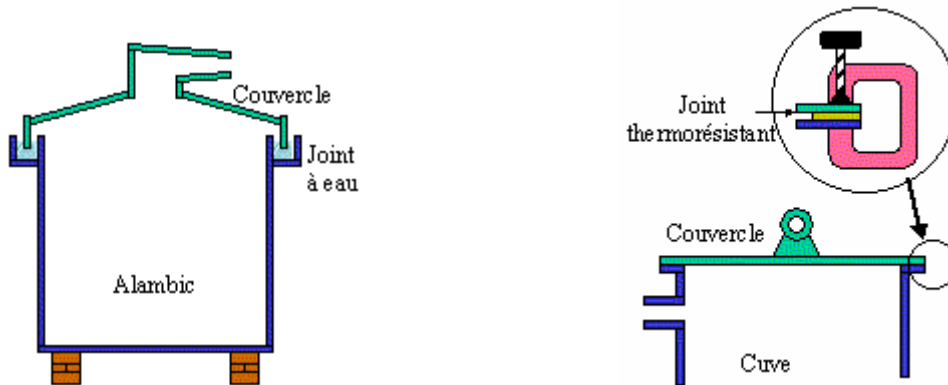


Figure 6. Formes de couvercles et exemples de systèmes d'étanchéité entre l'alambic et son couvercle.

### 2.1.3. L'isolation

L'isolation de l'alambic et particulièrement celle du couvercle et de la tuyauterie peut être nécessaire, surtout pour les appareils exposés à des vents et courants d'air. Faute d'isolation, la vapeur se condense dans l'alambic causant ainsi un mouillage excessif de la charge entraînant une consommation excessive de vapeur, une prolongation de la distillation et généralement une baisse du rendement en huile essentielle. Pour les grands alambics où une grande quantité de vapeur circule, l'isolation est obligatoire. Cette isolation englobe tout le circuit de vapeur y compris les conduites et les vannes.

Le meilleur isolant est l'amiante sous forme de brique ou de poudre. Cette dernière avec l'eau constitue une colle dont on se sert pour l'isolation. L'épaisseur de la couche d'isolant est de 5 cm (1). Mais ce produit pose de plus en plus de problèmes d'utilisation à cause de ses effets néfastes sur la santé. Plusieurs matériaux sont théoriquement utilisables, cependant la disponibilité locale et le coût sont des facteurs limitatifs importants.

Les pertes de chaleur dans les tuyauteries non isolées sont fonction de la taille de ces dernières, de la différence de température entre le fluide circulant dans la conduite et l'air ambiant ainsi que de la vitesse de l'air. Le tableau 4 donne une estimation des pertes thermiques des conduites non isolées, alors que le tableau 5 donne l'effet de la vitesse de l'air sur les pertes thermiques.

Le choix de l'isolant se fait sur la base des critères suivants :

- \* les propriétés thermiques à la température d'utilisation,
- \* les propriétés mécaniques et notamment la résistance mécanique,
- \* la résistance au feu,
- \* la résistance à l'eau et aux autres produits chimiques,
- \* la disponibilité locale du produit et
- \* le prix.



Tableau 4. Estimation des pertes thermiques, en watt par mètre linéaire, dans une conduite en acier doux (A42) non isolée, horizontale: température ambiante comprise entre 10 et 21 °C, la vitesse de l'air étant nulle (14).

$\Delta T^*$ (°C)	Diamètre de la conduite (mm)									
	15	20	25	32	40	50	65	80	100	150
56	54	65	79	103	108	132	155	188	233	324
67	68	82	100	122	136	168	198	236	296	410
78	83	100	122	149	166	203	241	298	360	500
89	99	120	146	179	205	246	289	346	434	601
100	116	140	169	208	234	285	337	400	501	696
111	134	164	198	241	271	334	392	469	598	816
125	159	191	233	285	321	394	464	555	698	969
139	184	224	272	333	373	458	540	622	815	1133
153	210	255	312	382	429	528	623	747	939	1305
167	241	292	357	437	489	602	713	838	1093	1492

\*  $\Delta T$  : Différence de température entre la vapeur et l'air.

Remarque : aucune indication n'a été fournie en ce qui concerne l'épaisseur du métal de la conduite.

Tableau 5. Effet de la vitesse de l'air sur les pertes thermiques (14).

Vitesse d'air (km/h)	Facteur de correction des pertes thermiques
0	1
5	1,5
10	2
14	2,5
19	3
26	3,5
34	4

Le tableau 6, donne un exemple de matériaux d'isolation existant actuellement sur le marché marocain.

Tableau 6. Exemple de matériaux d'isolation disponibles sur le marché marocain (14).

<b>Matériaux</b>	<b>Forme</b>	<b>Température maximale d'utilisation (°C)</b>	<b>Conductivité thermique (w/mK)</b>
Fibre de verre	fibre	510	0,048 (à 200 °C)
Magnésie à 85 %	matelas	310	0,058 (à 200 °C)
Silicate de calcium	matelas	650-1010	0,061 (à 200 °C)
Silicate de calcium	matelas	650-1010	0,085 (à 600 °C)
Fibre minérale	matelas	760-950	0,054 (à 200 °C)
Fibre de silice	matelas	980	0,063 (à 600 °C)
Isocyanure	mousse	145	0,024 (à 20 °C)
Polyuréthane	mousse rigide	100	0,024 (à 20 °C)

#### 2.1.4. Le métal de l'alambic

Avec l'usage, le métal avec lequel est fabriqué l'alambic peut libérer certains de ces constituants et ceux-ci peuvent avoir une influence sur la qualité de l'huile extraite et surtout sur sa couleur.

Les premiers alambics étaient fabriqués en cuivre. Bien que ce métal soit très malléable, son prix élevé et la dégradation de couleur qu'il provoque font qu'il est, actuellement, remplacé par de l'acier inoxydable (4). La fabrication des alambics en aluminium n'est pas conseillée pour les huiles contenant des constituants à caractère acide. Pour ces huiles, il est préférable que l'alambic soit en fer galvanisé (4). Dans quelques rares pays disposant de ressources importantes d'étain, on a déjà utilisé avec succès du fer doux étamé. L'étamage doit cependant être repris fréquemment.

#### 2.2. Le col de cygne

La vapeur qui sort de l'alambic pour aller vers les condenseurs passe d'abord par une conduite de géométrie particulière dite "col de cygne". Cet organe, reliant l'alambic aux conduites amenant vers le condenseur, peut être installé soit sur le couvercle, soit sur le côté latéral de l'alambic, à une dizaine de centimètres du bord supérieur de ce dernier.

Les figures 1 et 2 montrent des exemples de cols de cygne fixés sur le couvercle. La sortie de l'alambic forme un coude dont l'angle est normalement inférieur à 90°, qui est élargi à sa partie inférieure et qui se rétrécit régulièrement pour atteindre le diamètre de la tuyauterie conduisant la vapeur chargée d'huile essentielle vers le condenseur (Fig. 2). Cependant, cette règle n'est pas respectée dans tous les alambics qu'on retrouve en production.

Dans le cas de cols de cygne latéraux, on retrouve des organes similaires à savoir un cône dont la grande base constitue la sortie de l'alambic. La partie supérieure du cône est reliée à la tuyauterie conduisant au condenseur. Dans ce type d'alambic, il est rare d'observer cette terminaison courbée rappelant réellement un col d'oiseau (voir plus loin la figure 14).

Ces montages permettent de créer une légère pression dans l'alambic permettant de réduire le risque d'entraînement par la vapeur de certains produits tensioactifs qu'on retrouve en tête d'alambic sous forme de mousse. Ces produits, lorsqu'ils arrivent au condenseur et par la suite au vase florentin, créent une émulsion de l'huile dans l'eau. Cette émulsion rend difficile la décantation et la séparation huile essentielle / eau.

## 2.3. Le condenseur

### 2.3.1. La taille du condenseur

La longueur du tube du condenseur dépend de la quantité de vapeur à condenser. L'estimation de la surface d'échange du condenseur peut être calculée à travers le produit des trois quantités apparaissant dans l'équation suivante :

$$Q = U \cdot A \cdot \Delta T \quad (2)$$

formule dans laquelle :

Q : quantité de chaleur transférée par unité de temps en (J/s).

A : Surface d'échange en m<sup>2</sup>.

U : Coefficient dépendant des conditions opératoires : débit d'écoulement du réfrigérant, débit d'écoulement de la vapeur et du métal du condenseur ainsi que de la forme de ce dernier. Il s'exprime en  $J \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$  ([énergie] × [surface]<sup>-1</sup> × [température]<sup>-1</sup>).

ΔT : Gunther (1) propose de prendre, dans une première approximation, comme valeur de ΔT la moyenne arithmétique suivante où T<sub>vap</sub> est la température de la vapeur et T<sub>s</sub> et T<sub>e</sub> sont, respectivement, la température de sortie et celle d'entrée du réfrigérant, soit

$$\Delta T = (2 T_{vap} - T_s - T_e) / 2$$

Une valeur plus juste de ΔT est la moyenne logarithmique de différence de températures qui se calcule comme suit :

$$\Delta T = (\Delta\theta_e - \Delta\theta_s) / \ln(\Delta\theta_e / \Delta\theta_s)$$

Dans cette formule,

Δθ<sub>e</sub> = différence de température à l'entrée du condenseur soit :

T<sub>vapeur</sub> - T<sub>e</sub> avec T<sub>vapeur</sub> la température de la vapeur à condenser, soit environ 100 °C et T<sub>e</sub> la température d'eau de refroidissement à l'entrée du condenseur.

Δθ<sub>s</sub> = T<sub>vapeur</sub> - T<sub>s</sub> avec T<sub>s</sub> la température d'eau de refroidissement à la sortie du condenseur.

Pour une meilleure maîtrise de ce calcul, on suggère de recourir à un spécialiste qualifié en ce domaine.

### 2.3.2. Les différents types de condenseurs

Il existe sur le marché trois principaux types de condenseurs :

#### 2.3.2.a. Le condenseur à tube en zigzag

Le condenseur à tube en zigzag est la forme la plus simple des condenseurs. Il consiste à disposer des tubes en zigzags (Fig. 15 ; §5.1.4 ci-dessous) et l'ensemble est plongé dans un

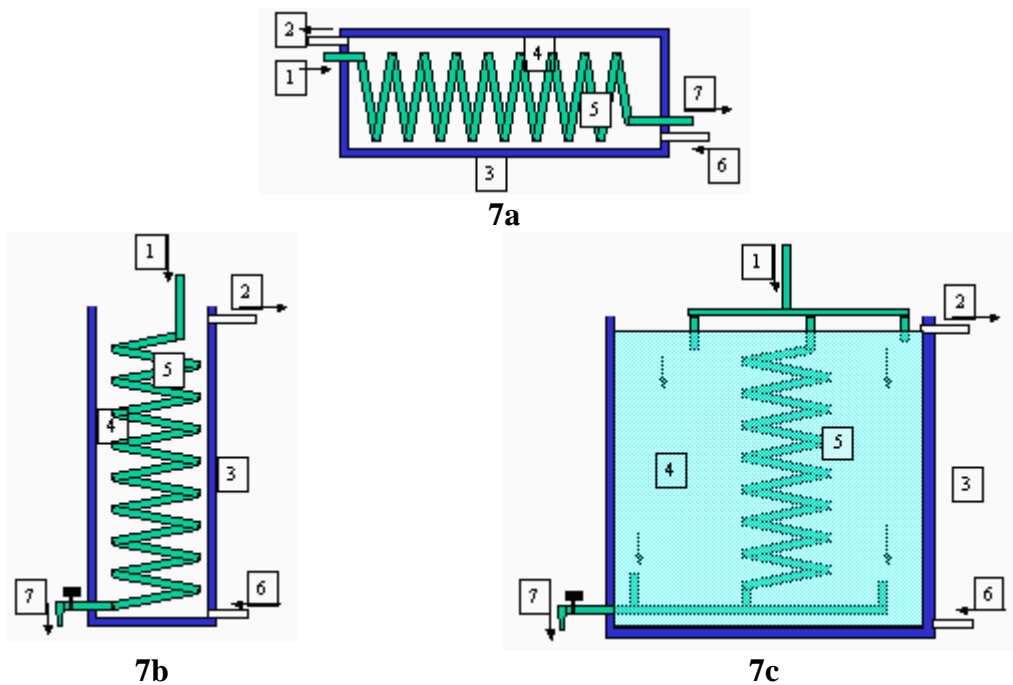
bassin de refroidissement. Une légère inclinaison de l'ensemble facilite l'écoulement du condensat. L'estimation de la surface d'échange de ce type de condenseur peut être réalisée en attribuant au coefficient "U" dans l'équation (2) la valeur de :

$$40 \text{ BTU} \cdot (\text{pied}^2)^{-1} \cdot (^\circ\text{F})^{-1}$$

Dans le système d'unités des chimistes et dans le système international, cette valeur devient :

$$U = 195 \text{ kcal} \cdot \text{m}^{-2} \cdot ^\circ\text{C}^{-1} \quad \text{et} \quad U = 812,5 \text{ kJ} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{F}^{-1}$$

Le condenseur en zigzags a l'avantage d'être facile à réaliser et à utiliser surtout pour les alambics mobiles installés en campagne sur le lieu même de production de la biomasse. Ce refroidisseur ne demande qu'un bassin de fortune recevant l'eau d'une rivière ou d'une source quelconque pour fonctionner. Mais il a le défaut d'être moins efficace que les autres condenseurs et il est surtout difficile à nettoyer quand on veut changer de plantes.



Figures 7. Condenseurs à serpentins de forme hélicoïdale.

Légendes : 1 : Entrée du condenseur ; 2 : Sortie de l'eau de refroidissement ;  
 3 : corps du condenseur ; 4 : Bassin de refroidissement ; 5 : Serpentin ;  
 6 : Entrée de l'eau de refroidissement ; 7 : Sortie du condenseur.

### 2.3.2.b. Le condenseur à tube en forme d'hélice

Pour des quantités de vapeur élevées, le condenseur à tubes en zigzags devient trop long. Le condenseur à tube en forme de spire (Fig. 7b) est conçu pour résoudre ce problème. Ce condenseur peut être disposé horizontalement (Fig. 7a) ou verticalement (Fig. 7b). Toutefois, cette dernière disposition est la mieux indiquée car elle facilite l'écoulement du condensat ainsi que le nettoyage du condenseur. Le condenseur à serpentin hélicoïdal peut être constitué de

plusieurs spirales, généralement 2 à 3, logées l'une dans l'autre (Fig. 7c). L'ensemble est plongé dans un récipient cylindrique où circule l'eau de refroidissement.

### 2.3.2.c. Le condenseur à tubes parallèles

Ce condenseur est formé d'une série de tubes logés dans un long cylindre dans lequel l'eau de refroidissement circule à contre courant. Le condenseur est placé en position légèrement oblique pour permettre un écoulement rapide du condensat (Fig. 8a). Les condenseurs tubulaires ou à tubes multiples verticaux (Fig. 8b) sont une autre forme des condenseurs à tubes parallèles. D'après Guenther (1), on estime le coefficient "U" de l'équation (2) à :

$$U = 200 \text{ BTU (pied}^2\text{)}^{-1} (\text{°F})^{-1}$$

Dans le système d'unités des chimistes et dans le système international, cette valeur devient :

$$U = 975 \text{ kcal} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{°C}^{-1} \text{ et } U = 4075 \text{ kJ} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$$

Comparativement aux condenseurs à tubes en zigzags et pour une même quantité de vapeur et une même variation de température  $\Delta T$ , les condenseurs à tubes parallèles multiples permettent une économie importante de la surface d'échange. Cette dernière est cinq fois plus faible que dans le cas des condenseurs à tubes en zigzags.

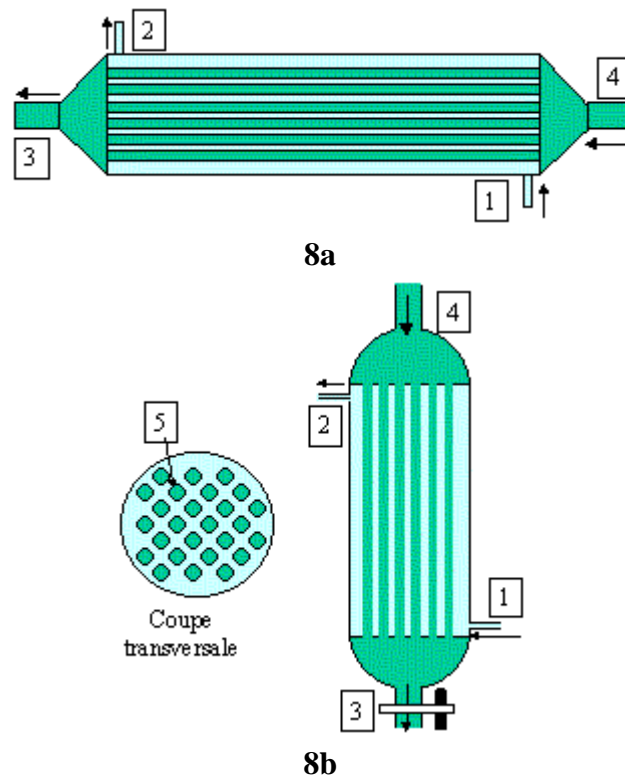


Figure 8. Les condenseurs à tubes parallèles.

Légendes : 1 : Entrée de l'eau de refroidissement ; 2 : Sortie de l'eau de refroidissement ;  
3 : Sortie du condensat ; 4 : Entrée de la vapeur ; 5 : Tuyau de condensation.

### 2.3.3. Le fonctionnement du condenseur

Deux éléments doivent retenir l'attention. Tout d'abord, et sans entrer dans le détail, l'eau de refroidissement et la vapeur issue de l'alambic doivent circuler, autant que possible, à contre courant. Un calcul simple montre que ce système d'écoulement relatif est de meilleure efficacité.

Par ailleurs la température d'entrée de l'eau de refroidissement du condenseur doit être la plus froide possible de manière à ce que la quantité de chaleur transférée soit maximum (équation 2). Il existe cependant une limite à cette température. En effet, si certains constituants majeurs de l'huile ont des températures de fusion élevées, on risque de voir ces produits cristalliser dans le condenseur. Cette situation est évidemment à éviter. On a observé ce phénomène lors de la distillation du bois de *Thuja occidentalis*. Pour éviter la solidification de l'occidentalol, produit majeur de l'huile, l'eau de refroidissement devait être introduite à 95 °C et en ressortait à 98 °C (5) ! Des phénomènes similaires ont été observés dans le cas de l'armoise blanche, *Artemisia herba-alba* à camphre (le camphre représente plus de 60 % de l'huile essentielle) ainsi que dans le cas du *Thymus satureoides* à bornéol. L'auteur a eu l'occasion d'être témoin d'un très grave accident où l'alambic a explosé comme une véritable bombe lors d'un essai de redistillation d'une huile essentielle d'armoise blanche à camphre. Le camphre cristallisé avait fini par boucher même les soupapes de sécurité.

Des installations rudimentaires peuvent cependant fonctionner avec un condenseur immergé dans un bassin rempli d'eau et ouvert à l'air libre. La chaleur transférée de l'intérieur du serpentin vers l'eau du bassin fait augmenter la température de cette eau. On perçoit alors de la vapeur s'échappant du bassin, ce qui contribue à maintenir l'eau de refroidissement à une température convenable. Si par contre, la température de cette eau devient trop élevée, il est toujours possible de la remplacer totalement ou partiellement.

### 2.3.4. Le métal du condenseur

En principe, les huiles essentielles ne doivent jamais être en contact avec du fer ou du cuivre car ceux-ci vont colorer l'huile. Seuls l'étain pur et l'acier inoxydable sont recommandés. Cependant des tubes de condenseur en aluminium peuvent être utilisés pour la condensation des huiles essentielles ne contenant pas de phénols (1). Des tubes de condenseurs en fer galvanisé sont courants dans les distilleries traditionnelles.

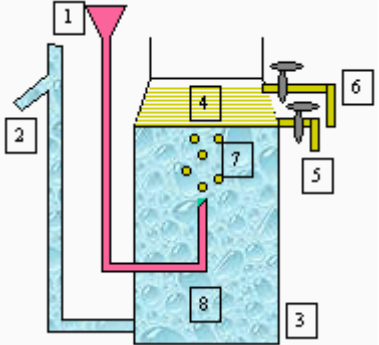
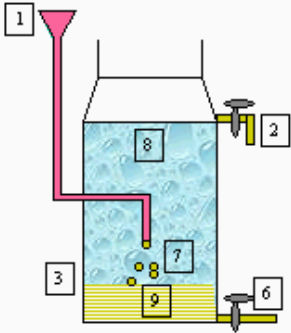
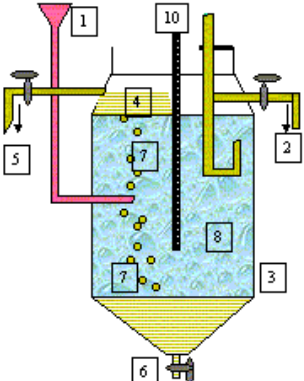
## 2.4. L'essencier, le séparateur ou le vase florentin

Le séparateur est la troisième partie essentielle de l'équipement d'une distillerie et sa fonction consiste à séparer l'huile essentielle de l'eau condensée simultanément (eau blanche). Il est aussi appelé essencier, vase florentin ou encore décanteur. Il a généralement une forme cylindrique ou rectangulaire (1). Les séparateurs diffèrent par la position du tube d'évacuation des eaux blanches et celle du tube de récupération de l'huile.

2.4.1. Les différents types de séparateurs

À la sortie du condenseur, les deux liquides non miscibles arrivent au séparateur, où ils se séparent par décantation statique basée sur leur différence de densité. Selon la densité moyenne des constituants de l'huile extraite, on distingue trois cas (Fig. 9) :

- la densité moyenne de l'huile est inférieure à celle de l'eau. La phase organique flotte sur l'eau (Fig. 9a). C'est le cas le plus général.
- la densité moyenne de l'huile est supérieure à celle de l'eau (Fig. 9b). La phase huileuse décante au fond du séparateur et l'eau est continuellement éliminée à la partie supérieure.
- la phase huileuse est formée de deux parties différentes par leur densité ; l'une a une densité supérieure à celle de l'eau et l'autre une densité inférieure (Fig. 9c). C'est le cas des huiles de graines de persil et de vétiver, par exemple.

	<p><b>a : Cas de l'huile moins dense que l'eau</b></p> <p>Légende :</p> <p>1- Entrée du condensât ;                  2- Sortie des eaux blanches (niveau réglable) ;                  3- Corps de l'essencier ;                  4- Huile moins dense que l'eau ;                  5- Sortie de l'huile peu propre ;                  6- Sortie de l'huile propre ;                  7- Gouttelettes d'huile ;                  8- Eau du condensat.</p>
	<p><b>b : Cas de l'huile plus dense que l'eau</b></p> <p>Légende : voir ci-dessus                  ...                  9- Huile plus dense que l'eau.</p>
	<p><b>c : Cas de l'huile ayant deux fractions :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- une moins dense que l'eau et</li> <li>- une plus dense que l'eau</li> </ul> <p>Légende : (voir ci-haut)                  ...                  10- Cloison.</p>

Figures 9. Schémas d'essenciers pour la séparation (par décantation) de l'huile essentielle.

Le séparateur doit être assez grand pour permettre la séparation complète de l'huile et de l'eau surtout lorsque les densités sont voisines. Dans le cas où les densités seraient très voisines, un léger chauffage du mélange huile-eau est conseillé (cas du vétiver :  $0,986 < \text{densité relative à } 20\text{ }^\circ\text{C} < 1,015$ ). En effet, l'augmentation de température contribue à élargir l'écart de densité et favorise ainsi la séparation. Ainsi la densité d'une huile essentielle diminue moins vite que celle de l'eau avec l'augmentation de la température. Guenther rapporte que la diminution de la densité de l'huile essentielle est généralement de  $0,70 \text{ à } 1,00 \times 10^{-3} \text{ g/ml/deg}$  tandis que celle de l'eau est supérieure à  $1,50 \times 10^{-3}$ . En jouant sur ce paramètre, il est donc possible, à l'occasion, de résoudre un problème de séparation. Par ailleurs, si l'huile a une densité légèrement plus grande que celle de l'eau, le refroidissement peut être conseillé pour les mêmes raisons.

Tableau 7. Densité de l'eau en fonction de la température (15).

T (°C)	Densité (g/ml)	T (°C)	Densité (g/ml)	T (°C)	Densité (g/ml)
10	0,999 70	50	0,988 04	90	0,965 32
20	0,998 20	60	0,983 20	100	0,958 36
30	0,995 65	70	0,997 77	110	0,950 95
40	0,992 22	80	0,971 80	120	0,943 08

L'écoulement du condensat dans le séparateur doit être mené de façon à ne pas provoquer une agitation du liquide, qui peut entraîner la création d'une suspension de gouttelettes d'huiles dans l'eau. Ces gouttelettes décantent difficilement et s'éliminent avec l'eau. Notons enfin que l'utilisation de deux séparateurs successifs n'est pas à exclure. Ce mode de séparation est employé pour minimiser les pertes des huiles dans l'eau. Ces pertes dépendent du degré de solubilité et de la densité des constituants formant l'huile. Les constituants les plus susceptibles à ces pertes sont les composés oxygénés, plus solubles dans l'eau.

On trouve dans la littérature des propositions pour résoudre certains problèmes particuliers liés à la séparation du mélange "eau + huile essentielle". Ainsi pour améliorer la séparation de l'huile essentielle décantant en surface, il a été suggéré d'ajouter du chlorure de sodium à l'eau pour en augmenter sa densité, ce qui augmente par conséquent la différence de densités entre l'eau et l'huile (cas d'une huile de densité légèrement inférieure à celle de l'eau). Cette pratique pourrait même permettre de recueillir à la surface de l'eau une huile dont la densité est légèrement plus grande que celle de l'eau pure. Cependant, ces propositions ne sont pas en général faciles à mettre en œuvre et leur efficacité n'est pas toujours garantie.

Par ailleurs, dans le cas des huiles contenant de la myristicine ou de l'apiol (huile de graines de persil, par exemple, dont la densité relative à  $20\text{ }^\circ\text{C}$  est comprise entre  $1,043$  et  $1,083$ ) chacune des deux phases huileuses absorbe une part non négligeable de l'autre phase. On observe alors un va-et-vient constant de gouttelettes d'huile entre la phase supérieure et la phase inférieure. Ce mouvement se traduit par une phase intermédiaire aqueuse blanchâtre qui est en fait une émulsion de fines particules d'huile dans l'eau. Le rejet de cette phase entraîne la perte d'huile. Il semble que l'augmentation de la température dans l'essencier est de nature à minimiser ce problème (cas du vétiver).



### 2.4.2. Le matériau du séparateur

Les séparateurs de petite taille peuvent être en verre, ceux de grande taille (environ 15 litres et plus) sont en métal. Les séparateurs en étain pur sont très coûteux : ils sont actuellement remplacés par des séparateurs en cuivre étamé. On trouve le plus souvent des séparateurs en acier inoxydable ou en aluminium. Au Maroc, les séparateurs en fer galvanisé sont très courants chez les distillateurs traditionnels. Les séparateurs en plomb ne doivent jamais être utilisés pour la séparation des huiles essentielles contenant des acides gras libres car ces derniers vont former des sels de plomb connus pour leur grande toxicité. Le caoutchouc, partiellement soluble dans les huiles essentielles, donne à l'huile une odeur répréhensible. Ainsi l'utilisation des tubes et des bouchons en caoutchouc n'est guère autorisée.

## 3. LES COMBUSTIBLES

Les différents combustibles utilisables dans les foyers de chaudières et de fours sont classés comme suit :

- combustibles solides naturels : la houille, le lignite, le bois et les déchets végétaux. Notons qu'une fois séché, le matériel végétal, sous-produit de la distillation ('mouka', 'drèches', 'tourteau'), constitue souvent un bon combustible (voir §3.1 ci-dessous et §6.4, chapitre 3);
- combustibles solides artificiels (coke et charbon de bois) ;
- combustibles liquides (gasoil et fuel) ;
- combustibles gazeux (hydrocarbures naturels : propane, butane, gaz naturel, gaz des gazogènes, des fours à coke et hauts fourneaux) ;
- autres (énergie électrique, solaire,...).

### 3.1. Pouvoir calorifique d'un combustible

Quelle que soit la nature du combustible, ce dernier est caractérisé par son pouvoir calorifique (PC). Le tableau 8 présente les PC des quelques combustibles disponibles au Maroc.

Il ressort de ce tableau que le bois, la bagasse et le grignon d'olive ont des PC voisins de ceux du charbon local. Ainsi, la valorisation de ces déchets dans l'industrie agroalimentaire peut s'avérer très intéressante. On estime le PC de la matière première épuisée (matériel végétal après distillation) à 3 200 kcal/kg ( $13,5 \times 10^6$ J/kg).

Tableau 8. Pouvoir calorifique (PC) de quelques combustibles disponibles au Maroc (14).

Combustible	PC en		tep/t
	kcal/kg	GJ/t	
Charbon local (anthracite)	5 600	23,4	0,56
Charbon importé	6 600	27,6	0,66
GPL (propane, butane)	10 800	45,2	1,08
Gasoil	10 200	42,7	1,02
Fuel lourd N° 2	9 600	40,2	0,96
Fuel lourd N° 7	9 800	41,0	0,98
Bois	4 400	18,4	0,44
Bagasse	3 000	12,6	0,30
Grignons d'olives	4 300	18,0	0,43

1 GJ = 1 million de kJ = 238 920 kcal ;

1 tep (tonnage équivalent en pétrole) = 41,855 GJ =  $10 \times 10^6$  kcal ou 10 Gcal.

### 3.2. Le choix économique d'un combustible

Le choix résulte d'une étude comparative des frais d'exploitation et des dépenses d'investissement. Les frais d'exploitation font intervenir :

- le prix de la thermie vapeur résultant du prix du combustible; du pouvoir calorifique de ce dernier, des frais d'exploitation du parc et du rendement de la chaudière ;
- le coût de la main d'œuvre ;
- les dépenses d'entretien ;
- l'amortissement des coûts d'investissement (capitalisation).

Les frais d'investissement comprennent principalement le prix de la chaudière et des équipements connexes. Le tableau 9 suivant, donné à titre d'indication, présente les coûts normalisés de l'énergie pour les différents combustibles utilisés au Maroc.

Tableau 9. Coûts normalisés de l'énergie pour les différents combustibles au Maroc.

Combustible	Coût unitaire moyen du combustible (\$ US/t)	Coût normalisé (\$ US/10 <sup>9</sup> J)
Charbon local	83	3,54
Charbon importé	50	1,81
GPL	280	6,19
Gasoil	287	6,72
Fuel No.2	187	4,67
Fuel No.7	239	5,82
Électricité	0,09 \$US/kWh	25

#### 4. LES TECHNIQUES ET PROCÉDÉS NOUVEAUX D'OBTENTION D'EXTRAIT AROMATIQUE

Les huiles essentielles sont obtenues, comme nous venons de le voir, par entraînement à la vapeur d'eau. D'autres procédés sont également utilisés pour la préparation d'extraits végétaux à intérêts aromatiques (Cf. §1.2). Parmi ces procédés, l'extraction au solvant est l'une de ces techniques, la plus ancienne et qui reste largement utilisée.

Le benzène fut pendant longtemps le solvant de choix pour ce type d'industrie (extraction des plantes aromatiques pour la préparation de concrètes et résinoïdes). Ce solvant est actuellement interdit à cause de ses répercussions sur la santé du personnel travaillant dans ces industries. Les autres solvants organiques qui sont autorisés, comme l'hexane, font aujourd'hui l'objet d'une réglementation stricte dictée par les mêmes considérations (préoccupations de santé). En particulier, les teneurs résiduelles de ces solvants dans les produits finis doivent être inférieures à 1 ppb.

L'utilisation du 1,1,2-trichloro et du 1,2,2-trifluoroéthane (Fréon 113) donnent aussi de très bons résultats, mais les préoccupations environnementales font que ce dernier solvant est de plus en plus délaissé.

Face à cette situation, deux nouvelles techniques ont été mises au point ces dernières années pour l'extraction des substances d'arômes à partir des plantes : l'extraction par le CO<sub>2</sub> supercritique et l'extraction assistée par micro-onde.

##### 4.1. L'extraction par le dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>)

Les études publiées par Pellerin (15) et Ondarza et Sanchez (16) mettent le CO<sub>2</sub> supercritique au sommet de l'échelle des solvants utilisables actuellement pour l'extraction des arômes. Ce solvant est déjà utilisé pour le traitement de divers produits, en particulier, les épices et aromates (17).

##### Principe de la méthode

Le dioxyde de carbone refroidi et comprimé à une pression inférieure à la pression critique passe à l'état liquide (Fig. 10). Il est ensuite comprimé puis chauffé à une pression et température choisies en fonction du type d'extrait que l'on veut réaliser " huile essentielle " ou " oléorésine"<sup>1</sup>. Le fluide traverse alors la cuve d'extraction où il dissout l'extrait contenu dans le matériel végétal. Le CO<sub>2</sub> supercritique chargé en soluté est ensuite détendu au-dessous de la pression critique, perdant ainsi ses propriétés de solvant. Le fluide entre ensuite dans le séparateur, où le CO<sub>2</sub> passe à l'état gazeux, permettant ainsi aux solutés de précipiter (condenser) et d'être récupérés. Le CO<sub>2</sub> peut être alors recyclé ou éliminé.

---

<sup>1</sup> Au sens de la pharmacopée, cet extrait n'est pas une huile essentielle. Aussi, les termes « oléorésine » ou mieux « extrait au solvant critique » sont à préférer.

## Avantages et inconvénients de l'extraction par le CO<sub>2</sub> supercritique

Cette technique présente les avantages suivants :

- les extraits ne sont pas hydrolysés, oxydés ou estérifiés,
- les risques de dégradation thermique sont éliminés (température critique 37 °C),
- une pression de 73,9 bars (pression critique) est facilement atteinte dans une opération de production,
- le CO<sub>2</sub> est un gaz inerte, non toxique et ininflammable.

Mais elle présente l'inconvénient d'exiger un équipement relativement cher et techniquement plus élaboré, donc faisant appel à une maîtrise d'œuvre plus grande. C'est une technique qui n'est pas facilement recommandée pour le matériel végétal donnant un produit à faible valeur ajoutée ou avec un rendement faible.

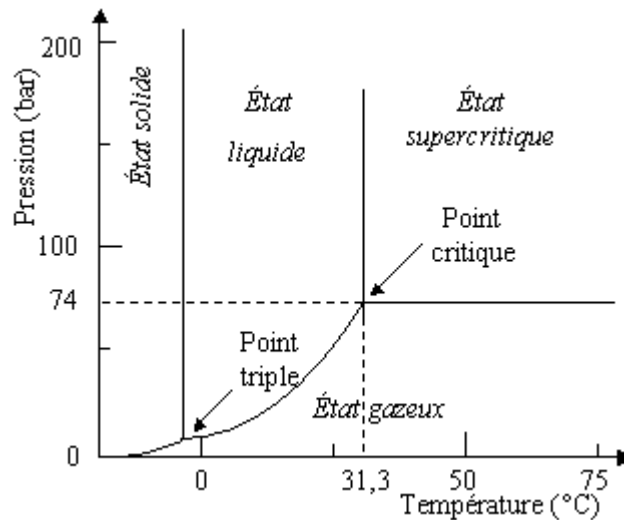


Figure 10. Diagramme de changement d'états physiques du gaz carbonique ; point critique (31,3 °C et 73,9 bars).

### 4.2. L'extraction assistée par micro-ondes

L'extraction assistée par micro-ondes est une technique encore plus récente développée dans le but d'extraire des produits naturels comparables aux huiles essentielles et aux extraits aromatiques. La figure 11 illustre les différents éléments d'un appareil pilote ou de laboratoire. Le rayonnement micro-onde permet de chauffer sélectivement l'eau présente naturellement dans le matériel végétal. Ce chauffage, en vaporisant l'eau contenue dans les glandes oléifères (cas de la menthe par exemple), crée à l'intérieur de ces dernières une pression qui brise les parois végétales et libère ainsi le contenu en huile. Cette huile peut être recueillie dans un solvant ou entraînée avec la vapeur d'eau contenue dans le végétal, vers un système de récupération. Ce dernier fonctionne, généralement, sous vide.

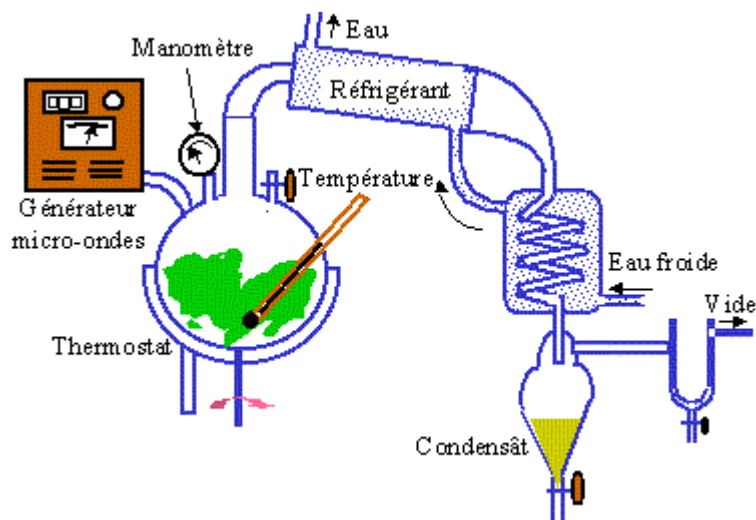


Figure 11. Installation pilote pour extraction sous vide par micro-ondes.

Les auteurs de ce procédé lui attribuent les avantages suivants :

- Économie de temps : l'extraction est dix à trente fois plus rapide que l'hydrodistillation, pour un rendement équivalent et un extrait de composition équivalente.
- Économie d'énergie: l'énergie de chauffage est utilisée pour le seul réchauffement du produit (pas d'ajout d'eau) et pour l'évaporation d'une partie de l'eau de constitution du produit traité.
- Investissement initial réduit : pour un même débit de produit traité, cette technologie nécessite des outils de capacité moindre que pour l'hydrodistillation.
- Dégradations thermiques réduites pour les composés sensibles : la durée de l'opération est réduite et s'effectue à des températures inférieures à 75 °C. À ce titre, notons que l'extrait micro-onde de la marjolaine contient de 10 à 20 fois plus d'acétate de 4-thujanyle que l'huile essentielle, qui contient les produits d'hydrolyse de cet ester (18).
- Extraction plus aisée : dans certains cas, le ou les produits recherchés(s) (principes aromatiques ou autres) sont difficiles à extraire en utilisant seulement la vapeur d'eau. Le procédé assisté par micro-ondes peut s'avérer le mieux indiqué pour l'obtention de ces produits.

Cependant, cette nouvelle technique souffre des faiblesses suivantes :

- Technique sophistiquée, coûteuse de fonctionnement et d'application limitée ;
- Présence de solvant ;
- Présence de rayonnement « micro-ondes » qui requiert une maîtrise d'œuvre spécialisée.

### **4.3. Les procédés modernes d'entraînement à la vapeur d'eau**

Les techniques d'entraînement à la vapeur d'eau décrites précédemment (§1.1.2) sont très anciennes et ont montré leurs limites depuis longtemps. On trouve aujourd'hui sur le marché des procédés plus récents et plus efficaces mais malheureusement beaucoup plus chers.

#### 4.3.1. Le procédé EYSSERIC ou distillation à "bain-marie"

Ce procédé a été breveté et mis sur le marché par la société EYSSERIC (France) (19). L'unité à "bain-marie" basse pression, comporte une cuve de distillation, placée dans un bain-marie. Il s'agit de deux enceintes concentriques. Celle de l'intérieur représente l'alambic où s'effectue le chargement du matériel végétal et sa distillation. Celle de l'extérieur, servant de générateur de vapeur et donc remplie d'eau à ébullition, sert en même temps de bain-marie pour la première.

Le temps d'extraction est généralement réduit avec ce mode de distillation. En effet, une opération complète de distillation dure une heure, pour une distillerie simple avec une seule cuve, alors qu'on réalise trois opérations complètes toutes les deux heures pour une distillerie double, soit deux cuves.

Cet appareil aurait les avantages suivants : il ne demande pas de chaudière séparée mais il a tous les avantages d'une vapo-distillation. De plus, l'alambic est toujours et partout à 100 °C. Il n'y a jamais de risque de surchauffe et la condensation de la vapeur produisant de l'eau liquide, au fond de l'alambic, est réduite au minimum.

#### 4.3.2. Le procédé AGRAROMES ou extracteur HDF (21)

Ce procédé dit "distillation par hydrodiffusion" (HDF) comme l'appelle le constructeur est breveté et commercialisé par la société AGRAROMES (SUISSE). En général, la production des huiles essentielles est basée sur un principe de distillation où la matière végétale est soumise à un courant de vapeur la traversant de bas en haut. Dans l'extracteur HDF la vapeur traverse le végétal de haut en bas, en utilisant la pesanteur comme force de déplacement de la vapeur (20).

Le concept de cet appareil de distillation exploite logiquement l'action osmotique de la vapeur d'eau qui libère, sous forme azéotrope, l'huile essentielle contenue dans les cellules végétales : c'est l'*hydrodiffusion*. On obtient ainsi un produit de caractéristiques particulières pour lequel le constructeur de cet appareil préconise des utilisations particulières. Il s'agit en fait d'un élargissement de gamme de produits aromatiques extraits des plantes à huiles essentielles.

D'après le constructeur, ce procédé apporte des avantages majeurs qui se traduisent en économie de temps (la durée de distillation peut être réduite à 20 minutes, voire moins), de vapeur, d'eau et d'énergie, ainsi qu'en amélioration qualitative de l'huile extraite.

#### 4.3.3. Le procédé AROMA PROCESS (France) ou turbodistillation

Dans ce procédé, le matériel végétal est d'abord traité par un puissant dispositif de broyage humide. Le matériel végétal ainsi broyé, est entraîné en continu, grâce à un tapis roulant vers l'enceinte d'entraînement à la vapeur d'eau. Dans celle-ci, le matériel végétal est entraîné à l'aide d'une vis sans fin. La vapeur produite par le générateur de vapeur, arrive dans l'enceinte d'extraction d'huile essentielle à contre-courant du matériel végétal. Celui-ci forme à l'entrée de l'enceinte un bouchon suffisamment compact pour empêcher l'échappement de vapeur chargée d'huile essentielle. Celle-ci est collectée dans une conduite menant au système de réfrigération. C'est un système fonctionne en continue.

Ce système produit, d'après le constructeur, quatre fois plus d'huile essentielle par heure, qu'un alambic classique de même capacité, tout en consommant deux fois moins de vapeur par kilogramme d'huile produite. Le constructeur souligne également d'autres caractéristiques particulières comme la décantation à température contrôlée et la rapidité du traitement.

#### 4.3.4. Les containers à distiller (7)

Ce type d'équipement a été mis en exploitation au Nord-Ouest des États-Unis d'Amérique (dans les états d'Orégon et de Washington en particulier) au cours des années cinquante, essentiellement pour l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles de menthes. Ce matériel a été par la suite généralisé partout dans le monde dans les grandes exploitations de menthe, de lavande, de lavandin, etc.

Dans ce montage, l'alambic est un cube ou un parallélépipède en acier ordinaire de grande capacité (20 à 30 m<sup>3</sup> de volume utile). Ledit alambic est équipé pour être remorqué par un tracteur qui le déplace entre le lieu de récolte de la matière première et la distillerie. Sur l'exploitation, le container est couplé à une moissonneuse adaptée à la plante à couper. Cette dernière coupe le matériel végétal, le hache et le transfère directement au container entièrement ouvert par le haut (Fig. 12).

Dans la distillerie, le container est d'abord hermétiquement fermé à l'aide d'un couvercle approprié (Fig. 13a et b). L'alambic est ensuite connecté à une source de vapeur de très grand débit (de l'ordre d'une tonne par heure). Installé à la base du container, un système de diffusion de la vapeur permet de répartir cette dernière, de la manière la plus régulière possible, sur toute la charge du matériel végétal qu'elle traverse du bas en haut. La distillation dure de 60 à 90 min.

Au retour sur le champ d'exploitation et grâce à un système de benne et d'ouverture arrière du container, celui-ci déverse son contenu de masse végétale épuisée. Cette dernière est répandue sur le sol pour servir d'amendement en vue des prochaines cultures. Après son nettoyage, le container peut être utilisé pour une nouvelle opération : coupe-chargement, transport vers la distillerie, distillation, transport de la biomasse épuisée vers les champs.

Ce type d'équipement est bien indiqué pour des cultures en grandes surfaces (plusieurs dizaines d'hectares, voire des centaines d'hectares), bien desservies en voies d'accès pour des grands engins. Il peut être alors économiquement justifié : économie en main d'œuvre, meilleure qualité du produit, grande capacité de traitement, facilité de gestion des sous produits et protection de l'environnement, ...



Figure 12. La récolte : alambic de distillation en container sur champ de lavandin (7).  
*Avec l'aimable permission de reproduction de l'auteur.*

## **5. EXEMPLES DE TECHNOLOGIES DE DISTILLATION TRÈS SIMPLES UTILISÉES AU MAROC**

De nombreux professionnels travaillant dans la production d'huiles essentielles au Maroc utilisent encore des technologies très simples. Celles-ci ont l'avantage d'être d'utilisation facile, peu coûteuses et bien adaptées aux utilisations dans des milieux très difficilement accessibles. Ces technologies s'adaptent également bien pour l'exploitation des petites productions, spontanées ou de cultures, réparties sur des zones éloignées les unes des autres. La gestion d'une distillerie de ce type ne demande qu'une expérience sur le terrain. C'est une technologie dont les produits ont toujours leur place sur le marché international des huiles essentielles. Pour l'ensemble de ces raisons, il a semblé utile de décrire cette technologie comme elle se présente aujourd'hui.

### **5.1. Les équipements**

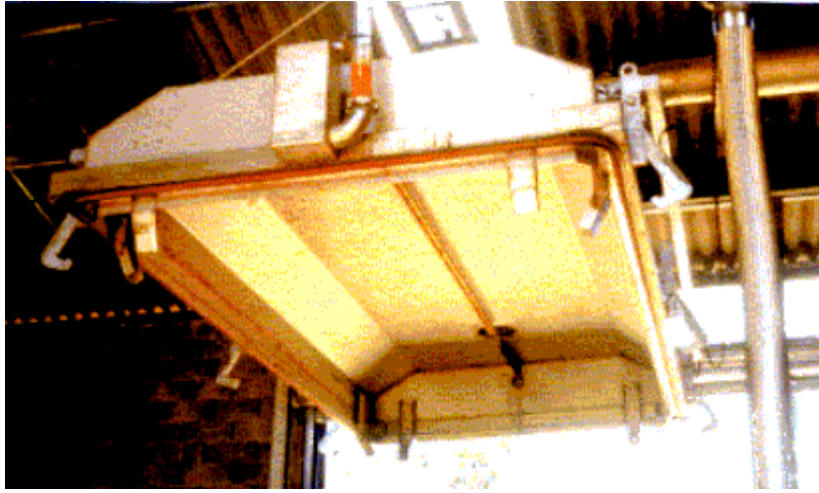
L'équipement utilisé peut être décrit comme suit:

#### **5.1.1. Un alambic à feu nu**

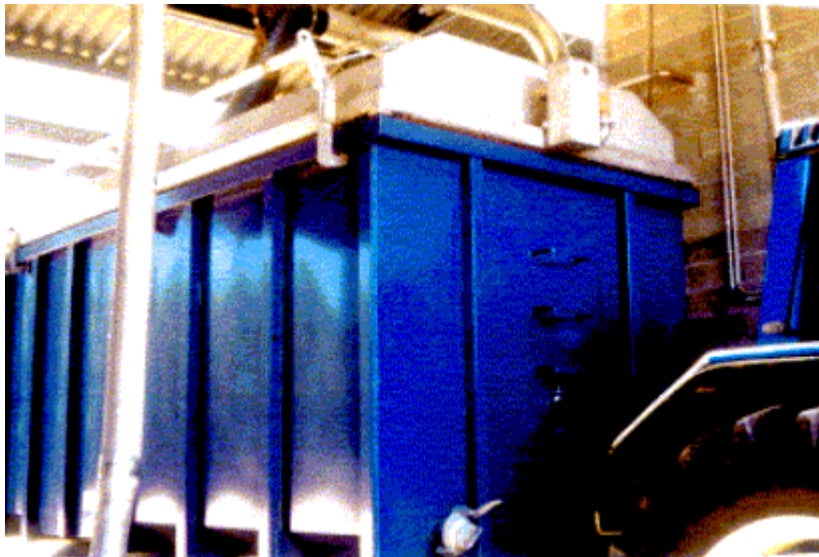
Il s'agit d'un cylindre en acier doux de 2 à 2,5 mm d'épaisseur, 2 m de hauteur et 1,50 m de diamètre. Ce cylindre est partagé en deux parties : la partie inférieure (50 cm de hauteur)



contient de l'eau pour la production de vapeur (partie "chaudière"). Cette partie est séparée du reste de l'alambic par une grille métallique qui supporte la biomasse végétale à traiter (Fig. 14).



13a



13b

Figures 13. Alambic de distillation en container parallélépipédique à la distillerie (7)

A : couvercle levé ; B : Caisson fermé pour la distillation.

*Avec l'aimable permission de l'auteur.*

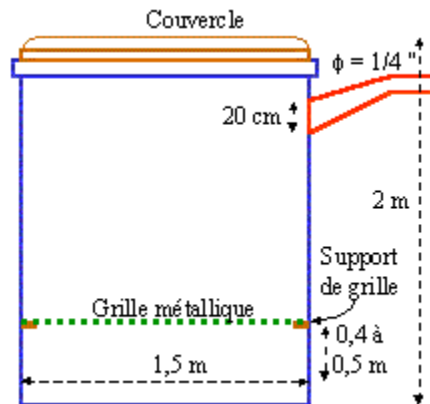


Figure 14. Schéma d'un alambic classique utilisé au Maroc pour la distillation de plantes aromatiques.

### 5.1.2. Le couvercle

Il est amovible et attaché sur l'alambic par un système d'agrafes métalliques. L'étanchéité est assurée par des joints flexibles et complétée par de l'argile sous forme de boue suffisamment épaisse pour colmater les fuites éventuelles de vapeur.

### 5.1.3. La vapeur

Elle est produite dans la partie "chaudière", traverse la biomasse végétale, se charge en constituants volatils de la plante et quitte l'alambic par le *col de cygne* pour entrer dans le système de réfrigération (Fig. 14).

### 5.1.4. Le système de réfrigération

Le serpentin est constitué de tubes cylindriques en zigzag (Fig. 15). Ce serpentin plonge dans un bassin d'eau, généralement construit en terre et alimenté par un courant d'eau continu. Cette eau est prise dans la rivière sur le lit de laquelle est installée l'unité de distillation, grâce à une déviation construite pour cet objectif. Parfois le serpentin est placé directement dans le cours d'eau. Dans d'autres cas, le bassin est alimenté manuellement et de façon discontinue. Le condensat est récupéré dans un essencier de conception très simple (Fig.16).

Par décantation, l'huile essentielle se sépare de l'eau et flotte à la surface. À la fin de l'opération, on récupère l'huile à l'aide d'un verre ou d'une louche. On termine la séparation huile essentielle / eau sur place à l'aide de procédures diverses telle que la confection d'une "ampoule à décanter", avec une bouteille d'eau minérale de récupération.

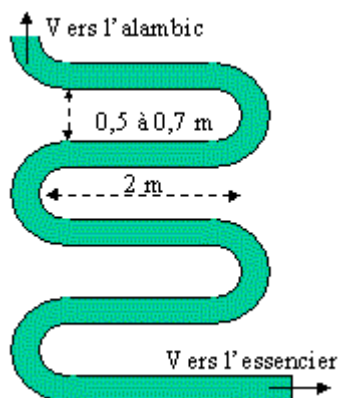


Figure 15. Le condenseur (serpentin en zigzag).

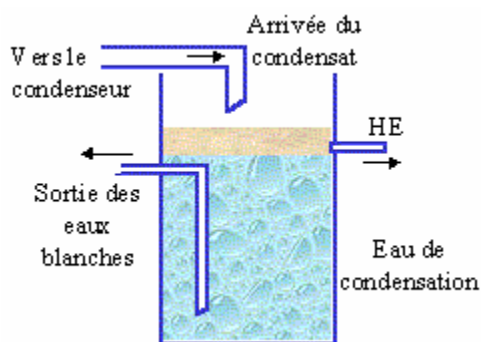


Figure 16. Essencier pour la récupération des huiles essentielles.

## 5.2. Montage de l'alambic pour la distillation

L'alambic est généralement enterré jusqu'à la moitié ou aux deux tiers de sa hauteur. Sous l'alambic est ménagé un foyer pour la production de l'énergie nécessaire à l'évaporation de l'eau dans la partie "chaudière". La vapeur produite circule du bas en haut au travers de la masse végétale et entraîne, dans son trajet, les constituants volatils de la plante. Du côté opposé au foyer, on installe une petite cheminée pour l'élimination des gaz de combustion. On installe généralement l'alambic sur le bord d'un oued; ce qui permet :

- l'enterrement d'une partie de l'alambic,
- l'aménagement d'un foyer accessible facilement,
- l'accès à un système de réfrigération simple (Fig. 17 et 18).

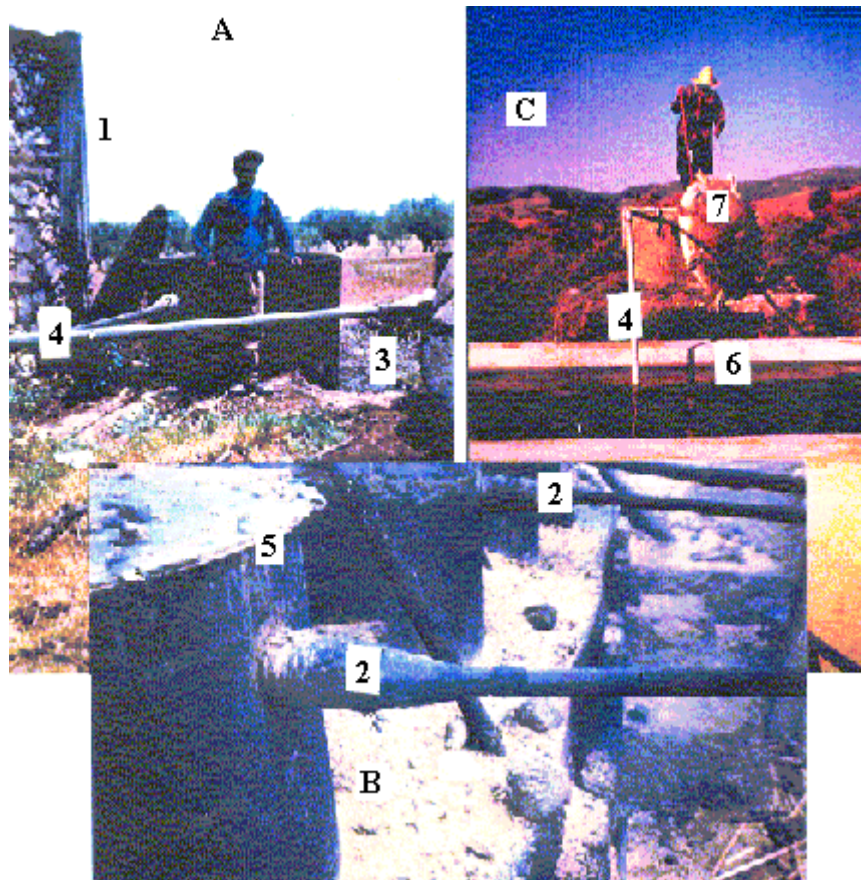


Figure 17. Montage d'un alambic classique de distillation des plantes aromatiques (plantes spontanées dans des endroits isolés) (Photos B. Benjilali).

A: Alambic enfoui dans la terre jusqu'à mi-hauteur environ; 1 = cheminée; 2 = col de cygne; 3 = foyer; 4 = conduites vers les condenseurs. B = Système de fermeture à agrafes (5). C = Chargement et tassement de l'alambic; 6 = Bassin de refroidissement construit en béton; 7 = Système de fermeture avec volons et tiges filetées.



- a- Serpentin plongé dans un cours d'eau naturel ou artificiel (déviation d'un cours d'eau pour les besoins de l'opération).



- b- Bassin de refroidissement construit en dur.

Figure 18. Exemples de systèmes de refroidissement rencontrés chez plusieurs professionnels au Maroc (Photos B. Benjilali).

### 5.3. Le procédé de distillation

Le procédé de distillation peut être ainsi résumé :

- 1- On remplit en eau, la partie inférieure de l'alambic, par le haut et manuellement à l'aide d'un seau.
- 2- On charge l'alambic proprement dit avec le matériel végétal, toujours manuellement à l'aide de fourches. Le tassement est réalisé par les ouvriers qui montent régulièrement dans l'alambic au-dessus du matériel végétal (fouillage au pied).



3- Une fois le chargement terminé, on ferme l'alambic avec son couvercle et on essaie d'assurer autant que possible l'étanchéité avec des agrafes métalliques et de l'argile sous forme de boue. Certains appareils chez les mêmes distillateurs sont munis de tiges filetées avec volons qui assurent une meilleure fermeture (Fig. 17).

4- On met en marche le chauffage pour la production de la vapeur nécessaire à l'entraînement de l'huile essentielle.

5- Après 3 à 4 h (dans le cas du myrte, du romarin, ou de l'armoise) on arrête le chauffage et on ouvre l'alambic. On laisse refroidir un certain temps.

6- On procède alors au déchargement manuel de l'alambic (à l'aide d'une fourche).

7- On ajoute l'eau froide dans la partie "chaudière" de l'alambic pour compenser la vapeur produite dans la distillation précédente.

8- On recharge l'alambic en matériel végétal et l'opération recommence.

#### **5.4. Avantages et inconvénients de ce type de technologie**

Ce système de distillation, nous l'avons déjà souligné, a l'avantage d'être simple d'utilisation, peu coûteux et facilement transportable. Mais il comporte beaucoup de points faibles :

1- Le chauffage direct à feu nu peut créer des points de surchauffe le long de la paroi métallique de l'alambic (§ 1.1.2.b) et donc favoriser l'apparition d'artefact, en particulier la note de brûlé dans le produit final.

2- Le système n'utilise pas de façon optimale l'énergie produite par la combustion du bois ou toute autre source d'énergie. Les gaz de combustion qui s'échappent de la "cheminée" sont encore très chauds. Ils peuvent être utilisés au préchauffage de l'eau à ajouter dans l'alambic par exemple.

3- Les trois contraintes du montage, décrites dans le § 5.2 (enterrement de l'alambic à plus de la moitié de sa hauteur, aménagement sous l'alambic d'un foyer facilement accessible et accès facile à une source de refroidissement, généralement un cours d'eau) conduisent parfois à des situations absolument incohérentes : le circuit d'acheminement de la vapeur chargée d'huile essentielle passe directement au-dessus des flammes sortant du foyer (Fig. 19) ce qui favorise la dégradation thermique du produit et affecte donc sa qualité et en particulier sa couleur qui devient brune. L'huile essentielle produite dans ces conditions peut également acquérir une odeur et / ou un goût de brûlé.

4- Ce procédé prend beaucoup de temps : une durée de distillation de 3 à 4 h pour le romarin est trop longue. Avec certains procédés modernes tel que le procédé HDF par exemple, cette durée est de 30 min.

5- Une durée de distillation trop longue se traduit par une consommation d'énergie globale anormalement élevée. Si on ajoute à ceci le manque d'efficacité thermique mentionné ci-dessus (5.4.2.), on comprend mieux, combien est déficient sur le plan énergétique ce système de distillation.

6- Le procédé de distillation utilisé est pénible pour les ouvriers. Il existe pour le chargement et le déchargement des moyens simples, moins pénibles et plus efficaces, tels que l'utilisation de palans au moins pour le déchargement de l'alambic. Toutefois, l'installation de ces autres systèmes n'est pas toujours évidente pour des petites distilleries que l'on déplace souvent et qui fonctionnent dans des endroits isolés.

7- La géométrie de l'essencier ne facilite pas la récupération de l'huile essentielle. Il existe d'autres équipements, pas tellement plus compliqués ni coûteux, mais beaucoup plus efficaces (Fig. 9 et 20).



Figure 19. Exemples de montages erronés qu'on peut rencontrer chez certains professionnels au Maroc (Photos B. Benjilali).



Figure 20. Vues d'essenciers de différentes qualités (Photos B. Benjilali).  
a. Essencier artisanal très peu performant (Cf. Fig. 16).  
b. Essencier de meilleure performance (Cf. Fig. 9).



## 5.5. Quelques données pratiques

### 5.5.1. Charge de l'alambic

Suivant la nature du matériel végétal et son état physique (plus ou moins sec), la charge de ce type d'alambic (dans les conditions de tassement ci-dessus décrites), varie de 500 à 700 kg de matériel végétal pour des plantes telles que l'armoise, le myrte, le romarin, le thym, ou la tanaïsie. Il est à noter que ce matériel végétal ne subit aucun traitement préalable (broyage ou autre).

### 5.5.2. La vitesse de la distillation

La vitesse de la distillation est jugée par le conducteur de l'opération (que les professionnels appellent un « chauffeur ») qui doit avoir une bonne expérience. La vitesse de distillation (donc du chauffage) doit être aussi régulière que possible. On peut l'estimer grâce à la quantité d'eau blanche obtenue, c'est-à-dire la quantité de vapeur condensée. Pour une distillation de 3 h et demi environ, la quantité d'eau blanche est de l'ordre de 70 litres (pour une charge de 500 à 700 kg de matériel végétal) ou 10 à 14 litres d'eau par quintal de matériel végétal, soit un débit moyen de 20 litres par heure et par alambic.

### 5.5.3. Les besoins en eau

Les besoins en eau pour le refroidissement ont été estimés à 12 litres d'eau par kg de vapeur ou 120 à 170 litres par quintal de biomasse végétale traitée (9). L'auteur a fait son estimation en utilisant un réfrigérant avec serpentín en spirale. Or nous avons vu précédemment qu'un serpentín en zigzag, comme celui utilisé traditionnellement au Maroc (Fig. 18), consomme cinq fois plus d'eau que celui en spirale (§2.3.2.) soit 600 à 800 litres d'eau par quintal de matière végétale ou 3 500 à 4 900 litres par charge d'alambic. Cela donne pour une petite distillerie artisanale travaillant avec deux alambics tels que ceux que nous venons de décrire (cuve de distillation de l'ordre de 3 m<sup>3</sup>) pendant 16 h par jour (deux équipes de travail), un besoin en eau pour le condenseur de l'ordre de 28 à 40 t par jour soit un débit moyen de 1,75 à 2,5 t par heure pendant les 16 heures de fonctionnement. Quand on sait que ce type de distillerie est souvent installé dans des régions arides à faibles ressources en eau (distillation d'armoise, de romarin,...), on comprend l'importance de la disponibilité de cette denrée pour le choix du lieu d'installation. C'est peut être aussi stratégique que la disponibilité de la matière première et les possibilités d'approvisionnement en cette dernière.

### 5.5.4. La biomasse épuisée et la production d'énergie

Dans les conditions de distillation ci-dessus décrites, la biomasse résiduelle (résidus de distillation) suffit à couvrir au moins 80 % des besoins en énergie (cas de la tanaïsie, par exemple). Mais dans beaucoup de cas, cette biomasse dépasse les besoins (cas du romarin, par exemple). Il faut cependant noter que les conducteurs de la distillation préfèrent le bois parce qu'il est plus facile à gérer.

### 5.5.5. Le calorifugeage des alambics et conduites

Dans les procédés ci-dessus décrits, on n'utilise aucun système de calorifugeage, exception faite de l'effet d'isolement obtenu lorsqu'une partie de l'alambic est enterrée dans le sol (Fig. 17 et 20). Des études ont montré que le calorifugeage n'a pas toujours un effet positif. Il peut réduire la consommation en énergie mais le rendement en huile essentielle et la qualité de cette dernière peuvent en être affectés. Ceci est d'autant plus vrai que le matériel végétal est sec. Pour faciliter l'extraction de l'huile essentielle, le matériel végétal doit être suffisamment humide ce qui exige un minimum de condensation de vapeur sur le matériel végétal (13).

## 6. RÉFÉRENCES

1. E. Guenther, *in* The Essential Oils. Vol. I à VI, D. Van Nostrand company Inc., N.Y. (1965).
2. A. Koedam, J. J. C. Scheffer et A. B. Shendsen, Comparison of Isolation Procedures for Essential Oils, I. Dill (*Anethum graveolens* L.), *Chem. Mikrobiol. Technol. Lebensm.*, **6**; 1-7 (1979).
3. A. Djerrari et J. Crouzet, Influence du mode d'extraction sur la composition de l'huile essentielle de thym (*Thymus vulgaris* L), 4èmes Journées Scientifiques Internationales. Digne-Les-Bains (1985).
4. G. R. Ames et V. S. A. Mathiews, The Distillation of Essential Oils, *Tropical Products Institutes*, **10**(1), 136-149 (1968).
5. G. Collin, communication privée.
6. M. Taoussi, Extraction des huiles essentielles : Effet de la technologie utilisée sur le rendement et la composition chimique de l'huile essentielle. Application à l'*Eucalyptus camaldulensis* Dehn ; mémoire de 3<sup>o</sup> cycle agronomique option : Industries Agricoles et Alimentaires; I.A.V. Hassan II, Rabat (1992).
7. G. Tournaire, Les apports technologiques du sud de la France ou quelques décennies de progrès technologiques dans l'industrie grasse et provençale des huiles essentielles et les extraits aromatiques ; Communication aux 19e Journées Internationales des huiles essentielles ; Digne-Les-Bains (2000).
8. H. Greche, « La tanaise annuelle (*Tanacetum annuum* L.) du Maroc : chimie, chimiotaxonomie, tests biologiques et pouvoir inhibiteur de la corrosion du fer en milieu HCl 1N », Doctorat en chimie appliquée, Univ. Ibn Tofail, Kenitra, Maroc, 1999.
9. F. Muñoz, *in* « Plantas medicinales y aromáticas ; Estudio, cultivo. y procesado », Ed. Mundi-Prensa, Madrid, pp. 365 (1987).

10. J. Garnero, « Quelques problèmes rencontrés au cours de l'obtention, du contrôle et de l'étude de la composition d'une huile essentielle », *Riv. Ital. Ess. Prof., Pl. Off., Ar., Sap., Cosm., Aerosol*, **85**, 105-127 (mars 1976).
11. Hesse et Zeitschel, *J. Prakt Chemie*, (1901) et (1902), cité par Guenther, (1) vol 1, page 198, édition 1972.
12. S. Zrira, B. Benjilali et M. Ismaïlli-Alaoui My, Effets de certains facteurs liés à la technique d'extraction sur le rendement et la couleur des huiles essentielles. *In* : Plantes aromatiques et médicinales et leurs huiles essentielles par : B. Benjilali, M. Ettalibi, M. Ismaïlli-Alaoui et S. Zrira ; Actes Ed., Rabat, 1997.
13. R. C. G. Hagler ; BAILLY, Inc., L'efficacité énergétique dans les systèmes de distribution de vapeur, *In* : Gestion de l'énergie dans les entreprises marocaines, Ministère d'Énergie et des Mines (Royaume du Maroc) (1991).
14. Handbook of Chemistry, The Chem. Rubber Co.
15. P. Pellerin, Supercritical fluid extraction of natural raw materials for the flavour and perfume industry, *Perf. & Flav.*, **16**(4), (1991).
16. M. Ondarza et A. Sanchez, Steam distillation and supercritical fluid extraction of some Mexican spices, *Chromatographia*, **30**(1/2), 16-18 (1990).
17. H. Richard, *in* Épices et Aromates ; A.P.R.I.A. (Paris), pp. 346 (1985).
18. F.-I. Jean, G. J. Collin et D. Lord, Essential oils and microwave extracts of cultivated plants, *Perf. & Flav.*, **17**, 35-41 (mai/juin 1992).
19. Manuel de présentation des équipements, Société F. EYSSERIC & ses FILS (France).
20. Manuel de présentation des équipements, Société AGRAROMES (Suisse).
21. Manuel de présentation, Société AROMA PROCESS (France).