

Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de Master Sciences et Techniques

Gestion et conservation de la biodiversité

Etude Technico-économique d'un projet d'unité de valorisation des Plantes Aromatiques et Médicinales

Présenté par :

Samir JEDDI

Encadré par :

Pr Adnane REMMAL

Pr Saad RACHIQ

Soutenu le 24 Juin 2010 devant les membres de jury:

Président : - Pr Saâd RACHIQFST- Fès
Examineur : - Pr Adnane REMMAL.....FSDM-Fès
- Pr Bouchra OUMOKHTAR.....Faculté de Médecine et Pharmacie – Fès
- Pr Hakima SQUALI HOUSSAINI.....FST-Fès
- Dr Omar IDRISSI.....Sté Florarome – Fès
- Pr Saâd IBNSOUDAFST- Fès

Stage effectué au : Laboratoire de Biotechnologie des plantes aromatiques

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I: ETUDE DE LA BIODIVERSITE AU MAROC.....	5
1. Etat des écosystèmes.....	6
2. Etat des écosystèmes terrestres au Maroc.....	6
3. Plantes aromatiques et médicinales au Maroc.....	8
3.1. Transformation.....	8
3.2. Exportation.....	8
3.3. Contraintes liées à l'exploitation des PAM.....	9
3.4. Contraintes liées à l'extraction des HE.....	10
3.5. Inconvénients du procédé.....	10

CHAPITRE II : ETUDE TECHNIQUE D'UN PROJET D'UNITE DE VALORISATION DES PLANTES AROMATIQUES ET MEDICINALES (PAM).....13

A. PRODUCTION DES PLANTES SECHEES.....	14
I. Récolte.....	14
II. Séchage.....	15
1. Techniques de Séchage des (PAM).....	15
1.1 Grandeurs thermodynamiques conditionnant l'opération de séchage.....	15
1.2 Séchage par entraînement.....	21
1.3 Procédés de séchage des PAM.....	22
1.3.1 Séchage.....	22
naturel.....	
1.3.2 Séchage.....	23
industriel.....	
1.3.3 Séchage.....	24
solaire.....	
industriel.....	
utilisant.....	
l'énergie.....	
III. Nettoyage.....	27
1. Découpage.....	27
2. Dépoussiérage.....	27
3. Nettoyage mécanique.....	27
4. Triage.....	27
IV. Procèdes de Nettoyage des PAM.....	27
1. Technique traditionnelle.....	27
2. Technique intermédiaire.....	28
3. Technique moderne.....	29
V. Conditionnement et stockage des plantes.....	31
B. TECHNIQUE DE LA TISANERIE.....	32
I. Préparation des infusions.....	32
1. Analyses de laboratoire.....	32
2. Mélange des plantes.....	32
3. Emballage et stockage du produit fini.....	32
C. TECHNIQUES D'OBTENTION DES EXTRAITS AROMATIQUES ET DES HUILES ESSENTIELLES.....	34
I. Technique générales.....	34
1. Enflourage.....	34
2. Infusion.....	34
3. Décoction.....	34
4. Macération.....	34
II. Principaux extraits des PAM.....	35
1. Huile Essentielles (HE).....	35
2. Hydrolats Aromatiques (HA).....	35
3. Concrètes.....	35
4. Résinoïdes.....	36
5. Teinture.....	36
6. Pommade florale.....	36
7. Absolues.....	36

III. Extraction.....	36
1. Extraction par pression.....	36
2. Extraction par solvants.....	37
IV. Etude technique d'appareille d'extraction par solvants.....	38
1. Extracteur.....	38
2. Cuves de stockage.....	39
3. Produits extraits.....	40
3.1 Traitements alcooliques.....	40
3.2 Matériel utilisé.....	41
V. Nouvelles techniques d'extraction.....	43
1. Extraits au CO2 supercritique.....	43
2. Extrait aux micro-ondes.....	44
D. TECHNIQUES DE DISTILLATION DES PLANTES AROMATIQUES.....	47
1. Mécanisme de la distillation par entraînement à la vapeur d'eau.....	47
2. Etapes de distillation.....	47
3. Etude technique des différentes étapes de distillation.....	48
3.1 Volume et capacité de charge d'un alambic.....	48
3.2 Production de vapeur d'eau.....	49
4. Appareillage de distillation des plantes aromatiques.....	52
4.1 Hydrodistillation.....	52
4.2 Vapohydrodistillation.....	57
4.3 Vapodistillation.....	57
5. Procédés modernes.....	59
5.1 Hydrodiffusion.....	59
5.2 Procédés en continu.....	60
6. Stockage.....	60
E. VALORISATION DE RESIDUS VEGETAUX DE DISTILLATION.....	62
F. CHAPITRE III: ETUDE PILOTE DE VALORISATION DES PAM.....	63
SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE.....	64
I. Généralité sur <i>Citrus aurantium L., Spp.amara Engl.</i>.....	64
1. Taxinomie et description botanique de la plante.....	64
2. Origine et répartition géographique.....	65
3. Usages traditionnels.....	65
4. Les Parties de la plante utilisée.....	65
5. Compositions chimiques et effets thérapeutiques.....	66
5.1. Huile essentielle de néroli bigaradier.....	66
5.2. Propriété thérapeutique.....	68
5.3. Huiles essentielles de petit-graine bigaradier.....	69
5.4. L'eau florale de bigaradier.....	69
II. Généralité sur <i>Pelargonium asperum</i> (Géranium rosat).....	70
1. Taxinomie et description botanique de la plante.....	70
2. Usages traditionnels de géranium.....	70
3. Compositions chimiques de géranium.....	71
3.1 Huiles essentielles du géranium.....	71
3.2 L'eau aromatique du géranium.....	71
III. Généralité sur <i>Salvia officinalis L.</i> (sauge officinale).....	73
1. Taxinomie et description botanique de la plante.....	73
2. Ecologie et aire géographique.....	73
2.1 Ecologie.....	73
2.2 Aire géographique.....	73
3. Usages traditionnels de la sauge officinale.....	74
4. Compositions chimiques.....	74
5. Propriété thérapeutique.....	74
IV. Le prix d'HE et HA des plantes étudiées.....	74
MATERIELS ET METHODES.....	77
I. Matériel végétal.....	77
1. Récolte des plantes aromatiques.....	77
2. Nettoyage.....	77
3. Séchage primaire des plantes.....	77
2 Distillation.....	77
1. Matériel de distillation.....	77
2. Principes de vapohydrodistillation.....	78
2.1. Capacité de charge d'un alambic en matière végétale.....	78
2.2. Capacité de charge d'un alambic en eau.....	78

LISTE DES ABREVIATIONS

PAM	Plantes aromatiques et médicinales
CNRF	Centre national de la recherche forestière
EACCE	Etablissement autonome de contrôle et de coordination des exportations
H	Humidité
a_w	Activité d'eau du produit
M_i	Masse de l'échantillon avant l'étuvage
M_f	Masse du produit après l'étuvage
HR	Humidité relative
P_s	Pression de la vapeur d'eau dans l'air saturé
P_{ve}	Pression partielle de la vapeur d'eau dans l'air considéré
HRE	Humidité relative d'équilibre
$P_é$	Pouvoir évaporatoire
W_1	Teneur en eau de l'air considéré
W_2	Teneur en eau de l'air saturé
HE	Huile essentielle
HA	Hydrolat aromatique
T_c	Température critique
P_c	Pression critique
B_{vapeur}	Besoin en vapeur
PC	Principaux combustibles
PCI	Pouvoir calorifique inférieur
$Q_{e.f}$	Masse d'eau de refroidissement en kg par quintal de végétal
Q_v	Masse de vapeur consommée en kg par quintal de végétal
$T_{e.f.s.c}$	Température d'eau de refroidissement à la sortie du condenseur
$T_{e.f.e.c}$	Température d'eau de refroidissement à l'entrée du condenseur
CGSM	Chromatographie gazeuse - spectrométrie de masse
FMAT	Flore mésophile aérobie totale
BHI	Bovine Heart Infusion
TSA	Tryptone Soy Agar
CFU	Colonie formant unité

INTRODUCTION GENERALE

Le Maroc est un pays riche en biodiversité. De par sa situation géographique particulière à l'angle Nord-ouest du continent Africain entre 21° et 36° de latitude de Nord et entre le 1^{er} et le 17^{ème} degré de longitude Ouest, le Maroc jouit d'une position privilégiée avec une façade maritime de 3446 Km de long s'ouvrant sur la méditerranée et l'océan atlantique.

Cette position géographique particulière confère au Maroc une gamme exceptionnelle de bioclimats très variées allant de l'humide et de sub-humide au saharien et désertique en passant par l'aride, le semi-aride et le climat de haute montagne dans le rife, le moyen et le haut atlas où les altitudes dépassent respectivement 2500, 3000 et 4000m (La grande Encyclopédie du Maroc : Flore et Végétation).

Tous ces facteurs accordent au Maroc une large bande de végétation très variée notamment les Plantes Aromatiques et Médicinales (PAM) dont plusieurs dizaines d'espèces existant à l'état spontané (Armoise, romarin, menthe pouliot, thym, origan, etc.) ou en culture (Rosier, Verveine, Jasmin, Lavande, Menthe verte, Menthe poivrée, Sauge, Géranium, etc.) (Gullen et coll., 1986). Ces plantes renferment des huiles essentielles et d'autres substances pouvant être utilisées en alimentation (arômes), en parfumerie (molécules odorantes), en thérapie (principes actifs) ou en cosmétique (substances traitant la peau et les cheveux)...

La pression exercée sur les ressources naturelles en plantes aromatiques et médicinales du Maroc a entraîné une surexploitation de ces ressources, et une dégradation des milieux écologiques et des écosystèmes naturels qui les contiennent (Benjilali et Zrira, 2005). En effet, un grand nombre d'espèces végétales est menacé par la disparition ou en voie de disparition et plusieurs écosystèmes subissent une dégradation préoccupante. Toutefois, il existe des causes multiples qui restent toujours difficiles à élucider.

D'après les études du centre national de la recherche forestière, (1997), le rythme de la destruction de la biodiversité au Maroc est de 17500 espèces animales et végétales par an. Depuis quelques années, l'érosion génétique n'est plus simplement un phénomène de disparition d'espèces particulières mais actuellement on trouve la disparition entière des écosystèmes. Donc, la protection des ressources phytogénétiques du pays est nécessaire et n'est pas contraire à une bonne exploitation et une bonne valorisation notamment des plantes aromatiques et médicinales (PAM).

Dans ce travail nous essayerons de simuler une étude technico-économique d'un projet industriel ayant pour objectif de valoriser les ressources naturelles en plantes aromatiques et médicinales. La production de ce projet serait sous forme :

- ✓ De plantes (ou partie de plantes) séchées.
- ✓ D'extraits sous formes d'huiles essentielles, d'eaux florales, extraits sec...etc.

En valorisant ces ressources naturelles nous pouvons augmenter leur valeur commerciale et ainsi encourager leur préservation et leur culture.

CHAPITRE I: ETUDE DE LA BIODIVERSITÉ AU MAROC

1. Etat des écosystèmes

Les écosystèmes naturels du Maroc (terrestres, zones humides, côtiers et marins) sont caractérisés par leur diversité et par leur richesse en espèces animales et végétales. Cette

richesse est le résultat d'une histoire naturelle particulière dans une région constituant un carrefour pour les flux génétiques entre l'Afrique, l'Europe et le Moyen Orient, avec une spécificité méditerranéenne.

2. Etat des écosystèmes terrestres au Maroc

Selon le secrétariat d'état chargé de l'environnement (1997), les écosystèmes terrestres appartiennent à 37 types (Tableau 1), Avec une prédominance des écosystèmes forestiers stricts (forêts) et des écosystèmes pré forestiers (matorrals, steppes, etc.).

Tableau 1 : Ecosystèmes terrestres

Ecosystèmes	Nombre
Forestiers méditerranéens	12
Méditerranéens, pré forestiers et pré steppiques	12
Méditerranéens steppiques	3
Sahariens	6
Spécialisés	4
Total	37

Les forêts, les steppes et certaines autres formations naturelles terrestres occupent près de 9 million d'hectares, soit 12,6% du territoire national (Figure 1). Selon le rapport sur l'état de l'environnement au Maroc (1988), le taux de boisement du pays et de l'ordre de 9% (reboisement inclus); pourcentage qui demeure inférieur aux normes nécessaires à un équilibre écologique et environnemental (taux optimal de 15à 20 %).

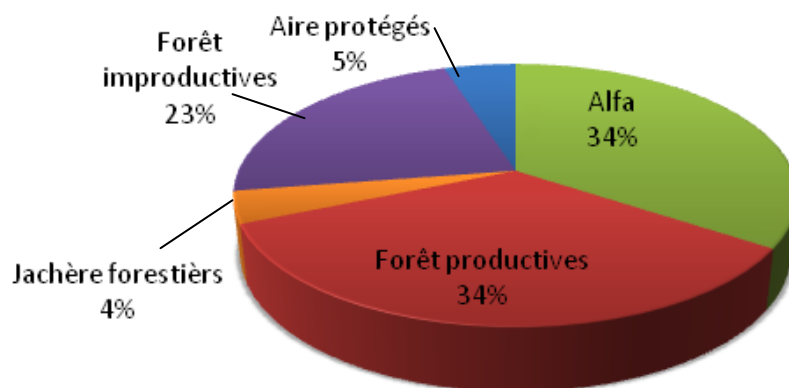


Figure 1 : Répartition des formations des écosystèmes terrestres

Les forêts naturelles occupent une surface de 5,8 millions d'hectare, avec 82 % feuillus et 18 % de conifères (Tableau 2).

Tableau 2 : Etat de la répartition des surfaces par essence des forêts naturelles. (Programme Forestier National ; MCEF, 1998)

Essence	Ha	% des feuillus	% du Total
Essences feuillus			
Chêne liège	350 000	7%	6%
Chêne à feuilles caduques	126 000	3%	2%
Chêne vert	1360 000	29%	24%
Arganier	830 000	17%	14%
Acacias sahariens	1128000	24%	20%
Essence secondaires	956 000	20%	16%
Total feuillus	4750 000	100%	82%
Essences résineuses			
Cédraie l'Atlas	132 000	12,5%	2%
Pin maritime et pin d'Alep	80 000	7,5%	1%
Thuya de Berbérie	600 000	56,5%	11%
Genevriers Rouge et Thurifère	240 000	22,5%	4%
Cyprès de l'Atlas	6 000	0,5%	NA*
Sapin du Maroc	6 000	0,5%	NA*
Total résineux	1 064 000	100%	18%
Total général	5 814 000		

NA*= non applicable

Cependant, Ces écosystèmes forestiers nationaux sont fragiles, vis-à-vis des pressions qu'ils subissent.

En effet, les conditions climatiques sévères (sécheresses prolongées), incendies, attaques parasitaires, difficulté de se maintenir par une régénération naturelle, surexploitation notamment pour le bois de feu et des plantes pour l'usage et commercialisation, etc. font que les ressources naturelles ne sont plus en équilibre stable.

Les évaluations de l'état actuel des forêts naturelles permettent de dégager localement des états de santé : Très bien conservé, Bien conservé, Peu dégradé, Assez dégradé, Très dégradé. A l'exception de certaines formations relativement bien préservées, la majorité des écosystèmes sont dans un état plus ou moins avancé de dégradation. La surexploitation forestière alarmante est évaluée en 1995 à 31.000Ha de surfaces forestières perdues chaque année. Les régions les plus touchées sont le Rif et le Haut Atlas. (Centre National de la Recherche Forestière (CNRF), 1997). Selon le rapport sur l'état de l'environnement au Maroc entre 1991 et 1997, la surface perdue par l'urbanisation est estimée à 1.000 ha/an.

3. Plantes aromatiques et médicinales au Maroc

Au moins 35 000 espèces végétales sont utilisées dans le monde à des fins médicales. Alors que les médicaments industriels les plus importants sont produits à partir de 90 espèces environ. Les remèdes traditionnels utilisés dans les pays en développement sont généralement élaborés à partir de mélanges d'herbes issus de collectes sauvages.

Au Maroc, la production en plantes aromatiques et médicinales est très difficile à cerner pour deux raisons essentielles : L'absence de statistiques nationales et/ou régionale fiables et l'irrégularité des productions qui sont issues essentiellement de peuplements spontanées. Les seules estimations disponibles sont celles émanant de l'Administration des Eaux et Forêts qui gère l'exploitation des domaines forestiers (Secrétariat d'Etat Chargé de l'environnement, 1998).

3.1. Transformation

Les plantes médicinales au Maroc sont exportées, généralement, sous formes de plantes séchées ou sous forme d'extraits aromatiques : huiles essentielles, concrète ou/et absolus. Les unités de transformation marocaines disposent en général de technologie simple et artisanale.

La récolte de la matière première est effectuée par les habitants locaux puisqu'ils peuvent localiser les plantes à récolter. Cependant ces personnes pratiquent rarement les bonnes techniques de récolte, portant ainsi préjudice à la qualité des produits récoltés et aux productions des années suivantes.

Pour les plantes séchées, la transformation reste dans la majorité des cas traditionnelle avec un séchage au soleil ou à l'ombre et des emballages en polypropylène de 30 à 50 kg.

Pour les huiles essentielles, les distillateurs marocains ont recours à la vapohydrodistillation moyennant des alambics mobiles, à feu nu. Les technologies utilisées restent artisanale et la gestion des chantiers de distillation peu performante (EACCE, 2006).

3.2. Exportation

L'exploitation et la culture des PAM est un secteur qui a pris de l'importance pendant les 20 dernières années aussi bien dans les pays développés que dans les pays en voie de développement (Benjilali et Zrira, 2005). Plus de la moitié de la production mondiale en huile essentielle est assurée par les pays en voie développement. Au Maroc, la production nationale est presque complètement destinée à l'exportation.

Les exportations marocaines se font sur diverses destinations dans les cinq continents : Amérique du Nord (USA et Canada), Amérique Latine et du Sud (Mexique, Brésil), Afrique (Tunisie, Gabon, Nigeria...), Europe de l'Ouest et de l'Est, Proche Orient et Extrême Orient, ainsi que l'Australie. (Rapport de l'Agence Américaine pour le Développement International, 2005).

Le tonnage des PAM exportées en 2002, toutes espèces confondues, était de 39 849 tonnes pour une valeur de 547 512 668 dhs. Entre juillet 2004 et juin 2005, le Maroc a exporté environ 51 100 tonnes en PAM pour une valeur de 891 millions de dirhams (Figure 2) (D'après, l'établissement autonome de contrôle et de coordination des exportations (EACCE), 2006).

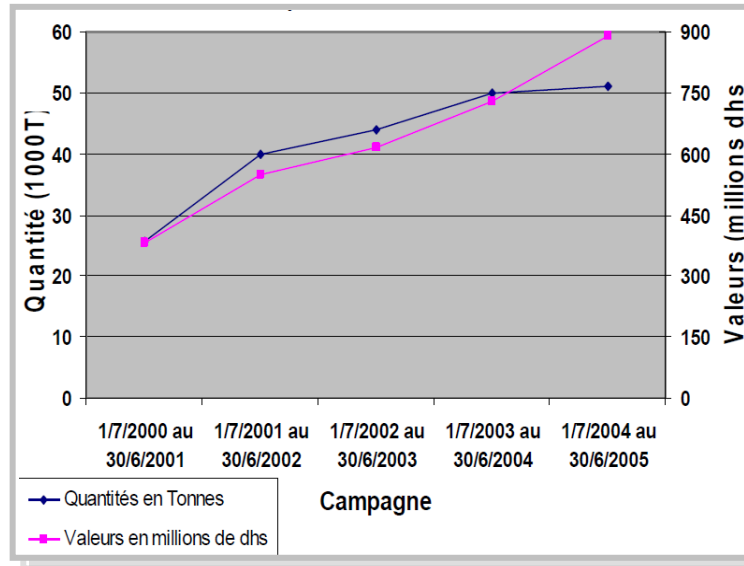


Figure 2 : Total des exportations Marocaines en PAM (EACCE, 2006).

Pour les huiles essentielles, des opportunités existent sur le marché Américain pour les produits marocains à condition qu'ils répondent aux normes américaines de qualités. Comme le graphe ci-dessous le montre, les importations américaines en huiles essentielles sont en augmentation progressive. En 2005, ces importations ont frôlé les 2,6 Milliards de dollars (Figure : 3).

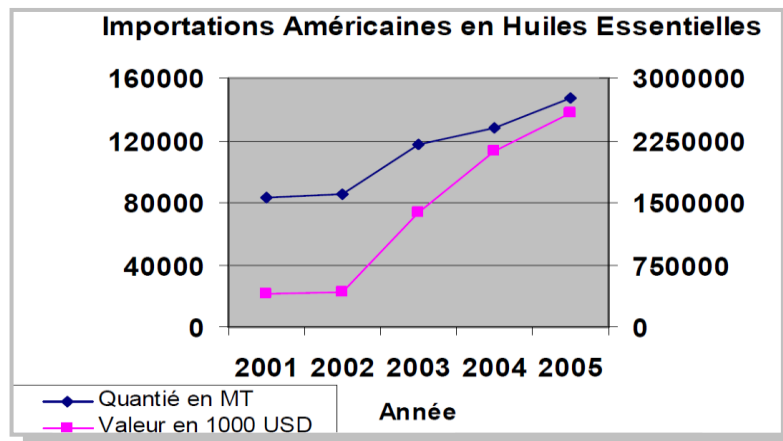


Figure 3 : Importations Américaines en huiles essentielles (US trade, 2006)

3.3 Contraintes liées à l'exploitation des PAM

L'exploitation des plantes aromatiques et médicinales au Maroc tient compte, généralement des conditions particulières de récolte et du souci de la régénération des nappes. Les périodes de fermeture de la récolte sont arrêtées du 15 Novembre au 15 Mars de chaque année. Par exemple pour le Romarin, La faucille est l'outil le plus utilisé pour la récolte. Malheureusement, le manque d'encadrement en ce qui concerne les techniques de coupe, les

ramasseurs (surtout des enfants) s'en passent parfois et préfèrent récolter avec les moyens à leur disposition et parfois en déracinant les plantes avec leurs mains (Figure 4).



Figure 4 : Exemple de mauvaise exploitation des PAM

3.4. Contraintes liées à l'extraction des HE

Malgré les conditions écologiques favorables pour la production d'huiles essentielles de qualité au niveau des plantes, l'extraction reste appuyée sur des techniques très anciennes et sur un matériel techniquement obsolète.

Le procédé utilisé pour extraire les HE est l'entraînement à la vapeur d'eau. Il est réalisé dans un appareil constitué par un générateur de vapeur et d'un alambic en fer noir et rouillé dans des conditions fastidieuses. Il s'agit d'un système artisanal avec des techniques très anciennes et du matériel obsolètes (Photo 1 et 2).



Photo 1: Distillation traditionnelle dans une campagne par un alambic en fer rouillé



Photo 2: Essencier traditionnel en fer rouillé

Actuellement au Maroc, ce mode d'extraction reste le plus employé par les distillateurs artisanaux d'huiles essentielles.

3.5. Inconvénients du procédé

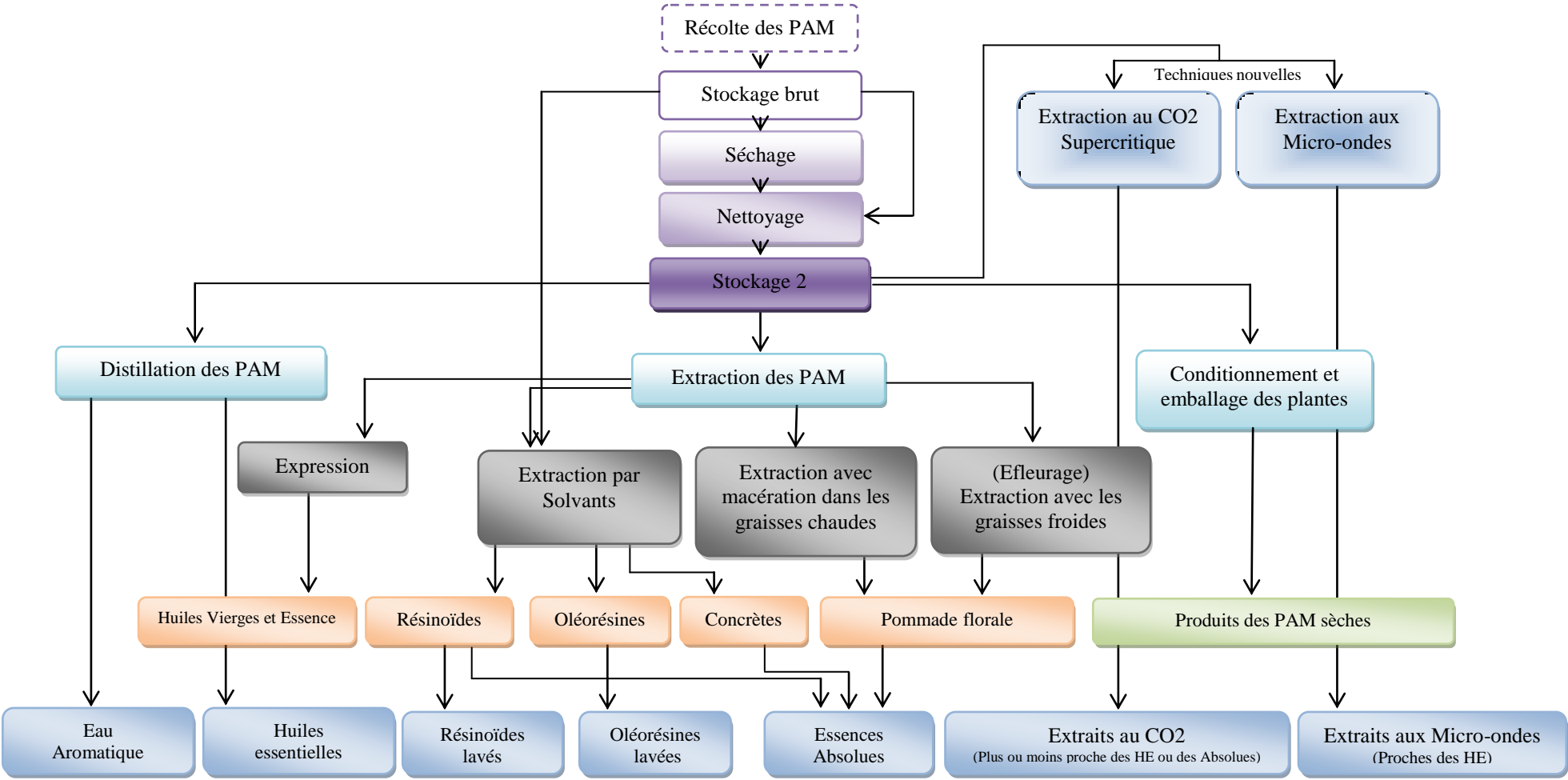
- ✓ Le chauffage direct à feu nu peut créer une dégradation thermique des constituants des végétaux
- ✓ La durée de la distillation est trop longue ce qui se traduit par une consommation d'énergie anormalement élevée
- ✓ Le procédé est pénible pour les ouvriers

- ✓ Les rendements et qualités d'huiles obtenus sont inférieurs à ceux des unités modernes
- ✓ Le produit obtenu n'est pas conformes aux normes internationales de qualité, ce qui en fait un produit de très bas prix.

Conclusion :

L'exploitation abusive et anarchique des ressources naturelles en PAM, les faiblesses techniques et technologiques de production représentent un manque de valorisation de la filière des PAM, au Maroc. Par conséquent, cette filière est un secteur potentiellement rentable au niveau de plusieurs régions du pays et mérite une attention particulière de la part de tous les défenseurs de la biodiversité et des intérêts économiques et sociaux à l'échelle régionale et nationale.

Le schéma ci-dessous représente l'organisation des unités qui gèrent en combinaison entre eux et conduisent à la production des produits finis de bonne qualité. Il s'agit d'un plan général de projet, identifié pour la production des plantes aromatiques et médicinales avec l'installation des différentes unités de secteurs. Le matériel est moderne et respecte les normes internationales en vigueur. L'étude technique de ces unités est détaillée dans le chapitre suivant.



Organigramme représentant une organisation générale des unités pour la valorisation des PAM

CHAPITRE II: ETUDE TECHNIQUE D'UN PROJET D'UNITÉ DE VALORISATION DES PLANTES AROMATIQUES ET MÉDICINALES



A. PRODUCTION DES PLANTES SECHEES

La production des PAM sèches de bonne qualité, concerne les conditions de la chaîne de production, depuis la récolte de la biomasse végétale, jusqu'au conditionnement et stockage final de la matière végétal.

La chaîne de production de plantes sèches en qualité peut être subdivisée en quatre étapes :

- La récolte
- Le séchage
- Le nettoyage
- Conditionnement et emballage des plantes
 - Stockage
 - Conservation

I. Récolte

La récolte conditionne la qualité première et fondamentale de la matière première et, par conséquent, celle du produit fini. La maîtrise des techniques de cette étape détermine, dans une grande mesure, les caractéristiques visuelles. Celle-ci est évaluée par la teneur en débris de tiges, feuilles jaunes (vieillesse), feuilles tachetées et feuilles brisées. Ainsi, une coupe tardive ou trop basse donnerait un taux trop élevé de feuilles jaunes.

Une attaque de rongeurs donnerait des feuilles tachetées et abîmées. La récolte des plantes à l'état spontané au Maroc est souvent réalisée de façon traditionnelle, sans l'encadrement technique nécessaire. Or, ce dernier est non seulement nécessaire pour préserver les peuplements pour les années à venir, mais également pour éviter le risque de mélanges entre espèces voisines ainsi qu'entre variétés ou chemotypes différents.

Un exemple récent cité dans la littérature est celui de l'hybride de *Pelargonium Graveolens*, polluée par la présence d'une mauvaise herbe appelée à la réunion « millefeuilles », est une désignation impropre recouvrant en réalité *Erigeron Naudini*. La présence dans l'huile essentielle de géranium bourbon d'un constituant de la plante contaminante (le décène-2 diène-4,6-oate de méthyle ou ester lachnophyllum cis-2) témoigne de cette pollution végétale (Pierribattesti et coll, 1972). Il peut arriver que l'on distille en même temps des espèces différentes pour des raisons économiques de fraudes ou pour des raisons technologiques (Teisseire, 1969).

a. La période optimale de la récolte

Les techniques de ramassage et de cueillette des plantes aromatiques peuvent varier considérablement selon les espèces et variétés. Il faut autant que possible récolter à un beau temps stable. Pour les plantes destinées à l'aromatization alimentaire ou à la parfumerie et à la cosmétique, généralement, la récolte est au début et/ou en pleine floraison (Staikov, 1959).

Ainsi, le rendement et la composition chimique des huiles essentielles varient selon la période optimale de récolte et de traitement des végétaux odorants (Buil, 1974).

b. Méthode de la récolte des PAM

De façon générale, pour avoir des plantes de qualité qui répondent aux normes de marché de destination, il est important d'éviter : les mélanges d'espèces et de variétés, les coupes trop basses qui donneraient un taux élevé de feuilles jaunes et la présence en quantité excessive de



corps étrangers au produit commercial de la plante comme la poussière, les poiles d'animaux, etc.

Après la récolte, les plantes doivent être transportées, le plus rapidement possible, vers le lieu de séchage.

III. Séchage

Si la récolte constitue l'étape clef pour la maîtrise de la qualité intrinsèque de la matière primaire, l'opération de séchage sera une étape stratégique pour la sauvegarde et la conservation de cette qualité dans le produit fini.

1. Techniques de Séchage des (PAM)

Le séchage est l'une des opérations unitaires du génie des procédés industriels permettant la production des produits secs par l'évaporation partielle ou totale de l'eau d'un corps humide.

L'objectif du séchage étant de faciliter la conservation du produit par la diminution de l'activité de l'eau, de réduire et alléger le volume du produit. Ce qui permet de diminuer les frais de stockage et de transport.

Le séchage peut être réalisé selon deux modes fondamentalement différents, l'ébullition et l'entraînement.

Dans le premier cas de l'ébullition, l'opération consiste à porter le produit à une température telle que son eau soit portée à ébullition ou à sublimation. Cette eau s'élimine du produit à l'état de vapeur.

Dans le cas de l'entraînement, il s'agit de placer le produit dans un courant d'air suffisamment chaud et sec. L'air cède sa chaleur au produit par convection et conduction. Le produit libère son eau en conséquence de l'écart positif entre les pressions de vapeur de l'eau dans le produit, d'une part, et dans l'air, d'autre part. Cette différence constitue le facteur thermodynamique de transfert de l'eau du produit à sécher vers l'air de séchage (Benjilali et Zrira, 2004).

Pour des raisons de coût et de maîtrise des technologies, le dernier mode de séchage (séchage par l'entraînement) est le plus utilisé dans les industries agricoles et alimentaires, en particulier, dans le séchage des PAM.

La vitesse de séchage (Durée de séchage) dépend donc du produit, de la température de l'air, de son degré hygrométrique, de la vitesse de circulation de l'air ainsi que du degré de contact entre l'air de séchage et la masse du produit à sécher.

1.1 Grandeurs thermodynamiques

Dans l'opération de séchage, deux milieux sont mis en contact :

- Le produit à sécher ; Dans notre cas il s'agit d'une plante.
- L'air de séchage ; Il s'agit du fluide qui apporte l'énergie nécessaire à l'évaporation de l'eau à éliminer de la plante et qui sert en même temps à transporter la vapeur d'eau produite par la plante pour l'éliminer vers l'extérieur de l'enceinte du séchage.

Ces grandeurs thermodynamiques sont des paramètres de contrôles. Ils permettent de conditionner l'opération de séchage et dimensionner le séchoir des PAM selon les conditions climatiques du milieu.



a. Humidité (H) et l'activité (a_w) d'eau du produit

La plante à sécher dans notre cas, est caractérisé par deux grandeurs thermodynamiques dont la connaissance est importante pour la maîtrise de l'opération de séchage. Il s'agit de La teneur en eau de la plante et l'activité de l'eau du produit.

La teneur en eau de la plante appelée aussi « humidité de la plante » est généralement exprimée en % de la matière humide. Cette grandeur est habituellement déterminée par étuvage à 104°C jusqu'à poids constant. Souvent, pendant 4h (Bourkhiss et coll, 2009).

H= Humidité en % de matière humide
 M_i = Masse de l'échantillon avant l'étuvage
 M_f = Masse du produit après l'étuvage

$$\text{Humidité (H)} = (M_i - M_f) \times 100 / M_i$$

L'humidité exprime la quantité d'eau existante dans le produit, l'activité de l'eau (a_w) du produit représente la disponibilité de cette eau pour permettre différentes fonctions biologiques ; Activités enzymatiques, réactions biochimiques et la possibilité de développement de micro-organismes dans le milieu.

En effet, la quantité d'eau existante dans le produit n'est pas disponible (ou libre) à 100%. Une partie de cette eau est effectivement libre et peut être, facilement éliminée durant le séchage. L'autre fraction est plus ou moins liée à d'autres constituantes du produit. Son élimination est par conséquent plus difficile.

a_w est une grandeur variant de 0 à 1. Elle exprime une certaine disponibilité :

$a_w = 1$ signifie que l'eau est totalement disponible (libre)

$a_w \sim 0$ signifie que l'eau est totalement liée et qu'il est très difficile de l'éliminer par séchage.

b. Humidité Relative de l'air et son teneur en eau

L'air de séchage, peut être caractérisé par trois grandeurs essentielles pour l'opération de séchage (Benjilali et coll, 2004):

- ✓ Humidité relative, HR
- ✓ Température
- ✓ Teneur en eau, souvent exprimée en g d'eau par g d'air sec

L'humidité relative est définie comme étant le rapport entre la pression partielle de la vapeur d'eau dans l'air considéré (P_{ve}) par rapport à la pression de la vapeur d'eau dans l'air saturé (P_s) à la même température. Ce rapport est généralement exprimé en % :

$$HR = (P_{ve}/P_s) \times 100$$

c. Humidité relative d'équilibre (HRE) et a_w

Quand on met un produit, comme une plante aromatique, en présence d'une quantité d'air dans un milieu fermé, un échange s'opère entre les deux milieux. L'échange concerne la chaleur et l'eau sous forme de vapeur.

Cet échange se poursuit jusqu'à l'établissement de l'équilibre (La température de produit est égale à la température de l'air et les teneurs en eau dans l'air et dans le produit ne change plus).

Dans cet état d'équilibre, l'humidité relative de l'air est appelée humidité relative d'équilibre (HRE).



Quand la quantité d'air mis en contact du produit, ainsi que ces caractéristiques thermodynamiques (en particulier T et HR) au départ, sont telles que l'équilibre puisse être atteint sans que l'humidité initiale de la plante ne change de façon significative, l'HRE de l'air est égale à a_w du produit.

$$\text{HRE}/100 = a_w$$

$$a_w = \text{HRE} / 100$$

$$= \frac{\text{P vapeur d'eau à l'équilibre}}{\text{P vapeur d'eau à la saturation}}$$

P vapeur d'eau à l'équilibre : Pression partielle de vapeur d'eau dans l'air se trouvant en équilibre thermodynamique avec le produit.

P vapeur d'eau à la saturation : Pression partielle de la vapeur d'eau dans l'air saturé à la même température.

L'activité de l'eau est une grandeur particulièrement intéressante pour juger la stabilité d'un produit biologique comme une plante aromatique et/ou médicinale, en général:

- Les bactéries ne se développent que pour des $a_w > 0.9$
- Les levures se développent à $a_w > 0.88$
- Les moisissures exigent des $a_w > 0.80$

Pour une même teneur en eau, l'activité de l'eau d'un produit (a_w) augmente avec la température.

d. Désorption et adsorption de l'eau par un produit biologique

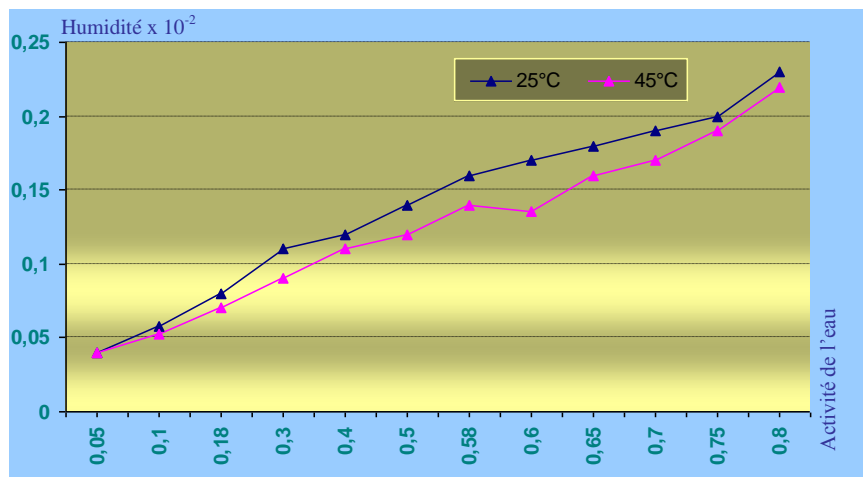


Figure 5 : Isotherme de désorption d'un produit alimentaire d'après Labuza et coll., (1985)

La teneur en eau d'un produit est représentée en fonction de l'activité de l'eau du même produit. L'expérience présente deux courbes différentes :

- Une courbe de désorption dans cette situation, le produit humide mis en contact avec l'air perd de l'eau avant que l'équilibre ne soit atteint. Le produit se dessèche.
- Une courbe d'adsorption. Dans ce cas, le produit relativement sec absorbe l'humidité de l'air pour se mettre en équilibre avec ce dernier.

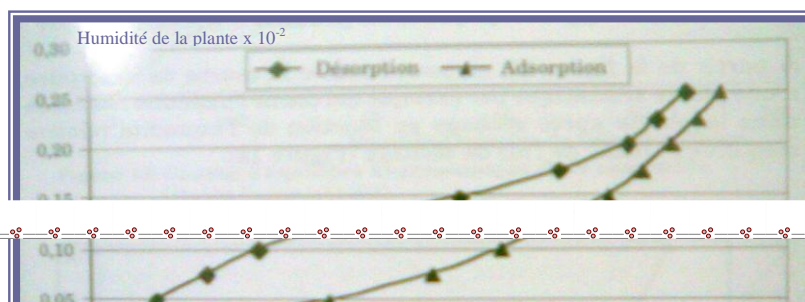




Figure 6 : Courbe de désorption et adsorption d'une plante aromatique d'après Iteipmai, (1992).

La figure 6 montre que, pour une même activité de l'eau (a_w), on peut avoir deux niveaux d'humidité différents selon le chemin suivi pour l'obtention du produit considéré : soit à partir d'un produit humide qu'on a partiellement desséché au contact de l'air (désorption), soit à partir d'un produit suffisamment sec qu'on a superficiellement humidifié au contact de l'air (adsorption). Les plantes aromatiques et médicinales n'échappent pas à cette règle.

Le phénomène de désorption / adsorption est techniquement important pour plusieurs raisons :

- ✓ On est intéressé par l'élaboration d'un produit à a_w suffisamment basse pour lui assurer une bonne stabilité tout en ayant une humidité suffisante pour avoir un aspect plus ou moins compact. Dans ce cas, on a tout intérêt à partir d'un produit suffisamment humide pour le déshydrater par séchage.
- ✓ À l'inverse, on peut chercher un produit qu'il faut pour la stabilité de a_w , mais qui a en même temps une teneur en eau la plus faible possible pour avoir un aspect plus pulvérulent.
- ✓ Un produit sec mis en contact avec de l'air suffisamment humide (HR relativement élevée) peut commencer à adsorber l'humidité de l'air (mauvaises conditions de stockage, emballage peu efficient, etc.).

Pour le dernier cas, il peut en résulter une augmentation de a_w qui portera préjudice à la stabilité du produit même si l'humidité de ce dernier n'a que faiblement changé. Cet aspect du phénomène intéresse tous les produits séchés, dont les plantes aromatiques et médicinales, conditionnées et stockées dans de mauvaises conditions.

e. Pouvoir hygroscopique d'un produit

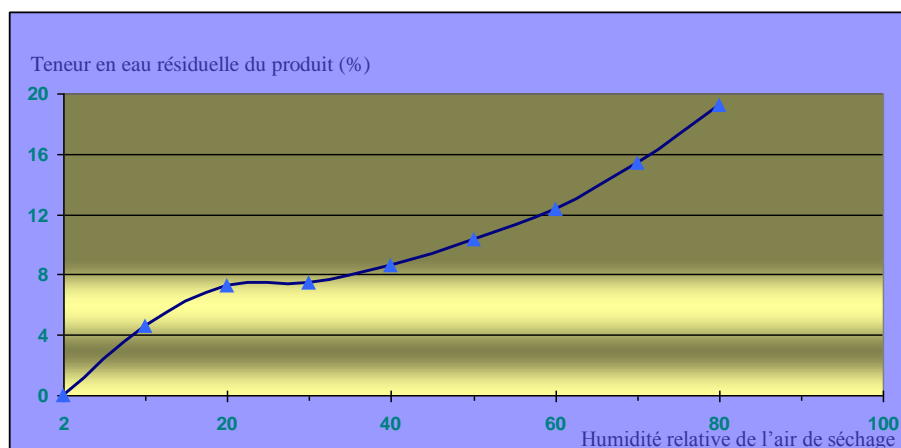




Figure 7 : Courbe d'équilibre hygroscopique de la camomille d'après Iteipmai (1992)

La figure 7 donne un exemple de courbe hygroscopique d'une plante médicinale. Il s'agit de la camomille, Les courbes hygroscopiques dépendent de la température de l'air de séchage.

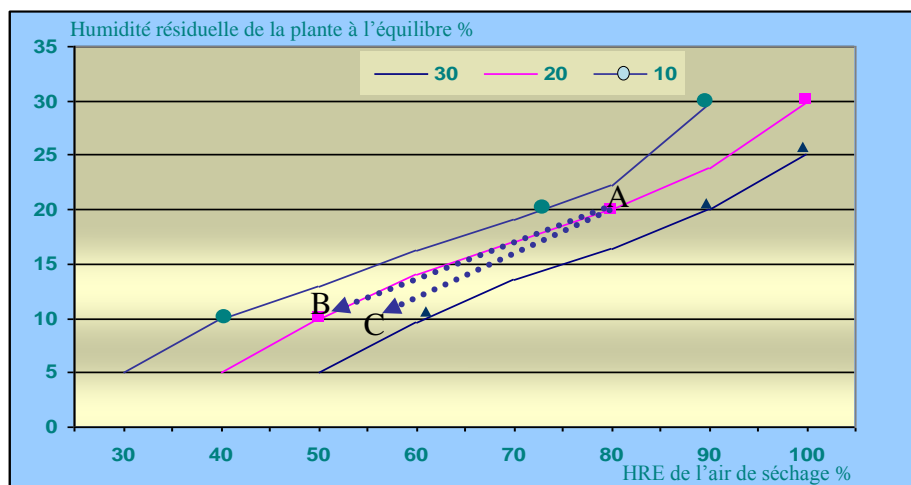


Figure 8 : Exemple d'équilibres hygroscopiques pour une plante aromatique à différentes températures de l'air de séchage d'après Iteipmai (1992).

La figure 8 montre qu'avec de l'air à 20°C et une HRE de 80%, on ne peut sécher la plante considérée à moins de 20% d'humidité (point A sur la figure). Pour faire baisser la teneur en eau du produit à 10%, il faut soit dessécher l'air jusqu'à moins de 50% d'HR (pour pouvoir obtenir une HRE= 50% environ) en réalisant une transformation isotherme de l'air (point B), soit chauffer le même air jusqu'à 27°C environ. Son HR est alors de 55% (le point C) qui représente le nouvel état d'équilibre à la fin du séchage.

f. Pouvoir évaporatoire (Pé) de l'air de séchage

Le pouvoir évaporatoire (Pé) de l'air de séchage est la quantité de vapeur d'eau maximale, exprime en g d'eau par kg d'air sec que cet air est capable d'entraîner avec lui dans des conditions thermodynamique données (P, T et HR en particulier). Le Pé peut être calculé de deux manières :

- ✓ Pé théorique : C'est la différence entre la teneur en eau (g d'eau par kg d'air sec) de l'air considéré et celle de l'air saturé à la même température :

$$\text{Pé théorique (g d'eau / kg d'air sec)} = W_2 - W_1$$

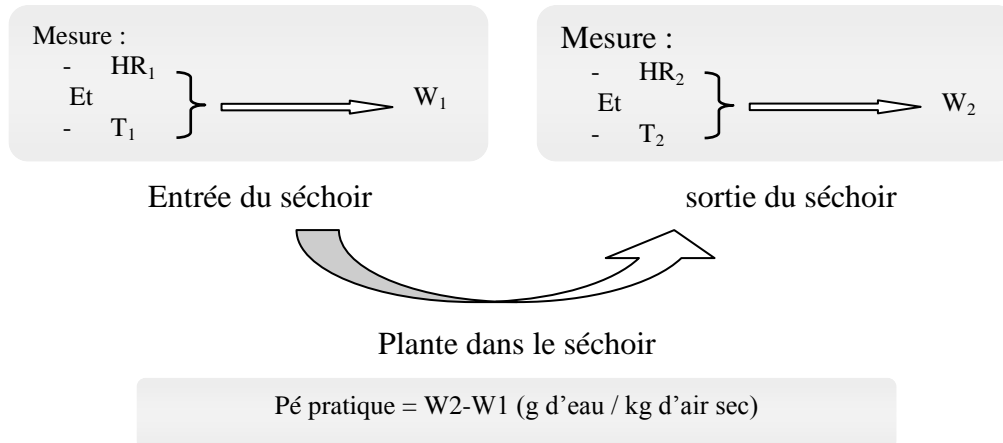
Avec :

W_1 : teneur en eau de l'air considéré (g d'eau / kg d'air sec) dans des conditions thermodynamiques précises

W_2 : teneur en eau de l'air saturé dans les mêmes conditions thermodynamiques. Cette valeur est donnée par le diagramme de l'air humide.



- ✓ Pé pratique : C'est la différence entre les résultats des mesures réalisées effectivement sur l'air de séchage à l'entrée et la sortie du séchoir.



Le pouvoir évaporatoire pratique est un élément fondamental pour juger la performance d'un séchoir et pour calculer une installation. Il dépend de l'équipement, mais aussi de la plante (pouvoir hygroscopique et niveau d'hydratation). Ce pouvoir évaporatoire régresse durant le séchage.

La figure 9 illustre la relation qui existe entre la température, le pouvoir évaporatoire et l'humidité relative de l'air de séchage (Iteipmai. 1992).

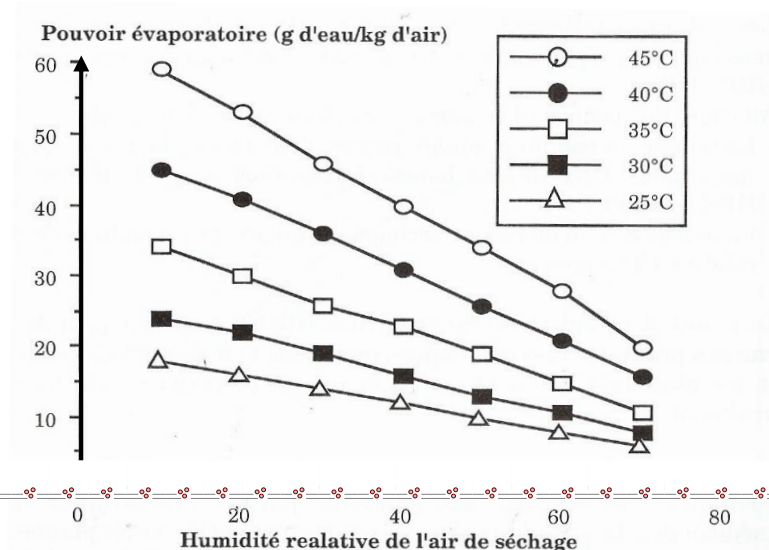




Figure 9 : pouvoir évaporatoire théorique de l'air à différentes température

Pour une même température, le pouvoir évaporatoire de l'air baisse de façon linéaire lorsque son humidité relative augmente. Pour une même HR, le pouvoir évaporatoire augmente avec la température de l'air de séchage.

Des recherches ont été réalisées en matière de détermination des coefficients de séchage pour quelques plantes aromatiques et médicinales. Les résultats obtenus ont permis de classer les plantes en sept groupes selon leur comportement de séchage.

Tableau 3 : Comportement des plantes au séchage (Markus et Ankila, 1995).

Groupe	Type de produit	Exemples
1	Feuilles très faciles à sécher	Thym, Verveine
2	Feuilles faciles à sécher	Menthe, Mélisse, Absinthe, Origan
3	Feuilles difficiles à sécher	Sauge, Sarriette, Tilleul, Frêne, Noisette, Hysope
4	Plantes très difficiles à sécher	Basilic, Persil, Ciboulette,
5	Fleurs	Camomille
6	Racines	Gentiane, Valériane
7	Graines	Fenouil, Aneth, Cumin, Anis

Ce classement n'est qu'indicatif et peut varier selon les conditions de séchage (plantes entières ou non, variétés différentes).

Pour chaque groupe de plantes (sauf dans les cas exceptionnels), le coefficient de séchage moyen dans le temps se déduit facilement en fonction de la durée de contact air/produit. Il servira lors des calculs des dimensions des séchoirs (Figure 10).

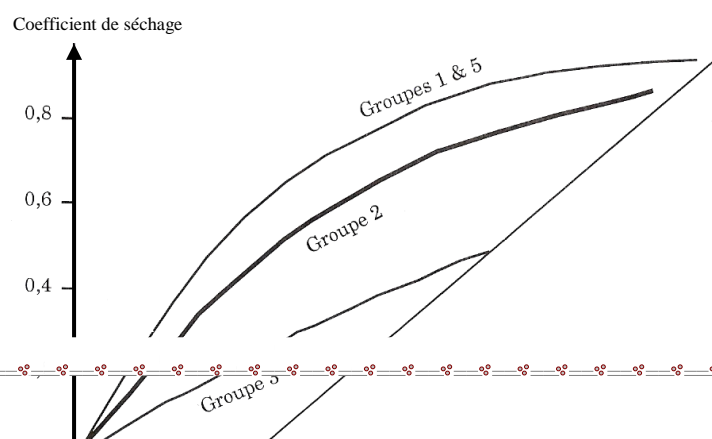




Figure 10: Coefficient de séchage selon les groupes (Iteipmai, 1992).

À la fin de cette période, le produit est en équilibre avec l'air et la vitesse de séchage est nulle.

g. Coefficient de séchage (global)

Le pouvoir évaporatoire de l'air n'est pas efficace en totalité. On peut mesurer cette efficacité par le coefficient de séchage. Ce dernier représente le rapport entre la quantité d'eau réellement évaporée et le pouvoir évaporatoire théorique de l'air (Iteipmai, 1995).

Ceci est dû au fait que la vitesse de transfert de l'eau de la plante vers l'air est proportionnelle au potentiel d'échange qui est égal à (HRE-HR).

Le potentiel d'échange (HRE - HR) baisse. Ainsi, pour des raisons pratiques et économiques, on évacue l'air de séchage ou on le remplace (s'il le faut) bien avant que ce potentiel ne s'annule vraiment.

À la fin de cette période, le produit est en équilibre avec l'air et la vitesse de séchage est nulle.

1.2 Séchage par entraînement

L'air éventuellement traité (réchauffage, déshumidification) entraîne l'eau de la plante par convection naturelle ou forcée. Cette technique est la plus simple et la plus utilisée actuellement dans le cas du séchage naturel en claire et en grenier ou du séchage artificiel en caisson ventilé ou en fours de déshydratation d'après Bhija, (2000).

Au cours du séchage, il se produit :

- une vaporisation de l'eau du produit
- un accroissement de la température du produit
- une diminution de la température de l'air et une augmentation de son humidité.

a. Phase de mise en température du produit

La température du produit s'élève progressivement jusqu'à une valeur correspondant à la température humide de l'air de séchage. Le flux d'eau évaporée augmente (suite à l'augmentation de la pression de vapeur d'eau dans le produit) et l'activité d'eau à la surface du produit est voisine de 1.



b. Phase de séchage à vitesse constante

Le produit reste à la température humide de l'air, l'évaporation à la surface ne dépend que des conditions extérieures. La quantité d'eau libre disponible est très grande et une migration d'eau de l'intérieur du produit vers la périphérie remplace régulièrement l'eau évaporée. La vitesse de séchage est maximale, car l'activité d'eau du produit en surface est toujours voisine de 1.

c. Phase de séchage à allure décroissante

À d'une certaine teneur en eau du produit, appelée teneur en eau critique, l'activité d'eau à la surface du produit commence à diminuer et, par conséquent, la vitesse de séchage également. Le transfert de chaleur n'étant plus compensé par la vaporisation de l'eau, la température du produit augmente et tend asymptotiquement vers la température de l'air.

La vitesse de séchage n'est plus limitée par les caractéristiques de l'air (facteur externes), mais par celles du produit, comme la migration interne de l'eau, la structure du produit, les solutés, etc. (facteurs interne).

1.3. Procédés de séchage des PAM

1.3.1 Séchage naturel

Le séchage naturel est un procédé pratiqué depuis l'origine des temps. Il comprend le séchage au soleil et ou à l'ombre, utilisant uniquement l'air ambiant sans aucun traitement particulier.

- Dans le premier cas, le produit est exposé directement au rayonnement solaire.
- Dans le deuxième cas, le produit est mis à sécher à l'ombre, à l'abri du rayonnement solaire direct.

Le deuxième procédé vise une meilleure protection du produit à sécher pour des raisons de photosensibilité (plantes vertes par exemple). Selon Iteipmai, (1995), cette opération peut être réalisée dans un endroit ombragé. Il est réalisé à une température inférieure au point d'ébullition de l'eau. Celle-ci s'élimine par le phénomène d'entraînement. L'air ambiant, chauffé naturellement par le soleil, se charge de réaliser le séchage.

Ce type de séchage à un avantage d'être peu coûteux en équipement puisqu'il ne nécessite que la main d'œuvre pour étaler le produit en couche mince sur une surface et pour le ramasser.

Inconvénients :

Il nécessite de grandes surfaces au sol et de longues durées. Par ailleurs, dans ce type de traitement, le produit n'est pas protégé contre divers facteurs qui affectent sa qualité, par exemple:

- ✓ La poussière
- ✓ Les animaux surtout les rongeurs qui affectent la salubrité et les qualités hygiéniques du produit (les poiles d'animaux, restes d'excréments, ...)
- ✓ Les microorganismes, en particulier les champignons
- ✓ Le risque de développement des mycotoxines
- ✓ Le risque des pluies dans le cas de séchage en plein air



a. Séchoir aménagé en claies mobiles

Le séchage naturel peut être réalisé dans des séchoirs aménagés en claies mobiles (Figure 11). Ils comportent, tout simplement, un cadre rigide supportant soit un grillage plastique, soit un grillage métallique, soit un grillage en jute (Ankila, 1997).

d. Technique de construction d'un séchoir à claies

Le choix du type de construction dépend essentiellement deux facteurs, les matériaux disponibles qui doivent être non polluants et le coût de main d'œuvre, du matériel et du fonctionnement du séchoir.

D'après les études de Ankila, 1997, plusieurs critères entrent en jeu pour la construction d'un séchoir à claies:

- la qualité, le volume et le poids de plantes à traiter au moment de pointe de l'activité de séchage
- le nombre de claies qui seront immobilisées en moyenne, en tenant compte du poids des plantes (fraîches que l'on devra mettre sur les claies)
- la durée de séchage de la plante
- les températures maximales et hygrométrie du milieu (printemps/ automne)
- la possibilité du pouvoir évaporatoire de l'air en augmentant sa température moyennant un capteur solaire, un déshydrateur, etc.
- la possibilité de créer des courants d'airs naturels ou artificiels (ventilateurs) pour accélérer la circulation de l'air.

Jusqu'à ce jour, les séchoirs à claies offrent la meilleure méthode de séchage. Ils sont constitués d'échelles en bois entre les quelles on glisse des cadres (claies) ou l'on a tendu du filet de pêche ou du tissu. Les plantes y sèchent en couche unique et très mince.

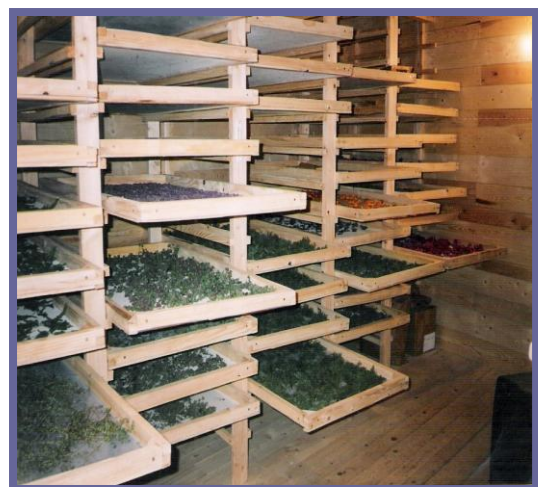
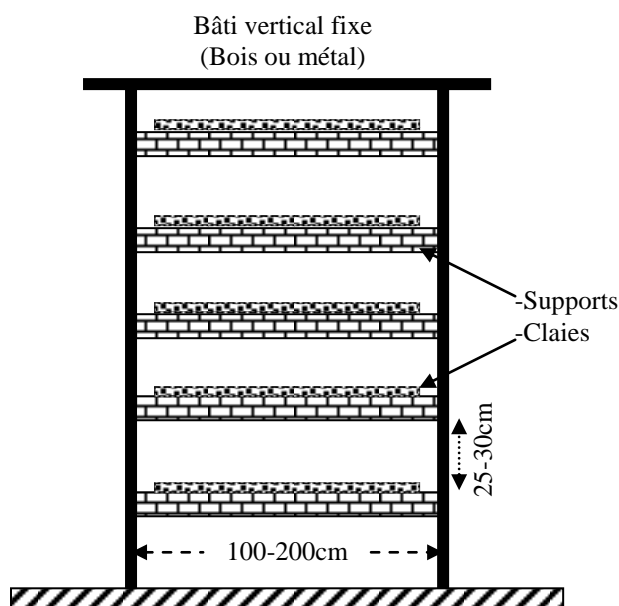




Figure 11: Séchage naturel avec claies mobiles

Le poids de plantes fraîches admissibles par mètre carré de séchage varie entre ½ kg et 1 kg, selon l'espèce :

0.5 Kg	Mauve, Sureau, Violettes
0.8 Kg	Basilic, Camomilles, Estragon, Fenouil feuilles, Sauge, Mélisse feuilles, Serpolet, Souci
1 Kg	Romarin, Sarriette, Thym

1.3.2 Séchage industriel classique

Le séchage industriel est particulièrement pour sécher des grandes quantités de plantes. Il permet de maîtriser les paramètres de contrôles ; le débit et la température de l'air, la durée de contact et le degré hygrométrique de l'air de séchage à l'entrer et à la sortie du séchoir.

La maîtrise des conditions hygiéniques des opérations permet d'obtenir des produits séchés de très bonne qualité. En plus, la durée de séchage est plus courte que dans le cas du séchage naturel (quelques heures au lieu de plusieurs jours).

Les séchoirs industriels classiques peuvent être statiques ou dynamiques d'après Ankila, (1997).

a. Séchage industriel classique avec un séchoir statique

Les plantes à sécher sont immobiles tout le long du séchage, seul le brassage intervient. Pour des volumes importants de plantes, le recours au réchauffage et à la ventilation s'impose pour accélérer et sécuriser le séchage. Suivant le type et le volume de matériel végétal à traiter, les séchoirs statiques peuvent être équipés d'armoire à claies, de chambre de séchage ou de caissons.

b. Séchage industriel classique avec un séchoir dynamique

Les séchoirs dynamiques permettent de traiter la matière végétale en continu. Le déplacement se fait dans une enceinte de type tunnel à l'aide de tapis mécaniques. Ils sont constitués d'une succession de tapis intercalés et de brasseurs dans un tunnel à sections et aux paramètres spécifiques (Température, Humidité relative).

Le produit subit un séchage dans des conditions précises relatives à son humidité et à ses propriétés intrinsèques (sensibilité à la température et à l'oxygène). L'air en fin de séchage est recyclé en première phase.

Remarque :

Malgré les recyclages de l'air, la capacité relativement élevée du séchoir ainsi que l'économie en main-d'œuvre, le coût de revient de ces séchoirs reste élevé.

1.3.3 Séchage industriel des PAM utilisant l'énergie solaire

Le séchage industriel utilisant l'énergie solaire, est une technologie de conception et pratique plus récentes. Il s'agit de tout procédé qui utilise le soleil comme principale source d'énergie pour la déshydratation des produits.

Pour les plantes aromatiques selon Markus et Ankila, (1995), ce mode de séchage est aujourd'hui particulièrement recommandé pour les zones très bien ensoleillées et surtout dans le cas de petites et moyennes quantités à sécher. Dans cette technique, l'air ambiant chauffé dans un capteur d'énergie solaire est dirigé vers une enceinte pour le séchage du produit.



a. Eléments du séchoir solaire

Le capteur chauffe-air peut prendre différentes configurations. Cela peut varier du toit d'un bâtiment aménagé en capteur au capteur sophistiqué spécialement construit pour un système donné. La puissance thermique du capteur est directement liée notamment à la surface du capteur et au débit d'air chauffé.

L'enceinte du séchoir doit être conçue de façon à assurer un contact optimal entre le produit à sécher et l'air. Elle est munie d'une entrée pour l'air chaud et sec provenant du capteur et une sortie pour l'air chargé d'humidité. Un système de régulation automatique permettra de contrôler le fonctionnement du ventilateur (débit d'air) et d'assurer les fonctions de sécurité.

b. Deux modèles de Séchoirs industriels solaires

Deux modèles de séchoirs solaires sont opposés pour des plantes aromatiques :

Modèle 1 : Séchoir utilisant des capteurs tubulaires

Le capteur solaire est en tubes de polyéthylène terminés par de multiples perforations. Celles-ci permettent l'échappement d'air chaud devant rentrer en contact avec le produit à sécher dans la chambre de séchage. La température maximale de l'air chaud peut atteindre 45°C environ (Figure 12).

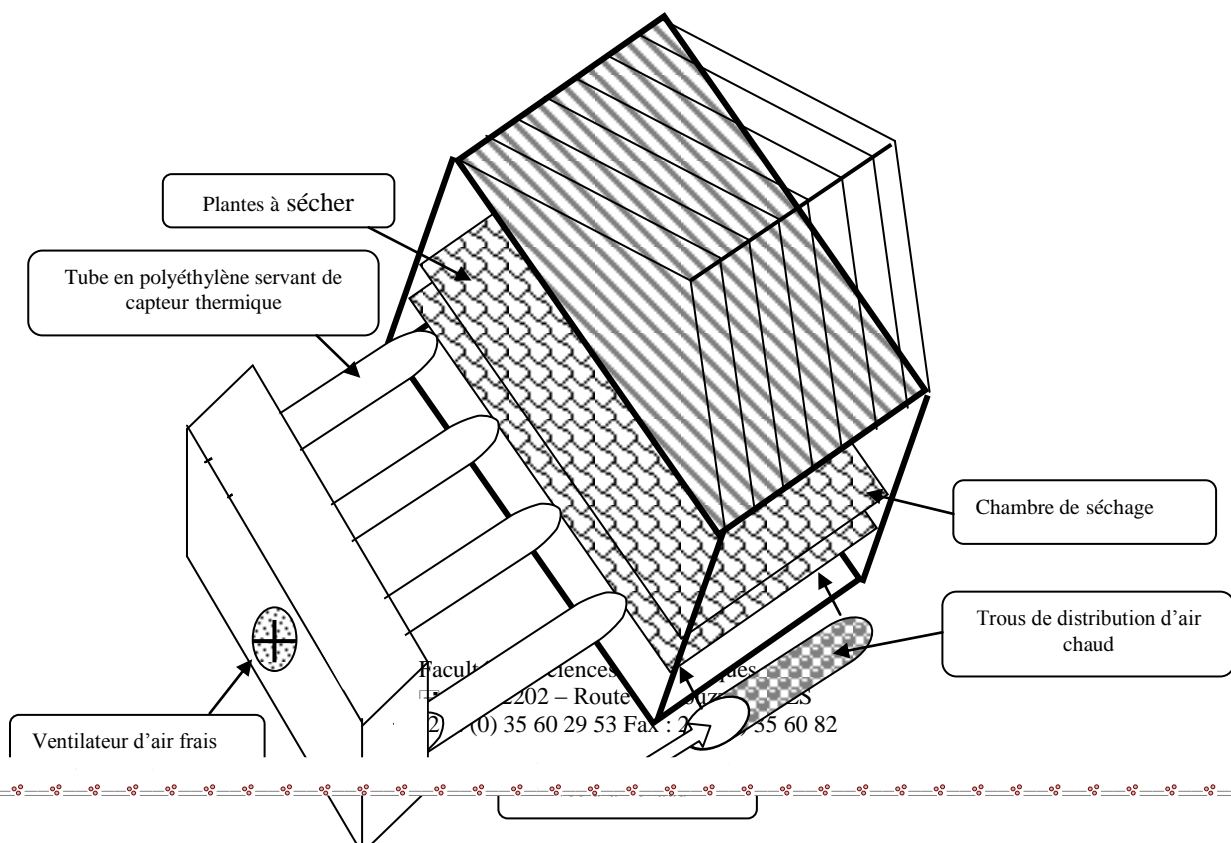




Figure 12: Séchoir solaire utilisant des capteurs tubulaires (Camara, 1993).

Modèle 2 : Séchoir utilisant la structure d'une serre comme capteur

Un séchoir solaire incorporé dans une structure de serre a été réalisé par l'institut de recherche alimentaire. Il a une section verticale semi circulaire 2m de rayon et une longueur de 4,25m (Figure 13).

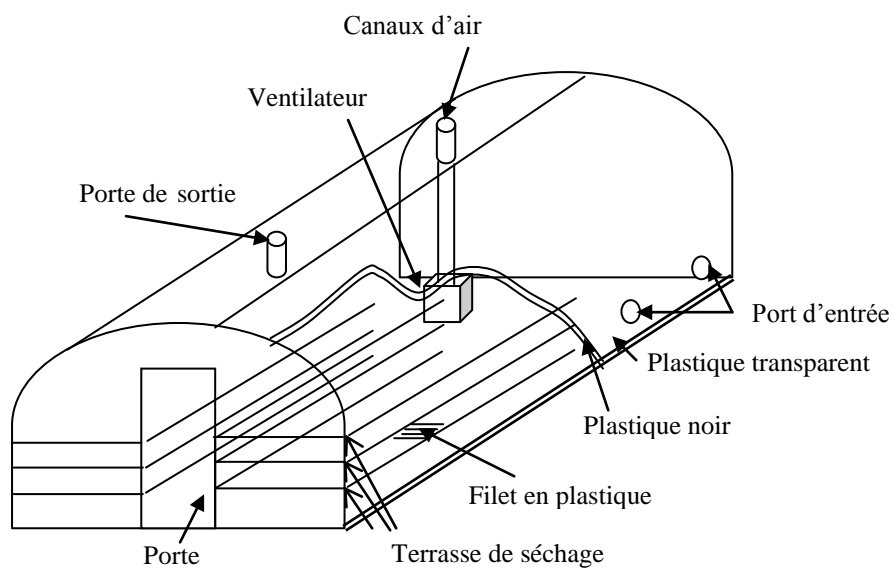


Figure 13: séchoir en tente semi-circulaire d'après Camara, (1993).

Plaques solaires





Photo3 : Séchoir en tente semi-circulaire.

Le séchoir en tente semi-circulaire est constitué de deux enveloppes (interne et externe) en feuilles de plastique attachées à une charpente de poteaux en bois. L'enveloppe interne est noire, jouant le rôle d'absorbant. Celle externe est transparente. L'espace annulaire, épaisseur de la lame d'air entre les deux enveloppes, est de 10 cm. Sur le côté sud du séchoir, trois ouvertures de 200 mm de diamètre sont créées sur l'enveloppe externe. Ces enveloppes servent de portes d'entrée d'air forcé pour un ventilateur centrifuge. Deux ensembles de trois claies, sont disposés le long du séchoir. Les claies sont placés à des hauteurs de : 0,4 m ; 0,8 m et 1,2m. Les produits à sécher sont étalés sur ces étages (Camara, 1993).

Conclusion :

Dans cette partie consacrée à l'étude technique de la chaîne de séchage des PAM de qualités, deux questions ont été particulièrement développées vu leur importance dans le segment du secteur.

Le séchage naturel, le plus simple, le moins coûteux et le moins exigeant techniquement, permet difficilement de garantir la qualité requise des produits finis. Par contre, grâce à une maîtrise des facteurs qui le conditionnent (Température, Humidité, durée de séchage, etc.), le séchage industriel est plus efficace quant à la qualité des produits obtenus. Mais les installations sont de loin plus coûteuses et plus exigeantes en technicité.

IV. Nettoyage

Si l'opération de séchage constitue une étape stratégique pour la sauvegarde et la protection de la qualité dans le produit fini. L'opération de nettoyage permet d'améliorer les caractéristiques du produit résultant des deux opérations précédentes (récolte et séchage). Cette étape comporte quatre opérations complémentaires selon Benjilali et Zrira, (2004).



1. Découpage ou broyage

Le découpage consiste en fait à réduire la dimension des grandes tiges et branches qui constituent les impuretés accompagnant les parties nobles de la plante, généralement les feuilles. Après le broyage, le produit est acheminé mécaniquement ou manuellement vers le sasseur.

2. Dépoussiérage

Le tamisage est un moyen traditionnel d'élimination de la poussière. Bien que ce procédé est effectué par des ventilateurs de diverses formes et technologies.

3. Nettoyage mécanique

Cette opération consiste à éliminer les poussières et de séparer les différentes parties de la plante, les tiges, des feuilles et des fleurs, etc. Elle est réalisée, dans le secteur traditionnel, à l'aide de tamis manuels. Pour obtenir un nettoyage plus efficace et plus rapide, on utilise des sasseurs munis de deux ou plusieurs tamis de différents calibres. Un sasseur peut ainsi être constitué de deux tamis superposés. Il est actionné mécaniquement. Les tamis de calibres différents permettent de sélectionner des produits dont la taille et la qualité dépendent des mailles des tamis.

4. Triage

Le triage est une opération finale, généralement réalisée manuellement. Souvent, des ouvrières sont chargées d'éliminer tous les corps étrangers qui sont restés dans le produit et qui n'ont pas été éliminés par les moyens précédents.

IV. Procédés de Nettoyage des PAM

Le nettoyage consiste à éliminer les tiges, les pierres, le sable, la poussière ainsi que d'autres corps étrangers. Dans la profession marocaine des PAM séchées on retrouve, trois techniques différentes plus ou moins efficaces.

1. Technique traditionnelle

Dans le secteur traditionnel au Maroc, le nettoyage est assuré à l'aide de tamis manuels (Photo 4).





Photo 4: Nettoyage des PAM à l'aide de tamis manuels

Généralement ce travail est confié à des femmes. Ces dernières complètent le tamisage par le tri et séparation manuelle des tiges, feuilles et fleurs.

2. Technique intermédiaire

Les professionnels de secteur, actuellement, utilisent des appareils plus efficaces pour éliminer les différentes impuretés. Le système est composé d'un simple sasseur constitué de deux tamis superposés.

- Le premier tamis, permet d'éliminer les branches laissant passer les feuilles, les brisures et la poussière.
- Deuxième tamis, permet d'éliminer les brisures et poussières en retenant les feuilles. Les calibres des tamis utilisés dépendent de la plante et de la qualité exigée par le client. Selon Benjilali et Zrira, (2004), le sasseur peut être constitué de trois tamis disposés sur un même plan incliné. Ces derniers peuvent être de même calibre ou de calibres différents. Les tamis de même calibre permettent d'éliminer les pierres et le sable. En retenant les feuilles, les tiges sont amenées, grâce à la vibration mécanique du sasseur, au bord inférieur des tamis où elles sont récupérées séparément (Figure 14).

Remarque :

Certains produits ne doivent être broyés. Leur qualité commerciale est d'autant plus grande que les feuilles sont intactes. C'est le cas de la verveine.

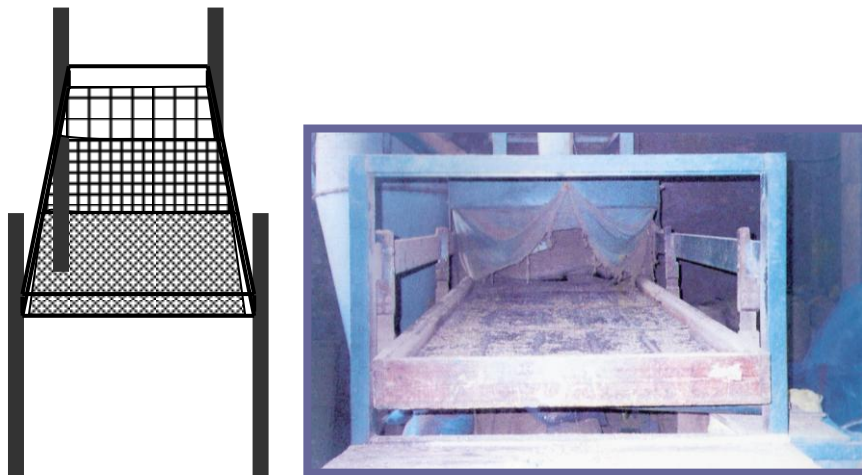


Figure 14: Sasseur constitué de trois tamis disposés sur un plan incliné

Après broyage et tamisage, la plante est versée dans le Pyrateur. Les feuilles légères suivent alors la direction de l'air soufflé par le ventilateur et sont ainsi séparées des autres impuretés. Tout ce qui est lourd (pierres, sable, etc.) tombe et la poussière est aspirée par un aspirateur.

Pyrateur : c'est un appareil équipé d'un ventilateur qui permet de séparer les produits végétaux recherchés (feuilles par exemple) et des autres impuretés (Photo5).

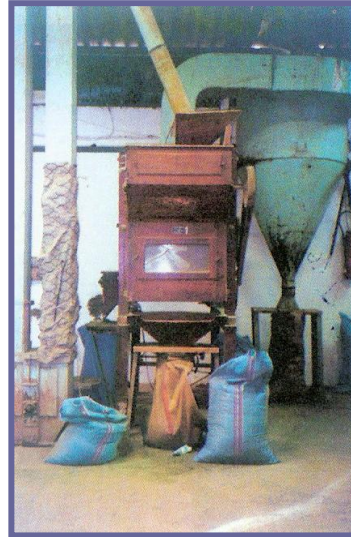
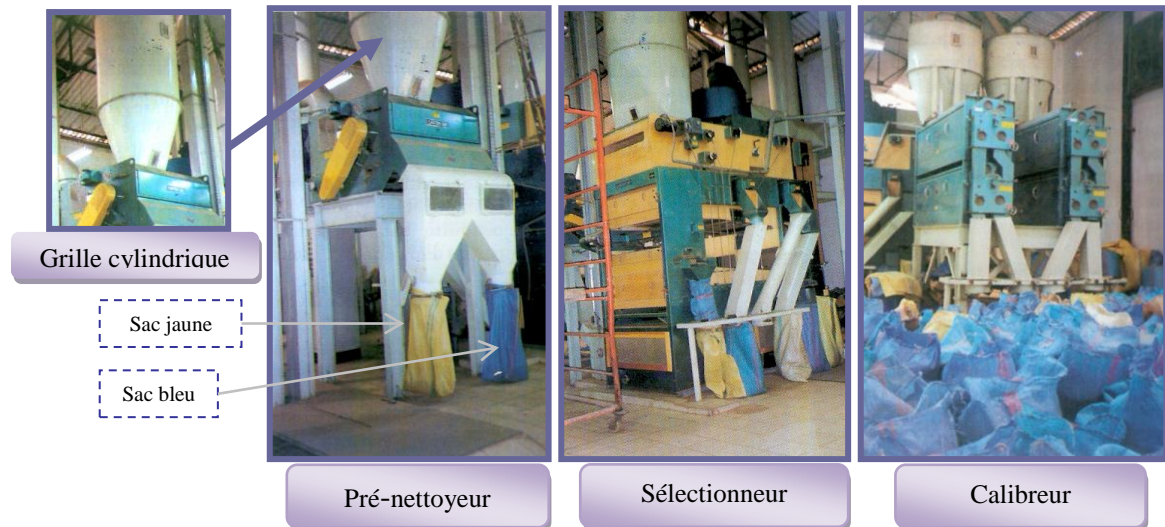


Photo 5: Pyrateur

3. Technologie moderne

Dans le but de produire des plantes séchées qui répondent aux normes internationales les plus exigeantes, certaines sociétés exportatrices au Maroc ont investi dans de nouvelles chaînes de production et plus particulièrement de nettoyage (Photos 6). Cette opération peut alors être découpée en trois étapes selon Zrira et coll., (2004). Trois appareils sont mis en action :

- ✓ Pré-nettoyeur
- ✓ Sélectionneur
- ✓ Calibreur



Photos 6: Une unité de nettoyage des PAM composée d'un Pré-nettoyeur, d'un Sélectionneur et d'un Calibreur

À la réception –selon le taux d'impuretés- la matière première brute peut être acheminée directement vers la chaîne de nettoyage où elle peut subir préalablement le broyage et le



tamassage au niveau du sasseur. En effet, lorsque la matière première est chargée d'impuretés. Cette démarche permet de protéger les appareils de nettoyage moderne, utilisés dans le reste de la chaîne de fabrication.

La nouvelle chaîne de production est composée :

✓ D'une fosse munie d'une grille qui sert à retenir les grosses impuretés. La fosse est directement liée à un aspirateur qui sert à éliminer les poussières (Photo 7).



Photo 7: Une fosse munie d'une grille pour retenir les grosses impuretés

✓ D'un pré-nettoyeur : Constitué, d'une part, d'un aspirateur permettant d'enlever la poussière, d'autre part, d'une grille en forme cylindrique qui, en tournant, permet de séparer les feuilles des autres impuretés. Ces dernières sont recueillies dans un conduit (sac bleu dans la photo 6) alors que les feuilles sont récupérées dans un deuxième conduit (sac jaune dans la même photo).

✓ D'un sélectionneur : Constitué de 15 tamis disposés à 3 niveaux : 6 au premier niveau, 6 au deuxième niveau et trois au dernier niveau du haut vers le bas (Photo 6). Les calibres des tamis sont 3.5 ; 3 et 2.5mm de haut vers le bas. Le sélectionneur permet de séparer les feuilles des impuretés qui les accompagnent encore et de sélectionner différentes qualités du produit séché selon la taille des feuilles et le taux de petites tiges.

✓ Et d'un calibreur est un appareil constitué de 4 cylindres munis de vis sans fin qui acheminent la matière première en continu (Photo 6). Les cylindres, en tournant, permet de sélectionner les différentes qualités selon la taille des feuilles. Ils permettent également de compléter le nettoyage et d'éliminer les dernières impuretés.

Conclusion :

La matière première, ayant traversé le pré-nettoyeur, le sélectionneur et le calibreur, est débarrassée de presque la totalité des impuretés. Grâce à ce système de nettoyage, le taux des impuretés passe de 35% de la matière première à 0.2% dans le produit fini.



V. Conditionnement et stockage des plantes

Plusieurs matériaux d'emballage sont utilisés. La nature et le volume d'emballage dépendent de la quantité et de la destination du produit séché. Ainsi, au Maroc, la majorité des plantes séchées -destinées au marché local ou à l'export- sont emballées dans des sacs en jute (Photo 8) ou en polypropylène ayant une capacité de 35 à 50 Kg (Teisseire, 1980).



Photo 8: Exemple d'un sac de jute.

Quelque soit la forme d'emballage et de conditionnement, les produits sont ensuite stockés par lots dans des locaux (hangars) aérés et ventilés (Photo 9). Chaque lot est identifié par une étiquette mentionnant :

- le numéro du lot
- le fournisseur de la matière première
- la date de stockage
- le poids net

Les arômes sont conservés au frais (à 8°C) dans une chambre froide. La durée de stockage peut aller de 3 à 6 mois selon la demande du marché.



Photo 9: Stockage du produit fini



Remarque :

Les produits fragiles comme les feuilles de la verveine, sont conditionnés dans des cartons.

B. TECHNIQUE DE LA TISANERIE

Après le séchage, nettoyage et stockage, certaines PAM sont destinées à des étapes plus avancées de la valorisation. Actuellement, une seule société au Maroc élabore ce type de produits avec des anciens matériaux, qui ne respectent pas les normes internationales.

I. Préparation des infusions

1. Analyses de laboratoire

Dans ce type d'activité, le contrôle de la qualité de la matière première et du produit fini est obligatoire. Pour ce faire, un laboratoire pilote est nécessaire. Pour contrôler la qualité de la matière première, il faut passer par les analyses suivantes :

- ✓ Contrôle botanique : vérification de l'espèce.
- ✓ Evaluation de la fraîcheur de la plante, déterminée par la teneur en Huile essentielle.
- ✓ Analyse microbiologique : il s'agit de rechercher la présence de colibactéries, des salmonelles, des pseudomonas, des staphylocoques, des levures et des moisissures.
- ✓ Détermination du taux de pesticides par chromatographie en phase gazeuse (0.1 ppm).

2. Mélange des plantes

Les plantes sont mélangées à l'aide d'un malaxeur à tambours (Photo 10). On procède selon la nature de l'infusion, au mélange de deux ou plusieurs plantes avec des quantités précises. Les infusions peuvent être aromatisées, le mélange des plantes avec les arômes (liquide ou solides) se fait à l'aide d'un malaxeur (Photo 11).



Photo 10: Malaxeur à tambours pour le mélange des plantes

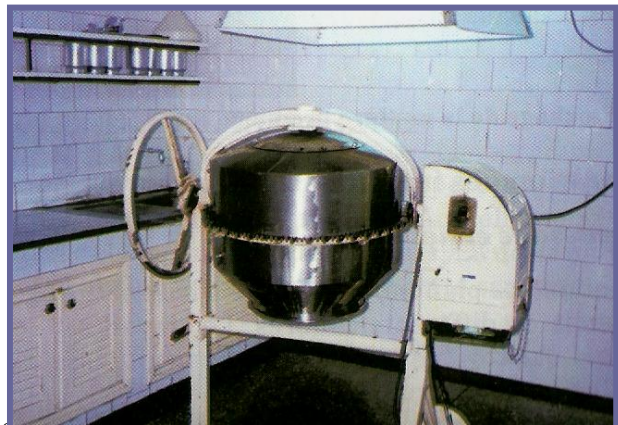


Photo 11: Malaxeur à tambours pour le mélange des plantes avec les arômes



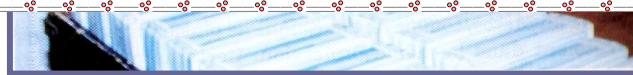
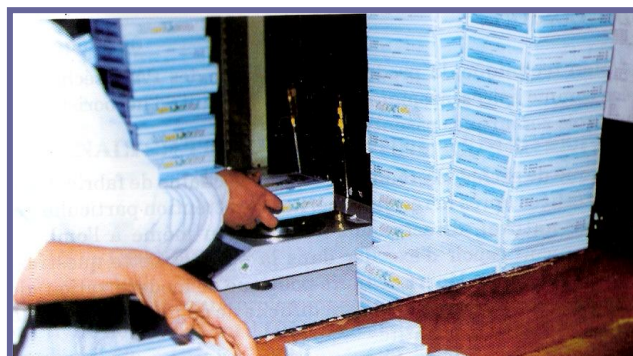
3. Emballage et stockages de produit fini

Après le mélange (et l'aromatisation éventuelle) des plantes, elles sont emballées dans des sachets par une doseuse réglée suivant le volume/ poids des infusions en cours de fabrication (Photo 12). Exemple : camomille 20g à 1kg/Sachet.



Photo 12: Remplissage des sachets à l'aide d'une doseuse

Les sachets sont confectionnés sur place, à l'aide de tissu étamine. La coupe se fait en sachets ouverts dont un côté sera cousu lors de la confection et l'autre après le remplissage ou le conditionnement en même temps que la couture de l'étiquette. Les sachets étiquetés sont ensuite mis en boîte. Après le pesage, on procède au marquage de ces boîtes en mentionnant le numéro du lot et la date de fabrication (Photo13). Ces derniers sont placés sur des palettes et stockés dans une salle aérée.





Conclusion :

La fabrication des infusettes est une activité tout à fait nouvelle pour les professionnels marocains. Cette technique est un exemple des possibilités pour une meilleure valorisation des PAM. Elle donne, par ailleurs, une idée sur la démarche à suivre pour un établissement moderne dans le secteur (l'organisation de la chaîne de production, la traçabilité des produits élaborés, les analyses et la qualité des produits...).

C. TECHNIQUES D'OBTENTION DES HUILES ESSENTIELLES ET DES EXTRAITS AROMATIQUES

Introduction

Les ressources naturelles à intérêts aromatiques et/ou médicinaux peuvent être valorisées soit sous forme de produits végétaux séchés, soit sous forme d'extraits. Les premiers sont commercialisés et consommés sous forme de plantes (ou parties de plantes) après séchage. Pour l'autre utilisation, les PAM sont d'abord soumises à des extractions. Ces dernières peuvent être réalisées par entraînement à la vapeur d'eau, par solvants organiques ou selon d'autres modes d'extraction. Les extraits obtenus sont recherchés par de nombreuses industries (parfumerie, cosmétique, produits d'hygiène, produits de santé, industrie pharmaceutique).

Cette partie sera consacrée dans un premier temps à préciser les techniques d'obtention des extraits des PAM. Dans la deuxième partie sera détaillée les techniques de la distillation des plantes aromatiques pour la production des HE.

I. TECHNIQUES GENERALES

1. Enfleurage

Il existe deux méthodes d'obtention des huiles essentielles par la technique d'enfleurage : l'enfleurage à froid et l'enfleurage à chaud.

1.1. Enfleurage ou extraction avec les graisses froides

Le pouvoir des graisses concrètes et des huiles à absorber les odeurs fut remarqué dès l'Antiquité. Cette méthode, très simple, permet l'exploitation des arômes de plantes pendant



des centaines d'années. Ce procédé, aujourd'hui réservé aux végétaux fragiles comme des fleurs de jasmin ou de violette (France-Ida, 1996).

1.2. Extraction par macération dans la graisse chaude

Cette technique permet d'obtenir des pommades qui, traitées, donneront l'essence absolue. Les plantes moins fragiles peuvent subir une macération à chaud. Plongées dans la graisse absolue très pure (environ 75% de porc et 25% de boeuf) fondue au bain-marie, les plantes infusent en moyenne pendant deux ou trois jours à une température de 60°C environ. Les fleurs sont agitées avec une palette en bois pendant 2 heures et remplacées par des fleurs fraîches tous les jours. Cette graisse est ensuite filtrée et la pommade ainsi obtenue est traitée de la même manière que pour la technique à froid. Cependant, les conditions nécessaires à l'élaboration de ces produits étant très exigeantes, cette méthode d'extraction peut être supprimée aujourd'hui (France-Ida, 1996).

2. Infusion

L'eau est versée sur les feuilles ou sur les fleurs finement hachées de la plante pour qu'elles libèrent tout l'arôme et leur principe actif. On laisse infuser une dizaine de minutes (France-Ida, 1996 ; Collin, 1997).

3. Décoction

La plante est mise dans l'eau froide, portée à l'ébullition. Cette méthode de transformation ne permet pas d'extraire autant de principes actifs que l'infusion, mais elle est adaptée aux racines et aux écorces pour lesquelles l'extraction est difficile (France-Ida, 1996).

4. Macération

C'est l'action de laisser séjourner à froid dans un solvant organique une substance pour en extraire les constituants solubles (Chiasson et coll., 2001).

II. PRINCIPAUX EXTRAITS DES PAM

1. Huiles Essentielles (HE)

Les huiles essentielles (= essences = huiles volatiles) sont : des produits de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation. Pour extraire ces principes volatils, il existe divers procédés. Deux seulement sont utilisables pour la préparation des essences officinales :

- La distillation par la vapeur d'eau de plantes à essence ou certaines de leurs organes,
- Les procédés mécaniques (essentiellement expression) (Richard, 1989).

Ces huiles essentielles sont des mélanges complexes, contenant de très nombreuses espèces chimiques, il s'agit d'espèces organiques : des terpénoïdes et des aromatiques (aldéhydes, esters, alcools...). L'espèce majoritaire est appelée principe actif (Bakker et coll, 1998).



2. Hydrolats Aromatiques (HA)

L'**hydrolat** est un sous-produit d'une distillation de plantes ou de partie de plantes. Lors de l'extraction d'une huile essentielle, au sortir de l'alambic, deux produits précieux sont récoltés: de l'**eau distillée aromatisée chargée de molécules aromatiques hydrosolubles** qui est l'HA et d'autre part l'H.E qui surnage au dessus de l'hydrolat.

Pour la majorité des auteurs (Bosson et coll, 2005) (Bruneton, 1999), l'HA d'une plante contient une certaine quantité d'essence. Celle-ci peut être plus ou moins saturée en constituants polaires ayant plusieurs origines combinées:

- une partie de l'HE est dissoute dans l'eau (1-5 % de la fraction décantée) ;
- une autre fraction est émulsionnée le plus souvent dans 10% d'eau ;
- enfin une quantité est fortement mélangée avec de l'eau et des molécules organiques tierces.

3. Concrètes

Extraits à odeur caractéristique, obtenu à partir d'une matière première fraîche d'origine végétale, par exemple les fleurs, et chargés dans un extracteur, spécialement destiné à cet effet, contenant un solvant non aqueux. Selon Bruneton (1999), Le solvant circulant à travers le matériel végétal permet d'extraire les constituants d'arôme ainsi que d'autres substances liposolubles, suivie de l'élimination de ce solvant par un procédé physique.

Les caractéristiques physico-chimiques de l'extrait concrète obtenu dépendant beaucoup des solvants utilisé. Ce dernier doit remplir certaines conditions selon Benjilali et coll, (2004) :

- ✓ Il doit avoir une température d'ébullition faible pour qu'il puisse être facilement éliminé par évaporation sans préjudice pour les constituants de l'arôme.
- ✓ Il doit avoir un point d'ébullition uniforme (après l'évaporation, il ne doit pas laisser dans le produit fini des résidus à haut point d'ébullition).
- ✓ Il ne doit pas être soluble dans l'eau.
- ✓ Il doit être inerte, ne permettant aucune réaction avec les constituants de l'extrait aromatique.
- ✓ Il doit répondre aux exigences de la législation en vigueur à l'échelle nationale et internationale.

4. Résinoides

Extraits à odeur caractéristique, obtenus à partir d'une matière première sèche d'origine végétale, par extraction à l'aide d'un solvant non aqueux, suivie de l'élimination de ce solvant par un procédé physique. Le terme résinoïde est surtout employé en parfumerie alors que celui de l'oléorésine d'extraction est utilisé en aromatisation alimentaire et en parfumerie (Bruneton, 1999).

5. Teintures

Solutions obtenues par macération d'une matière première d'origine naturelle dans un éthanol de titre variable.

6. Pommades florales



Corps gras parfumés obtenus à partir de fleurs soit par :

- Enflourage à froid : c'est la diffusion des constituants odorants des fleurs dans le corps gras.
- Enflourage à chaud : c'est la digestion ou immersion des fleurs dans le corps gras fondu.

7. Absolues

Selon Benjilali et coll, (2004), Les extraits absolus ont une odeur caractéristique, obtenus à partir d'une concrète, d'une pommade florale ou d'un résinoïde par extraction à l'éthanol à température ambiante. La solution éthanolique obtenue est généralement refroidie et filtrée dans le but de supprimer les cires ; l'éthanol est ensuite éliminé par distillation.

III. EXTRACTION

1. Extraction par pression

a. Principe

La matière biologique est pressée de façon à la comprimer. Toute extraction par pression est précédée d'une ou plusieurs opérations préparatoires mécaniques ou thermiques (broyage, malaxage, défibrage, râpage, etc.) (Lambelet ; Werner, 2002).

Le mécanisme de l'extraction par pression est complexe. De plus, la nature et la préparation du produit traité ont une grande influence sur le procédé. Expérimentalement, on remarque que le rendement d'extraction est le produit de deux fonctions asymptotiques dont les variables sont respectivement la pression et le temps. La pression appliquée influence largement la composition de l'extrait. Ainsi, dans le cas du jus de raisin, par exemple, une augmentation de la pression entraîne une augmentation de pH et de la teneur en phénols (Lambelet et werner, 2002 ; Chiasson et coll, 2001).

b. Principaux types de presse

On a deux types de presses, des appareils opérant en discontinu et d'autres qui permettent de travailler en continu.

Les appareils discontinus comprennent :

✓ Les presses à plateaux entre lesquels le produit à traiter est réparti. Le serrage des plateaux peut être effectué au moyen d'une simple vis (ancien pressoir) ou au moyen d'un serrage hydraulique.

✓ Les presses à membrane constituées d'une cage cylindrique en tôle perforée ou de barreaux métallique dans laquelle le produit est déversé et ensuite pressé par le gonflement d'une membrane.

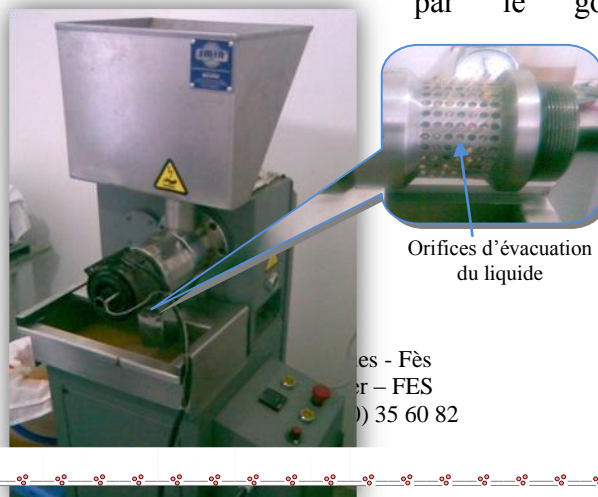




Photo 14 : Presse continue à rouleaux

Les presses continues sont de deux types : soit à vis, soit à rouleaux. Dans les presses à vis, une ou deux vis (vis sans fin), coniques pressent le produit contre une cage semblable à celle d'une presse à membrane. La pression maximale peut être ajustée au besoin en faisant varier les dimensions de l'orifice d'évacuation du solide pressé. Dans les presses à rouleaux le produit à presser passe entre des rouleaux métalliques très durs, rainurés ou lisses, le liquide ruisselle sur les rouleaux avant d'être recueilli sous l'appareil (Photo 14).

2. Extraction aux solvants

Certaines composées contenues dans les plantes (responsables du goût brûlant ou piquant, de la couleur ou de la protection vis-à-vis de l'oxydation) sont extractibles par certains solvants organiques (Chiasson et coll., 2001 ; Lambelet et werner, 2002) renfermant les substances volatiles mais aussi les triglycérides, les cires, les colorants de nature lipidique et les substances sapides. Le solvant sera ensuite éliminé avec le plus grand soin de manière à ne pas faire disparaître les substances les plus volatiles (Su et Willey, 1998). Par ailleurs, la plupart des solvants utilisés sont l'objet d'une réglementation stricte dictée par des considérations de santé ; leur teneur résiduelle dans les aliments doit être inférieure à 1 mg/kg.

3. Principe de l'extraction par solvant

L'extraction par solvant est une opération de transfert de matière destinée à séparer les principes solubles d'un substrat solide par leur diffusion dans un solvant (extraction solide-liquide). Les mécanismes d'extractions et leurs importances relatives varient considérablement selon la nature du produit traité (Aurelio, 2002). Il est néanmoins possible de schématiser le déroulement de l'extraction au solvant de la manière suivante :

Une phase initiale : Dans un premier temps, on assiste à un gonflement des particules, témoignant d'une sorption du solvant dans la phase solide. Cette sorption est provoquée par les forces osmotiques, les forces de capillarité et de solvation des ions intracellulaires. Une certaine proportion de soluté contenu dans les cellules blessées est directement extraite ; c'est ce qu'on l'appelle le lessivage. Finalement le solvant chaud dénature les cellules par coagulation des lipoprotéines rendant la perméabilité des parois cellulaires de moins en moins sélectives. Par réchauffement, le volume de la phase liquide interne augmente, donnant lieu à des surpressions qui entraînent des courants de solutions centrifuges à travers les pores.

Une période de diffusion : La dénaturation cellulaire rendant les membranes perméables, le processus de diffusion peut avoir lieu. Celui-ci se déroule en deux phases : une phase interne à l'intérieur de la phase solide et une phase externe à travers les couches



limite entre les particules. Il est difficile de déterminer dans ces différentes étapes laquelle constitue le facteur limitant pour la vitesse d'extraction. En fait ce facteur varie d'un produit à l'autre, et peut changer en fonction par exemple de la taille des particules.

IV. Etude technique d'appareille d'extraction par soulants

1. Extracteur

Les appareils utilisés, sont essentiellement de deux types d'après Marie-Claude et Monique, (1992). Et ce, en fonction de la matière première à traiter. Ils diffèrent par le volume et par certains détails de conception. Généralement, nécessite des matériaux, extracteurs, de grand volume pour les végétaux secs et bruts car les quantités à traiter sont importantes et les rendements généralement faibles (0.1 à 5%). Ce sont des appareillages assez complexes qui vont traiter des fleurs, des feuilles, des rameaux, des plantes entières ...

C'est une vaste cuve en acier inoxydable dans laquelle on charge la matière première et le solvant et où se déroule l'opération d'extraction (Figure 15).

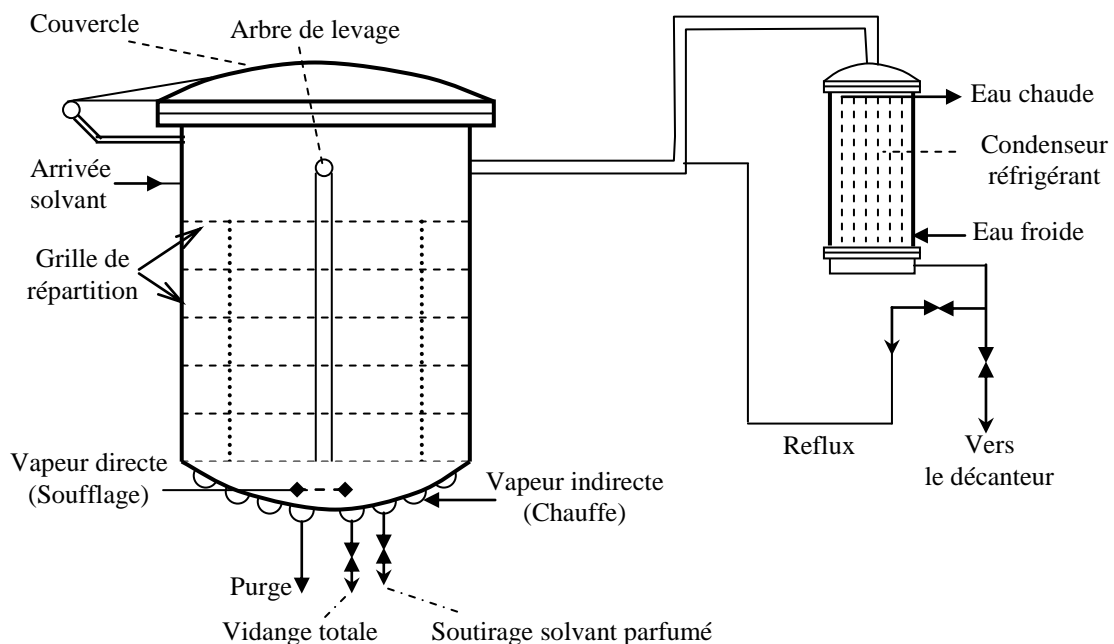


Figure 15: Extracteur statique.

La cuve de cet appareil est munie d'un couvercle à ouverture totale, d'un col de cygne avec condenseur réfrigérant et possibilité de recyclage pour extraction à l'ébullition sous reflux du solvant. Un jeu de grilles de répartition amovibles sur un axe porte-grilles complète



l'équipement. Ces grilles ont à la fois pour rôle d'éviter les chemins préférentiels du solvant lors de l'extraction et ceux de la vapeur lors de la récupération du solvant résiduel.

2. Cuves de stockage

Ce sont des cuves cylindrique en acier inoxydable, destinées à recevoir soit le solvant parfumé des deuxièmes et troisièmes bains, soit le solvant neutre évaporé sous pression atmosphérique du premier lavage et donc récupéré. Généralement, il y en a deux par extracteur :

✓ *Evaporateur primaire*

C'est une sorte d'alambic en acier inoxydable chauffé par double fond, serpentin ou échangeur (Figure 16). La chaleur est fournie par la vapeur d'eau généralement détendue à un peu moins d'un kilogramme de pression, de manière à éviter les températures élevées à la surface de contact.

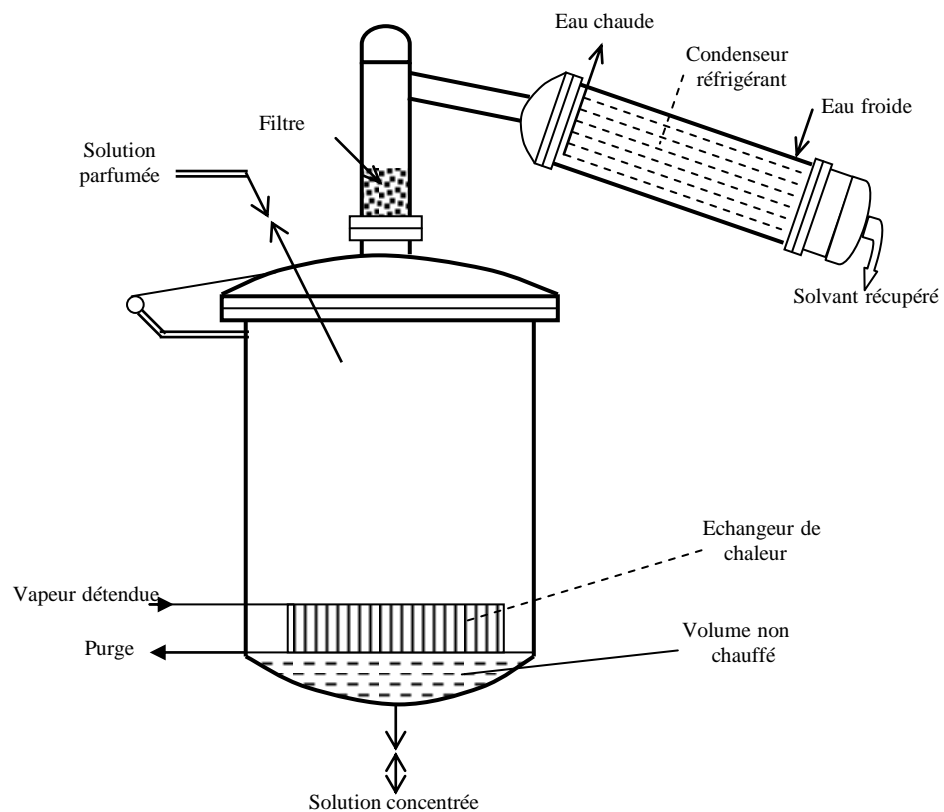


Figure 16: Evaporateur primaire

L'échangeur est généralement disposé de façon à laisser à la partie inférieure de l'évaporateur un volume mort. Ce dernier n'est plus chauffé lorsque la surface de la solution en cours d'évaporation descend en dessous du niveau correspondant.



Remarque :

Cette technique d'extraction évite des surchauffés en fin d'évaporation et préserve la finesse et la fidélité de l'odeur de la concrète florale recherchée. La cuve de l'évaporateur est reliée par un élément de colonne. Elle est nécessaire pour éviter les entraînements mécaniques, à un condenseur réfrigérant. La surface d'échange du condenseur est calculée de manière à adapter le rythme d'évaporation du solvant à celui de l'extraction.

✓ *Evaporateur sous vide*

Son principe est analogue à celui de l'évaporateur primaire. Son volume est beaucoup plus petit (1/20 à 1/10) et ses parois sont épaisses. En général, il est muni d'un double fond et le chauffage s'effectue par bain-marie. Une cuve, également maintenue sous vide, permet de recevoir le solvant qui distille sous pression réduite, en circuit fermé. Les pompes à vide sont du type à anneau liquide. Elles donnent un vide suffisant (15 à 25 mmHg).

3. Produits extraits

L'extraction primaire par un solvant volatil, donne des produits bruts dont les noms diffèrent selon la qualité de la matière première. D'une manière générale, les fleurs, les feuilles et les rameaux donnent des essences concrètes. Cette domination dérive du fait que ces produits sont le plus souvent pâteux ou solides à la température ordinaire. Par contre, Les produits secs comme les racines, les graines, les fèves, les lichens, les rhizomes, les noix, sont transformés en résinoïdes bruts. Ces derniers donnent, eux aussi, des consistances très pâteuses, voire solides. Le troisième terme qualifiant les produits d'extraction primaires ; Il s'agit des oléorésines brutes. Ce sont en fait des rétinolides issus de graines, noix muscades ou clous de girofle dont l'utilisation est ciblée sur les industries alimentaires.

Remarque :

Pour certaines gommés comme l'encens, le résinoïde brut se présente sous un aspect tellement dur, qu'il faudra ensuite le burin et le marteau pour le diviser.

3.1 Traitements alcooliques

Les traitements alcooliques ont pour objectif d'éliminer les cires ou les produits huileux pour rendre les concrètes et les résinoïdes bruts utilisables en parfumerie fine.

Concrètes, rétinolides ou oléorésines lavées présentent toutes garanties quant à leur solubilité dans l'alcool dans la gamme de température allant de -15 à +20°C. Pour obtenir des produits fins avec garanties, le traitement de base comprend cinq grandes phases.

a. Extraction alcoolique

Les concrètes ou les résinoïdes brut vont être dissous dans l'alcool éthylique à froid. Pour favoriser cette dissolution, la concrète ou résinoïde être fondue au bain-marie préalablement. Un agitateur assure la division et la dispersion dans l'alcool. Les parties solubles intéressantes, qui sont pratiquement tous les produits odorants, passent en solution dans l'éthanol. Les parties insolubles restent en suspension.

b. Filtration



La solution parfumée est ensuite filtrée et donne un alcoolat clair.

c. Glaçage

Cette opération améliore la solubilité du produit final. En effet, les cires végétales peu soluble dans l'éthanol d'autant plus que la température est élevée. Pour l'éliminer au mieux, la solution alcoolique est refroidie à -15°C . Cela a pour effet de faire précipiter la totalité des cires présentes en solution, ce qui donne une nouvelle suspension généralement plus concentrée que la première.

d. Seconde filtration

Elle est nécessaire pour éliminer les produits insolubles apparus au cours du glaçage.

e. Evaporation

C'est la phase la plus délicate, dans laquelle, il faudra éliminer le solvant éthanol aussi complètement que possible sans pour autant distiller les parties odorantes les plus volatiles de l'absolue.

Remarque :

Dans les appareillages modernes, cette phase est généralement automatisée de manière à éviter les erreurs humaines.

3.2 Matériel utilisé

Le matériel de traitement alcoolique comprend une série d'éléments qui peuvent être indépendants ou groupés en un ensemble ou batterie.

a. Batteuse ou malaxeur

C'est une cuve de 100 à 750, voire 1000 litres en acier inoxydable. L'agitation se fait soit avec des agitateurs lents à pales inversées, soit avec des turbines, soit encore avec des agitateurs de fond à profil spécial permettant une bonne dispersion.

b. Filtres ou séparateurs

La filtration des cires de glaçage doit être rapide de manière à éviter le réchauffement donc la redissolution des cires dans l'alcool. Pour cela, toute une panoplie d'appareils est disponible :

- Centrifugeuses + filtre bûchner (**Figure 17**)
- Filtre bûchner inoxydable à grosse capacité
- Filtre flottant qui double généralement un bûchner
- Filtre lisseur à gros débit.



es Scien
202 - R
5 60 29

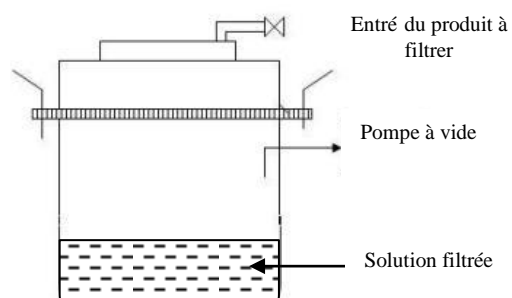




Figure 17: Photo et schéma de filtre Büchner en inox 250 à 450L
(Société : **DIDACTIC TECHNOLOGIE**)

Cet appareil est équipé d'une grille de filtration et de toiles de filtration en polypropylène de porosité allant de 5 μm jusqu'à 4 mm (en fonction des besoins). Ainsi, cet appareil travaille sous vide ou à pression atmosphérique. Il est pratique et facile d'utilisation car monté sur roulettes et couvercle amovible. L'unité est livrée complète avec un manuel technique.

c. Système de réfrigération

Il s'agit d'une glaceuse. C'est une cuve en acier inoxydable dans laquelle la solution alcoolique est refroidie à -15°C . Il en existe plusieurs types :

- *Glacuses à circulation de saumure* dans le cas où les cires de glaçage ont tendance à se déposer et à former une couche isolante. La cuve est munie d'une double paroi dans laquelle circule la saumure. L'agitateur est une ancre à pale racleuse qui décroche sur la paroi les cires déposées en homogénéisant la solution.
- *Glacuse à serpent* (Figure 18) dans le cas de cires pas trop adhésives, le circuit de détente directement dans l'appareil est préférable. Le serpent disposé dans la cuve est le siège de la détente de fluide frigorigène. Un simple agitateur central à palette permet d'homogénéiser la température de la solution alcoolique.

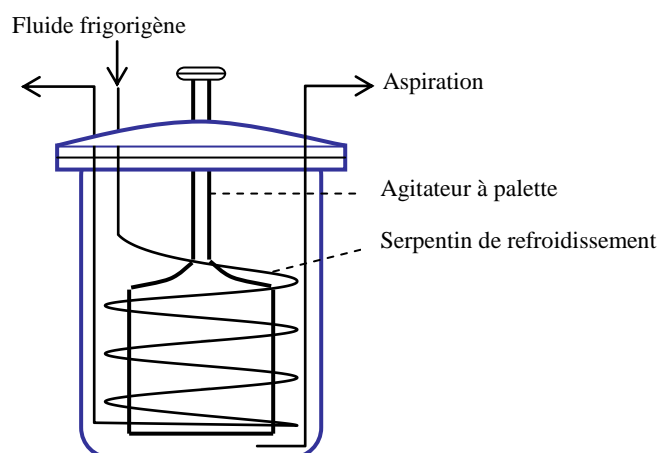




Figure 18: Glaceuse à serpentin de refroidissement

d. Evaporateur

C'est un appareil de même type que ceux décrits dans l'appareillage de la phase primaire d'extraction.

e. Pompe à vide

Elle est aussi du type à anneaux liquide comme pour les hydrocarbures et donne des dépressions résiduelles de 20 à 25 Torr, ou moins dans le cas où elle est munie d'injecteur.

Conclusion :

Toutes ces méthodes et tous ces matériaux d'extraction livrent en bout de chaîne des absolues ou des résinoïdes et des concrètes lavés de très grande puissance olfactive. Ces produits naturels d'extraction et leurs dérivés vont prendre place sur la palette du parfumeur.



Photo 15: Exemple d'un produit naturel de rose absolue

V. NOUVELLES TECHNIQUES D'EXTRACTION

1. Extraits au CO₂ supercritique

Plusieurs auteurs, Ondarza et Sanchez, (1990) ; Pellerin (1991). Ils mettent le CO₂ supercritique au sommet de l'échelle des solvants utilisables actuellement pour l'extraction des arômes.

Les techniques d'extraction des plantes aromatiques par entraînement à la vapeur d'eau ou par extraction à l'aide d'un solvant organique, fournissent respectivement des huiles essentielles et des oléorésines ou concrètes. La plupart des solvants courants utilisés font l'objet d'une réglementation stricte dictée par des considérations de santé et de protection de l'environnement. Une alternative réside dans l'utilisation des fluides supercritiques et en particulier le CO₂. L'état supercritique d'un fluide quelconque correspond à un état physique où la température et la pression, auxquelles est soumis le fluide, sont supérieures, respectivement, à une température et à une pression caractéristiques de ce dernier, dites : Température critique (T_c) et pression critique (P_c).

Pour le CO₂, ces deux grandeurs sont respectivement T_c = 32°C, et P_c = 73 bars. Sur un diagramme d'états physiques (Pression/Température), le point (32°C, 73 bars) est appelé « point critique » (Samvura, 2002).

Donc, l'état supercritique dans le cas du CO₂ est l'ensemble des états au dessus de ce point (Température > T_c et Pression > P_c) (Figure 19).

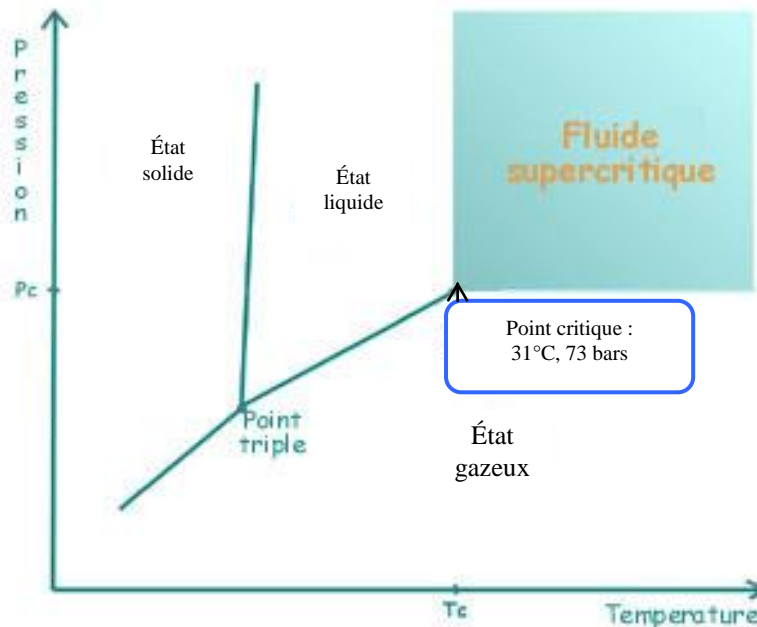


Figure 19: Diagramme des états physiques du dioxyde de carbone

La figure 19 représente les quatre états physiques du CO_2 : Solide, Liquide, Gazeux et Supercritique. Pour une utilisation comme solvant d'extraction, pour un fluide quelconque, trois états qui peuvent être intéressants :

- ✓ L'état gazeux est largement utilisé dans la distillation des plantes aromatiques.
- ✓ L'état liquide est utilisé dans les extractions aux solvants organiques.
- ✓ L'état solide est très peu utilisé à cette fin.

L'état supercritique a, en principe, plusieurs avantages par comparaison à l'extraction par solvant liquide.

- ✓ La diffusivité (à travers la paroi des cellules végétales) est plus grande que celle du liquide correspondant.

- ✓ La viscosité du fluide à l'état supercritique est bien inférieure à celle de son liquide.

Ces deux caractéristiques font du fluide supercritique un meilleur dissolvant que le liquide correspondant. Seul le CO_2 est actuellement utilisé à cette fin car il n'est pas toujours possible de travailler avec des fluides à l'état supercritique. En effet, cette technique est utilisée, depuis au moins deux décennies, pour l'extraction des épices et aromates d'après Richard (1985).

Dans l'extraction par le CO_2 supercritique, le dioxyde de carbone refroidi et comprimé à une pression inférieure à la pression critique passe à l'état liquide (Figure 20). Il est ensuite comprimé puis chauffé à des pressions et des températures choisies en fonction du type d'extrait désiré.

Le fluide traverse alors la cuve d'extraction où se trouve le matériel végétal. Le CO_2 supercritique chargé en soluté est ensuite évacué vers une autre enceinte où il est détendu au-dessous de la pression critique avant d'entrer dans le séparateur et passer à l'état gazeux.





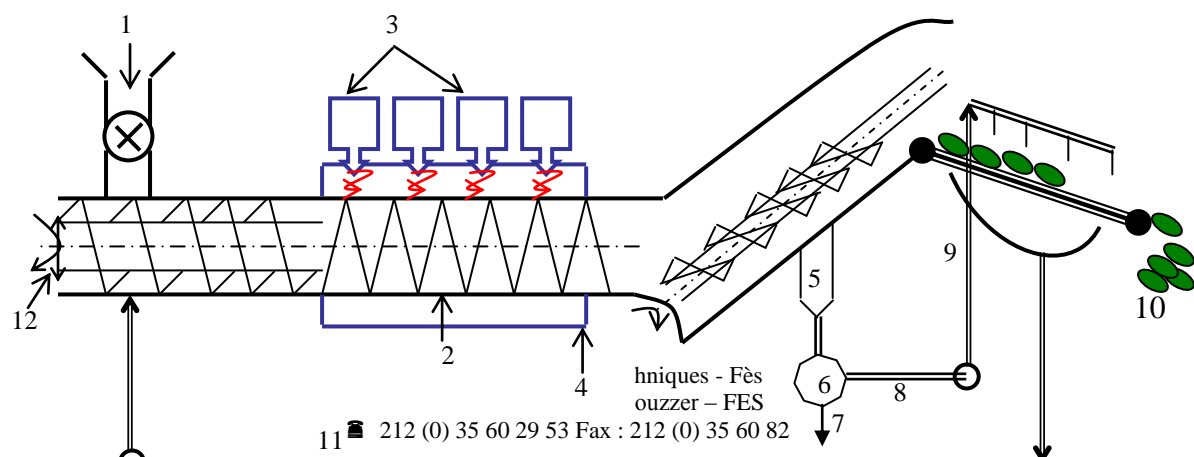
D. Extrait aux micro-ondes

L'extraction assistée par micro-ondes est une nouvelle technique qui a été développée récemment pour extraire des produits naturels aromatisants en présence d'un solvant organique ou non.

a. Extraction assistée par micro-ondes en présence d'un solvant

Il s'agit d'assurer une extraction des substances aromatiques dans un montage de distillation assistée par micro-ondes en présence d'un solvant.

La figure 21 illustre les différents éléments d'un appareil pilote. A la fin de l'opération, on élimine le solvant et on récupère l'extrait aromatique qui a ses propres caractéristiques organoleptiques.





- | | |
|------------------------------|---|
| 1= Matière première | 6= Evaporation |
| 2= Cellule d'extraction | 7= Extrait |
| 3= Générateur de micro-ondes | 8 et 9= Alimentation en solvant |
| 4= Enceinte d'extraction | 10= Tourteau épuisé |
| 5= Solvant+extrait | 11= Recyclage du solvant |
| | 12= Diamètre de la cellule d'extraction |

Figure 21: Schéma du principe d'une unité industrielle d'extraction aux micro-ondes en continu d'un solvant organique

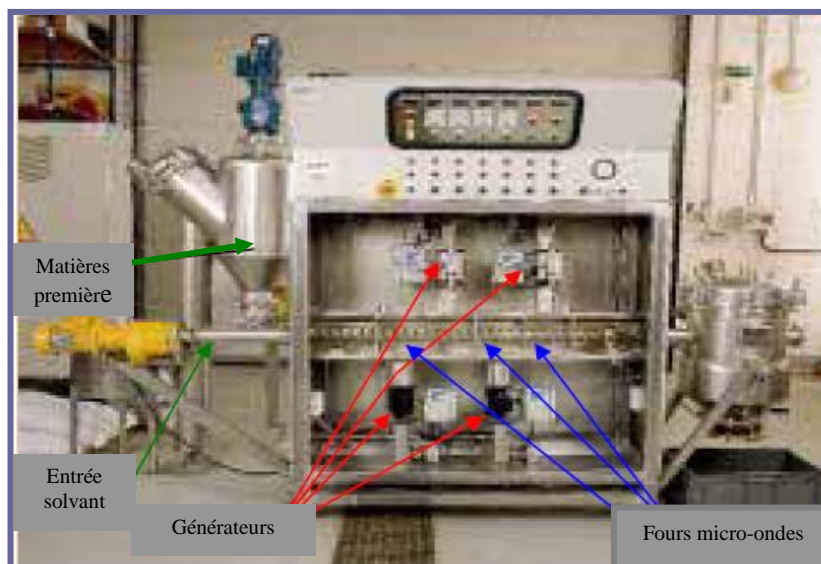


Photo 16: Unité industrielle d'extraction aux micro-ondes en continu d'un solvant organique

b. Extraction aux micro-ondes, sous vide et en absence de solvant organique

On parle parfois, dans ce cas d'une « Hydrodistillation assistée par micro-ondes sous vide ». La technique consiste à soumettre un tissu biologique à un rayonnement micro-ondes, en l'absence de tout solvant aqueux ou organique tout en appliquant une pression réduite de façon séquentielle, dans l'enceinte d'extraction (Figure 22).

On réalise donc, dans ces conditions physico-chimiques précises, un entraînement azéotropique des constituants volatils de la plante, par la seule issue du matériel végétal traité. Ces vapeurs sont condensées. Les substances odoriférantes ainsi entraînées sont séparées par décantation donnant lieu à un extrait aromatique de caractéristiques plus ou moins proches de l'huile essentielle correspondante (Bernard, 2006).

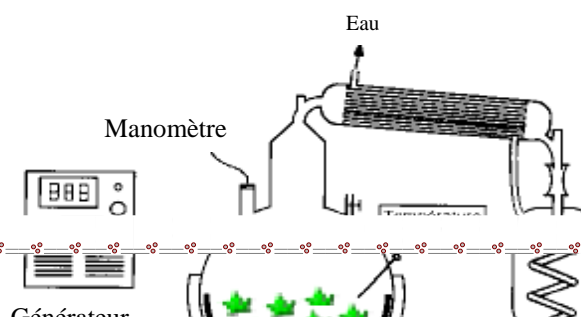


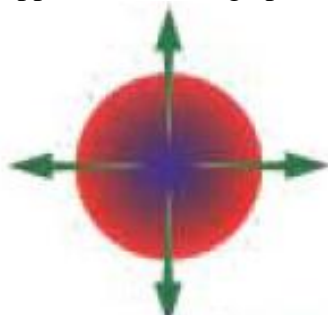


Figure 22: Installation pilote pour extraction sous vide par micro-ondes

La figure 22 illustre les différents éléments d'un montage proposé pour l'extraction, au niveau industriel, des substances aromatiques par micro-ondes sous vide.

✓ Technique d'extraction par micro-ondes

L'eau contenue dans un produit naturel absorbe les micro-ondes pour les convertir en énergie thermique. Ce dégagement de chaleur a lieu dans la masse de la matière première, provoquant un gradient de température de l'intérieur vers l'extérieur du produit et donc inversé par rapport au chauffage par conduction (Figure 23).



Chauffage par conduction ou convection



Chauffage rapide à cœur

Figure 23: Différence entre les procédés d'extraction traditionnelle et par micro-onde

Ce chauffage à cœur explique en grande partie l'extrême rapidité de la diffusion des molécules de l'intérieur vers l'extérieur du produit. Ainsi, contrairement à l'extraction solide-liquide traditionnelle, le gradient de concentration du soluté entre la matière première et le solvant n'est plus le facteur limitant de l'extraction.

Par conséquent, la qualité de solvant nécessaire à l'extraction est réduite au minimum (Bernard, 2006).

E. TECHNIQUES DE DISTILLATION DES PLANTES AROMATIQUES



Définition

Les huiles essentielles sont des mélanges de divers produits issus d'une espèce végétale. Ces mélanges passent avec une certaine proportion d'eau lors d'une distillation effectuée dans un courant de vapeur d'eau (Naves, 1977).

Dans une opération de distillation, un constituant d'un mélange donné s'évapore une fois qu'il atteint sa température d'ébullition. Or, les constituants des huiles essentielles sont tous évaporés à une température de l'ordre de 100°C (température d'ébullition de l'eau à la pression atmosphérique).

Ces procédés présentent certains inconvénients dus principalement à l'action de la vapeur d'eau ou de l'eau à l'ébullition provoquant la formation d'artefacts. Certains organes de végétaux, en particulière les fleurs, ne tolèrent pas les traitements par entraînement à la vapeur d'eau et l'Hydrodistillation.

1. Mécanisme de la distillation par entraînement à la vapeur d'eau

Les constituants des huiles essentielles se trouvant à l'intérieur du tissu du végétal doivent passer d'abord 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 d'après Guenther, (1965).

La production des huiles essentielles à partir des plantes aromatiques par entraînement à la vapeur d'eau se ferait en deux étapes :

- ✓ Diffusion des constituants de l'huile essentielle de l'intérieur des tissus vers la surface du matériel végétal.
- ✓ Evaporation 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, ce qui ralentit leur entraînement par la vapeur d'eau (koedam et coll., 1979). Cette étape détermine la vitesse de la distillation.

La distillation des plantes aromatiques et médicinales s'effectue à la vapeur directe dans des alambics. 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. La vitesse d'évaporation de chaque constituant, qui se trouve à la surface des tissus végétaux, est fixée par sa tension de vapeur dans les conditions du milieu et non par sa température d'ébullition. Une autre fraction passe à l'état gazeux qui est, à son tour, entraînée par la vapeur d'eau vers le condenseur et le phénomène continue.

2. Etapes de distillation

L'opération de distillation des plantes aromatiques peut être divisée en cinq étapes.

a. Chargement de l'alambic en biomasse végétale

La biomasse végétale à distiller est chargée dans un conteneur appelé alambic. Le dimensionnement de celui-ci, sa capacité de charge, sa forme, etc. sont variés selon les besoins des unités industrielles.



b. Production de vapeur pour l'entraînement de L'HE

L'entraînement de l'huile essentielle présente dans le végétal est assuré par la vapeur d'eau.

c. Entraînement de l'HE par la vapeur d'eau

Deux éléments essentiels conditionnent la bonne maîtrise de cette étape : le débit de la vapeur d'eau et la durée de l'opération de distillation.

d. Condensation du mélange « vapeur d'eau+HE »

Le mélange des vapeurs, vapeur d'eau et des constituants d'huiles volatiles, obtenues dans l'espace de tête de l'alambic, se condense au niveau d'un condenseur.

e. Séparation physique du mélange « H/eau »

A la sortie du condenseur, les deux liquides non miscibles arrivent au séparateur (décanteur) où ils se séparent par décantation statique basée sur leur différence de densité.

3. Etude technique des différentes étapes de distillation

L'installation d'une distillerie des PAM est un projet agro-industriel dont la réussite dépend, de la qualité de l'étude technico-économique qui a été consacrée. La taille d'une distillerie dépend de sa capacité de production. Selon Ghenther, (1965) ; Muñoz, (1987) et Taoussi, (1992) trois éléments importants doivent être pris en considération pour un dimensionnement adéquat :

- la capacité de charge d'un alambic
- les besoins en vapeur de la distillerie
- les besoins en eau de refroidissement

La description technique de ces différents équipements est nécessaire pour l'installation d'une distillerie des PAM.

3.1 Volume et capacité de charge d'un alambic

L'alambic doit être chargé en biomasse végétale de façon régulière et bien tassé pour éviter des passages préférentiels pour la vapeur d'eau. Toutefois, un tamisage trop fort risque un « colmatage » de la masse végétale ce qui ralentit la distillation et la vapeur d'eau risque de se créer des chemins préférentiels. Muñoz (1987), a montré que la capacité de charge en Kg d'un alambic au quart (1/4) voire le cinquième (1/5) de son volume (exprimé en litres) pour les espèces végétales les plus courantes (romarin, lavande,...). Par exemple, un alambic de 3m³ de volume, aurait une capacité de charge de 3000 litres/4 à 3000 litres/5 soit 600 à 700 kg par charge.

L'évaluation de l'effet de la charge en matériel végétal sur le rendement en huile essentielle et sur la qualité physico-chimique de cette dernière a été réalisée par Taoussi, (1992) sur l'eucalyptus grâce à un appareil pilote de 100 L de volume utile (Tableau 4).

Tableau 4 : Effet de la charge et de la forme sur le rendement en huile essentielle d'*E. camaldulensis* Dehn.



Forme de matériel végétal	Masse en kg	% de feuilles	Rendement en huile essentielle (% MS)
Feuilles seules	20	100	0.59
Brindilles feuillues	15	66	0.94
Brindilles feuilles	12	65	1.1

- Dans tous les cas, les rendements sont calculés par rapport aux feuilles seules.
- Durée de distillation est 40min (Taoussi, 1992).

Les données de tableau 1 montrent que la distillation des feuilles d'eucalyptus est difficile. Les feuilles seules se tassent plus facilement et s'agglutinent entre elles rendant la circulation de la vapeur et, par conséquent, l'entraînement de l'huile essentielle plus difficile. Les brindilles feuilles donnent à la biomasse végétale, dans l'alambic, une forme moins opaque. Elles facilitent ainsi la circulation de la vapeur d'eau et sa mise en contact avec l'ensemble de la charge. Mais dans ce cas, la charge maximale de l'alambic est de 15kg soit 15/100 ou 3/20 du volume de l'alambic, au lieu de 4/20, minimum rapporté par Muñoz, (1987). Mieux encore, la diminution de la charge à 12 kg (12/ 100 ou 12% au lieu de 1/5= 20%) améliore encore le rendement en huile essentielle. Toutefois, on pourrait retenir que :

- ✓ La capacité de charge d'un alambic dépend de la nature du matériel végétal et de son état (état de son humidité par exemple).
- ✓ La forme du matériel végétal joue un rôle très important dans la réussite de l'opération de distillation. Même si l'HE est localisée uniquement dans les feuilles, la présence d'un minimum de bois dans la charge est nécessaire pour faciliter la circulation de la vapeur d'eau et donc assurer un meilleur entraînement de l'essence recherchée.
- ✓ La répartition aussi régulière que possible de la charge végétale à travers tout l'alambic est une condition nécessaire pour la réussite d'un bon épuisement de la plante avec une durée de distillation la plus courte possible.

3.2 Production de vapeur d'eau

a. Estimation des besoins en vapeur d'eau

Les besoins en vapeur d'eau peuvent être déterminés à partir de l'équation de Dalton, d'après Guenther, (1965).

$$W_{H_2O} / W_{huile} = (P_{H_2O} / P_{huile}) \times (M_{H_2O} / M_{huile})$$

W_{H_2O} et W_{huile} : Masse respectives de l'eau et de l'huile dans le condensât.

P_{H_2O} et P_{huile} : Pression partielles de vapeur respectives de l'eau et de l'huile dans l'air à la température de l'alambic.

M_{H_2O} et M_{huile} : Masse moléculaire de l'eau et masse moléculaire moyenne de l'huile essentielle.

Pour une HE donnée, M_{huile} est une constante. Pour des conditions physico-chimiques (à l'intérieur de l'alambic) données, P_{H_2O} et P_{huile} sont aussi des constantes (état de saturation en général). $M_{H_2O} = 18$. On peut conclure, ainsi, que pour une HE donnée et pour des conditions physico-chimiques d'entraînement à la vapeur d'eau données, la consommation en vapeur est proportionnelle à la quantité d'HE produite :

$$W_{H_2O} = K \cdot W_{huile}$$

Faculté des Sciences et Techniques - Fès

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ 212 (0) 35 60 29 53 Fax : 212 (0) 35 60 82



Pour une espèce végétale donnée, le rendement en HE est connu.

$$\text{Rendement en HE (kg/ tonne)} = W_{\text{huile}}/\text{charge végétale}$$

W_{huile} en kg et charge végétale en tonne

On déduit :

$$W_{\text{huile}} = \text{Rendement} \times \text{Charge végétale}$$

D'où

$$B_{\text{H}_2\text{O}} = K \cdot \text{Rendement} \times \text{Charge végétale}$$

$$B_{\text{vapeur}} = K' \cdot M_{\text{végétal}}$$

Avec $K' = K \cdot \text{Rendement}$

Les besoins en vapeur (B_{vapeur}) sont proportionnels à la charge végétale traitée ainsi qu'à son rendement en HE. En pratique, la consommation de vapeur est mesurée par la quantité d'eau récupérée après condensation et séparation de l'huile. Diverses causes peuvent augmenter cette consommation :

- ✓ Au cours de la distillation, l'huile contenue dans la charge de plante diminue graduellement. Il en résulte qu'on peut tenter de prolonger l'opération de distillation pour un meilleur épuisement de la matière première. Cela se traduit par une augmentation de consommation de vapeur ainsi que par une modification de la composition de l'HE obtenue.
- ✓ 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 il est difficile d'en extraire l'HE (Tableau 5).

D'après Guenther, (1995) un matériel végétal trop sec nécessite un minimum d'eau à l'état liquide pour faciliter la diffusion de l'HE.

Tableau 5 : Hydrodistillation de la menthe poivrée

Etat de la plante	Quantité de vapeur en kg*
Frais	250-350
Semi-sec	60-80
Sec	30-40

* Quantité de vapeur nécessaire pour extraire 1kg d'huile essentielle en fonction de la teneur en eau du matériel végétal (Guenther, 1965).

- ✓ Dans certains cas, l'huile essentielle ou l'un de ses constituants sont fortement liés aux tissus du matériel végétal. Son extraction demande beaucoup d'énergie et beaucoup de vapeur (Greche, 1999).
- ✓ Le découpage ou broyage, plus ou moins grossier de la matière végétale, influe sur la consommation de vapeur. Plus on découpe la matière première, plus on augmente la surface d'échange et plus on facilite la libération de l'huile.



Pour évaluer l'effet du débit de vapeur sur le rendement en HE, Slama, (1994) a utilisé l'*Eucalyptus camaldulensis* comme matière première. La consommation de vapeur a été estimée par le volume des eaux blanches (eaux de condensation) produites pendant 50 min de distillation (Tableau 6).

Tableau 6: Effet du débit de vapeur sur le rendement en HE l'*E. camaldulensis* obtenue par vapo-distillation*

Eaux blanches récupérées (litre)	Rendement en HE (% MS)
19.0	1.15
22.5	1.31
26.5	1.01
28.5	0.98
36.0	0.88

* : dans cette expérimentation, la vapeur est produite par un générateur de vapeur séparé de l'alambic. La vapeur obtenue est injectée dans le fond de l'alambic chargé en matériel végétal (Slama, 1994).

Il y a un optimum pour le débit de vapeur qui donne le meilleur rendement en huile essentielle : 22.5 L pour une charge de 60Kg de végétal traité. Pour mieux réussir la distillation des plantes aromatiques, il faut pour chaque espèce et, pour des équipements et procédés donnés, déterminer le débit optimal de vapeur.

b. Source d'énergie pour la production de vapeur

Plusieurs combustibles peuvent être utilisés pour la production de la vapeur nécessaire à la distillation :

- ✓ Combustibles solides naturels : la houille, le lignite, le bois et les déchets végétaux.
- ✓ Combustibles solides artificiels (coke et charbon de bois).
- ✓ Combustibles liquides (gazole et fuel).
- ✓ Combustible gazeux (Hydrocarbures naturels : propane, butane, gaz naturel, gaz des gazogènes).
- ✓ Autres sources d'énergie (électrique, solaire...).

Le tableau 7 ci-dessous présente les pouvoirs calorifiques (PC) des principaux combustibles disponibles sur le marché Marocain.

Tableau 7 : Pouvoir calorifique inférieur (PCI) de quelques combustibles disponibles au Maroc (Hagler et Bailly, 1991).

Combustibles	PCI 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'olive	4 300	18.0	0.43

1 GJ = 1 million de kJ = 238 920 Kcal.

1 tep (tonnage équivalent en pétrole) = 41 855 GJ = 10⁹ Kcal ;



Les PC du bois et du grignon d'olive sont voisins de ceux du charbon local du Maroc.

c. Besoins en eau froide pour la condensation de vapeur

Le refroidissement du condenseur par l'eau froide dépend de la quantité de vapeur à condenser. Celle-ci a été évaluée par Guenther, (1965) à 10% de la masse végétale traitée, dans le cas d'une installation moderne de distillation, 20% en moyenne dans une distillerie traditionnelle.

Le condenseur doit ainsi être capable de ramener cette vapeur (eau essentiellement) de l'état de vapeur à 100°C et la pression atmosphérique à l'état d'eau liquide à 40°C environ. L'eau de refroidissement est admise dans le condenseur à des températures variant, généralement, entre 20 et 25°C. Cette même eau sortirait du condenseur à 70°C selon Muñoz, (1987).

D'après Guenther (1965), la masse d'eau froide nécessaire pour faire fonctionner le condenseur est estimé par la relation suivante :

$$Q_{e.f} \cdot \Delta\theta = Q_c = Q_v \cdot 600$$

Où

$$Q_{e.f} = Q_v \cdot 600 / \Delta\theta$$

$Q_{e.f}$ = Masse d'eau de refroidissement en kg par quintal de végétal

Q_v = Masse de vapeur consommée en kg par quintal de végétal

$$600 = (540 + \Delta\theta)$$

$$\Delta\theta = T_{e.f.s.c} - T_{e.f.e.c}$$

$T_{e.f.s.c}$ = Température d'eau de refroidissement à la sortie du condenseur

$T_{e.f.e.c}$ = Température d'eau de refroidissement à l'entrée du condenseur

4. Appareillage de distillation des plantes aromatiques

On a trois principales variantes de distillation des plantes aromatiques pour l'obtention des huiles essentielles, dans l'industrie :

- la distillation par l'eau ou « Hydrodistillation »
- la distillation à la vapeur d'eau ou « Vapohydrodistillation »
- la distillation à la vapeur directe ou « Vapodistillation », le générateur de vapeur étant séparé de l'alambic.

D'après Ames et Mathews, (1968), ces trois modes reposent sur le même principe : entraînements des constituants volatils du matériel végétal par la vapeur d'eau. La différence entre eux réside dans le degré de contact l'eau liquide et le matériel végétal.

4.1 Hydrodistillation

La distillation des végétaux odorants à la vapeur s'effectue dans un appareil appelé alambic qui se compose de trois parties répondant chacune à une fonction bien précise :

- ✓ Une chaudière surmontée d'un chapiteau avec col de cygne ou colonne ;
- ✓ Un condenseur réfrigérant
- ✓ Un essencier



Les appareils de distillation sont actuellement en acier inoxydable, calorifugé dans les parties chaudes. Les deux parties essentielles de l'appareillage sont la chaudière où s'effectue l'ébullition des végétaux en présence d'eau. Puis, la vapeur d'eau passe dans la masse végétale. Ensuite, cette vapeur d'eau et d'essence est condensée dans un condenseur réfrigérant (Jeancard, 1927).

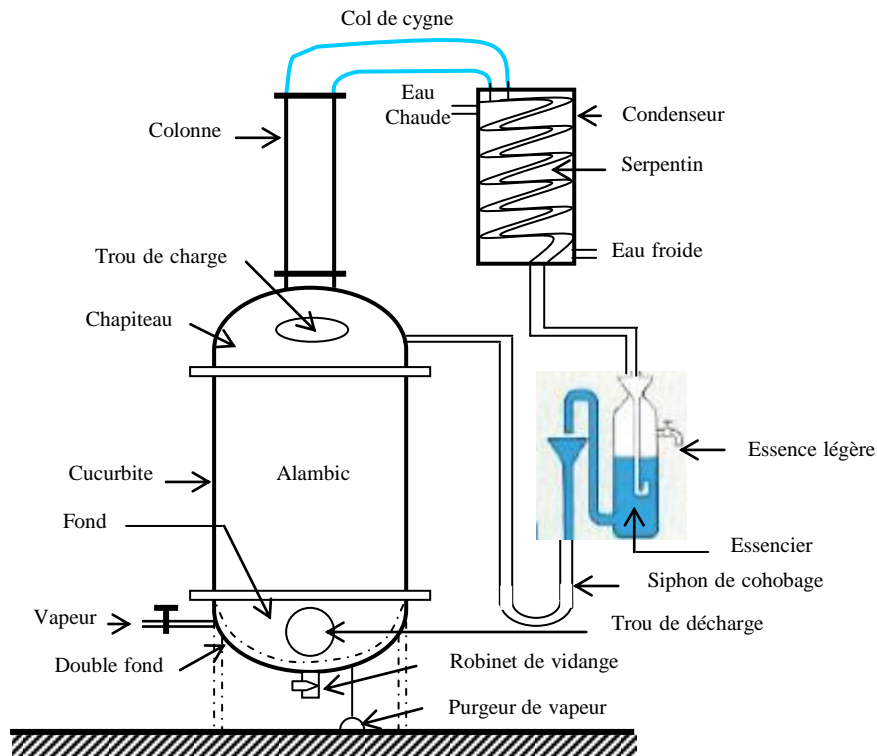


Figure 24: Alambic pour la distillation des plantes à parfum (Jeancard, 1927).



Plateau matière
avec mât de lavage

des Sciences et
2202 – Route
35 60 29 53 F

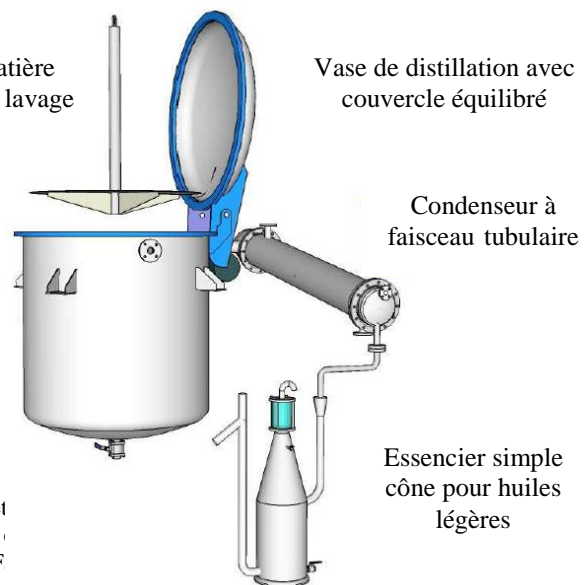


Photo 17: Hydrodistillateur à capacité 1000 L

Figure 25 : Schéma d'un Hydrodistillateur selon la



i. a. Les chaudières

Les chaudières ont habituellement une forme cylindrique limitée dans la partie supérieure par une hémisphère ou encore une forme cylindroconique. Ce sont des bouilleurs qui peuvent aller jusqu'à des capacités de 25m³ mais le plus souvent, ces capacités varient de 1.5 à 3m³.

La production des vapeurs à l'intérieur de la chaudière peut être obtenue soit par chauffage à feu nu (Figure 26), soit par détente de vapeur d'eau sous pression (fournie par un générateur de vapeur d'eau) dans un double fond ou par un serpentin de chauffe placés dans le fond du bouilleur (Photo18).



Figure 26: chaudière à feu nu



Photo 18: Serpentin de chauffe

La chaudière peut être équipée d'un agitateur à ancre ou à pales inclinées permettant le brassage de la matière végétale. Le bouilleur comporte également un trou pour le chargement de la matière végétale dans la partie haute de l'appareil et un trou de décharge sur la paroi latérale. Un robinet de vidange permet d'évacuer les liquides restant dans l'appareil.

ii. b. Condenseur réfrigérant

Les condenseurs réfrigérants sont en acier inoxydable. Les vapeurs produites dans le bouilleur sont collectées dans le chapiteau ou encore sélectionnées dans la colonne puis elles sont condensées dans les condenseurs qui servent également de réfrigérant à contre-courant.

Ils peuvent être tubulaires ou plus simplement formés d'un serpentin.



- Condenseurs à tube en forme d'hélice (Figure 27)

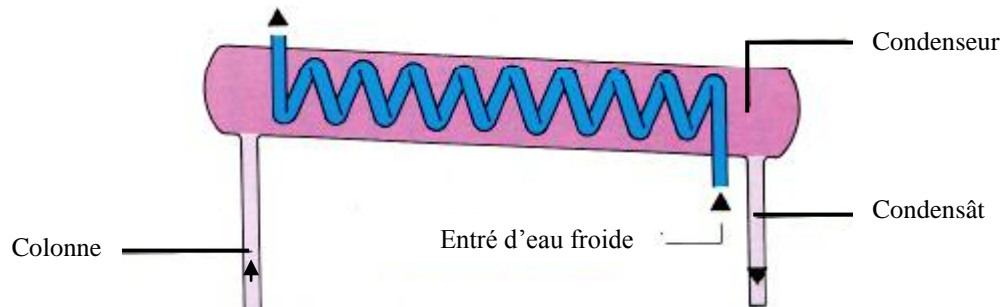


Figure 27: Condenseur à forme serpent

Pour des quantités de vapeur élevées, les condenseurs à tubes en zigzag deviennent trop longs. Les condenseurs à spire sont conçus pour résoudre ce problème. Pour plus d'efficacité, certains condenseurs de ce type sont constitués de plusieurs spirales. L'ensemble est prolongé dans un récipient cylindrique où circule l'eau de refroidissement.

- Condenseurs à tubes parallèles

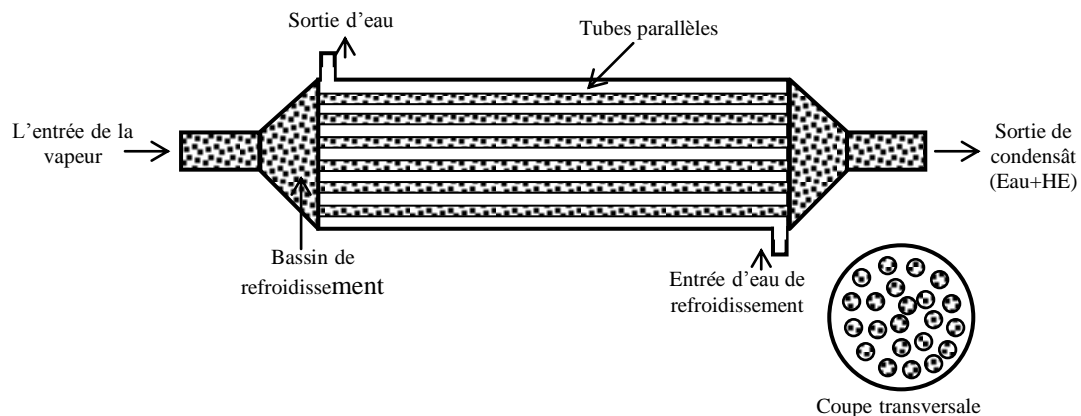


Figure 28: Condenseur à tubes parallèle

Le condenseur est formé d'une série de tubes logés dans un grand cylindre dans lequel l'eau circule à contre-courant de l'écoulement de la vapeur. Le condenseur à tubes parallèles horizontaux, le plus simple, est formé de 4 tubes de 5cm de diamètre et 120 cm de longueur. Ces tubes sont placés à l'intérieur du cylindre de façon à permettre un écoulement rapide du condensât (Figure 28). Selon Jeancard, (1927) il faut particulièrement 1 à 3m² de surface de condensation pour 100kg de vapeur à l'heure.

Conclusion :

Pour un même débit de vapeur, la surface d'échange nécessaire pour un condenseur traditionnel (tube en zigzag ou serpent) est trois fois supérieure à celle d'un condenseur à tubes parallèles ; la surface d'échange, S, étant proportionnelle à la longueur du tube.



iii. *c. Essencier*

L'essencier, généralement, a une forme cylindrique ou rectangulaire selon Guenther, (1965). Les séparateurs diffèrent par les positions relatives des deux tubes d'évacuation (Photo 19):

- Tube d'évacuation des eaux blanches, d'un côté
- Tube de récupération de l'HE, de l'autre.



Photo 19: Un séparateur (essencier)

- *Différentes types de séparateurs*

À la sortie du condenseur, les deux liquides non miscibles arrivent dans le 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 (Figure 29):

A : Le cas le plus général, lorsque la densité moyenne de l'huile est inférieure à celle de l'eau. La phase lipidique flotte à la surface de l'eau.

B : La phase huileuse décante au fond du séparateur dans le cas où, la densité moyenne de l'huile est supérieure à celle de l'eau, l'eau est continuellement éliminée à la partie supérieure.

C : La phase huileuse est formée de deux parties qui diffèrent par leur densité. L'une a une densité supérieure à celle de l'eau, l'autre à une densité inférieure.

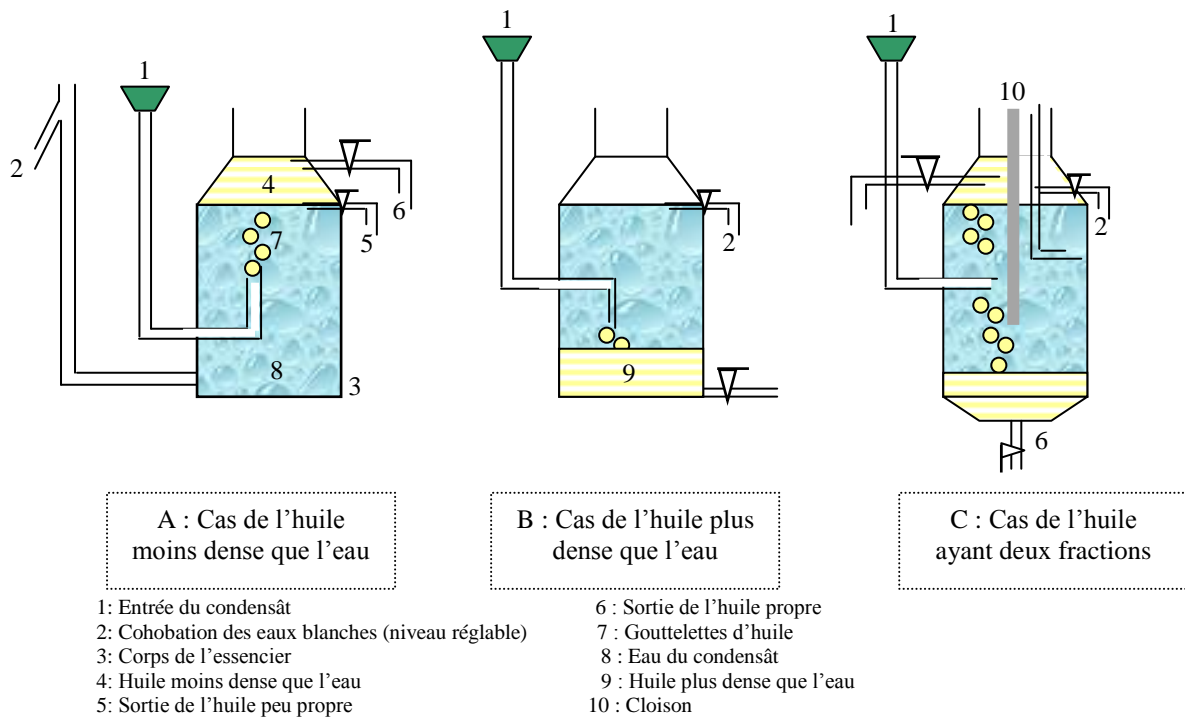


Figure 29: Exemple d'essenciers pour la séparation de l'HE (Benjilali et coll, 2005).

Après la décantation de l'HE dans le séparateur, il y a toujours une fraction de l'essence, plus ou moins importante, qui passe dans l'eau. C'est-à-dire que la solubilité dans l'eau n'est pas nulle pour tous les constituants de l'HE. Parfois, pour réduire les pertes par dissolution d'une fraction de l'HE dans les eaux de condensation (eau blanche), on procède par cohobation. Il s'agit de recycler l'eau blanche dans l'alambic au fur et à mesure qu'elle est produite.

La cohobation permet d'améliorer les rendements en HE et même la qualité organoleptique du produit obtenu.

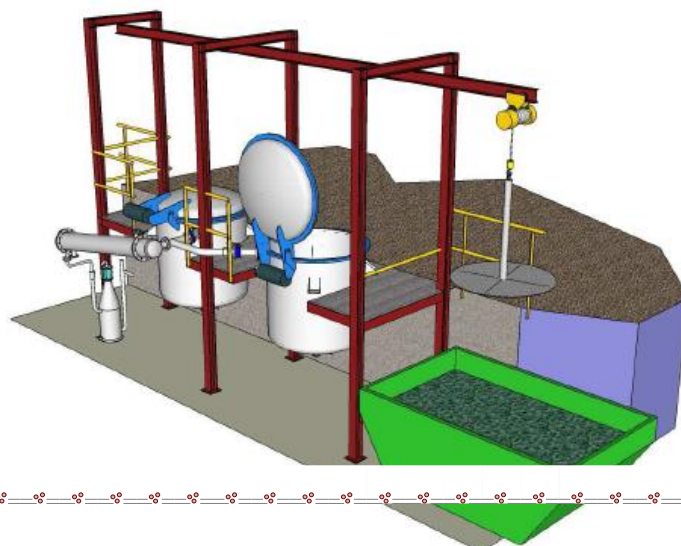




Figure 30: Schéma d'installation complète d'un hydrodistillateur à double cuve d'après la société LAVERGNE. (France).

5. 4.2 Vapohydrodistillation

Le procédé est le même que pour l'hydrodistillation, seulement dans ce cas, le matériel végétal se trouve supporté par une grille ou une plaque perforée placée à une distance adéquate du fond de l'alambic (Figure 31). 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 matière végétale.

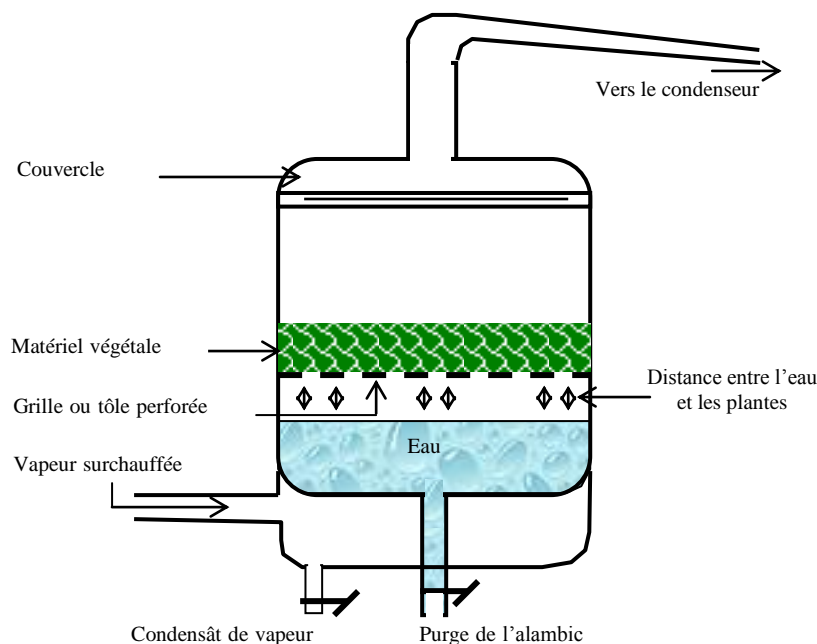


Figure 31: Schéma d'un alambic pour la vapohydrodistillation selon Benjilali et coll. (2005).

Les principales caractéristiques de cette technique peuvent être résumées comme suite : 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. Ainsi, Le risque de surchauffe dans le cas de l'alambic à « feu nu » est plus important que dans le cas de l'hydrodistillation.

Les inconvénients de cette technique :



Le refroidissement et réchauffage de l'eau utilisée avant chaque décharge se traduit par une consommation importante de temps et d'énergie.

En plus, 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 avec cette paroi, se trouve à des températures bien plus élevées que 100°C. Ceci provoque des changements qualitatifs (couleur, composition, odeur,...) et quantitatifs (rendement) de l'huile essentielle produite.

4.3 Vapodistillation

Cette méthode ressemble à celle décrite précédemment. Elle en diffère par le fait que, cette fois, il n'y a pas d'eau au fond de l'alambic. Sur le plan technique, cette méthode de distillation est la plus avancée. L'alimentation de l'alambic avec la vapeur surchauffée par un générateur permet une réduction du coût de l'opération (consommation plus faible d'énergie).

- Générateur séparé ou distillation à la vapeur directe

Un générateur séparé est une chaudière productrice de vapeur, capable d'alimenter un ou plusieurs alambics de distillation, de contenance variable. Le combustible utilisé dans ces générateurs peut être de nature différente (gaz, les déchets de distillation des plantes, bois ...) (Owens et coll, 1998; Collin, 1997 ; France-Ida, 1996) (Figure 32).

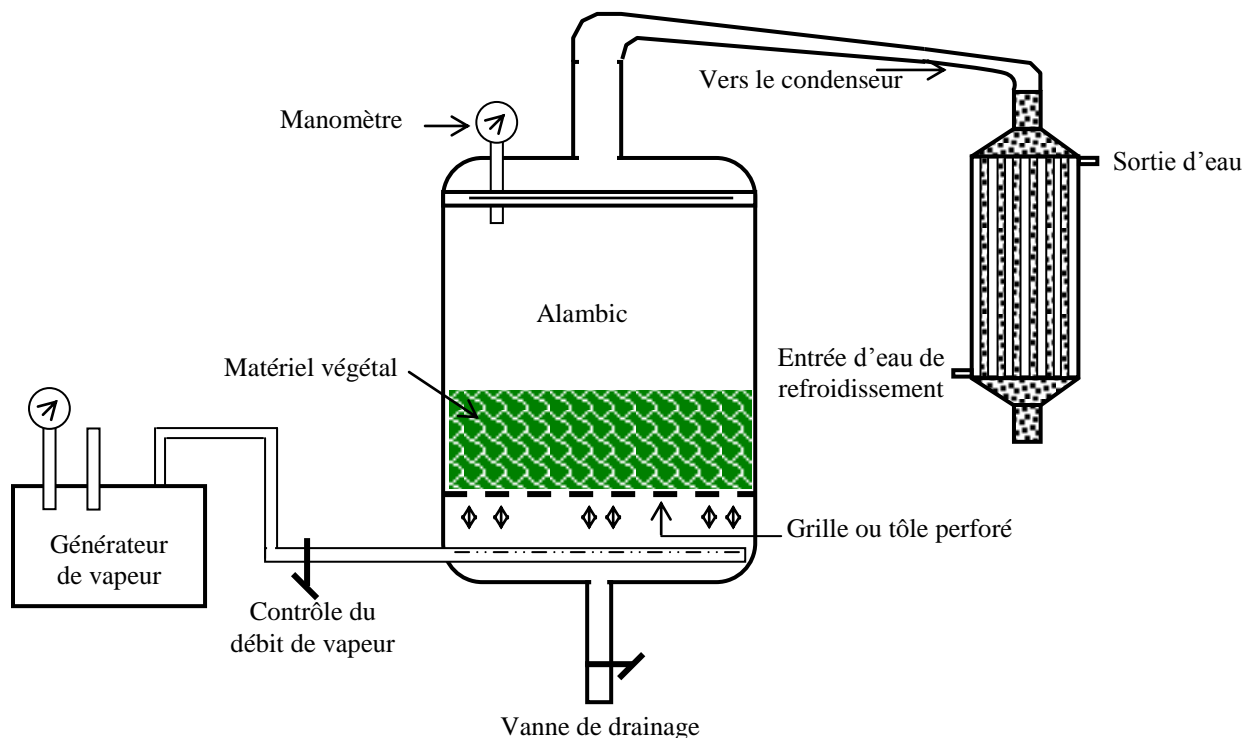


Figure 32: Schéma d'un appareil de distillation des plantes aromatiques à générateur de vapeur séparé de l'alambic (Guenther, 1965).



Inconvénients :

Dans cette technique, L'utilisation de la vapeur à haute température, pose des problèmes techniques : On peut avoir un ralentissement, et même un blocage de l'effet des forces d'hydro-diffusion lorsque la matière première est sèche. Ainsi, le risque de décomposition des constituants de l'huile.

Avantages :

Les risques d'hydrolyse des esters contenus dans les essences sont réduits dans ce mode de distillation. La vapeur étant toujours prête à l'emploi. En plus, le temps de mise en régime de chaque opération, durée séparant la fermeture de l'alambic et la première goutte de distillation, est plus court.

Ces caractéristiques fond de cette technique une méthode de distillation relativement plus rapide et plus économique que les deux précédentes.

5. Procédés modernes

5.1. Hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est une autre méthode d'obtention des huiles essentielles qui s'est développé ces dernières années (Legast et Peyron, 1983).

Le principe de ce nouveau procédé consiste à pulser la vapeur d'eau de haut en bas à travers le végétal disposé dans un parallépipède métallique grillagé, se qui permet une meilleure séparation de la charge. L'huile essentielle s'écoule vers un collecteur permettant un équilibre avec une pression atmosphérique (Figure 33).

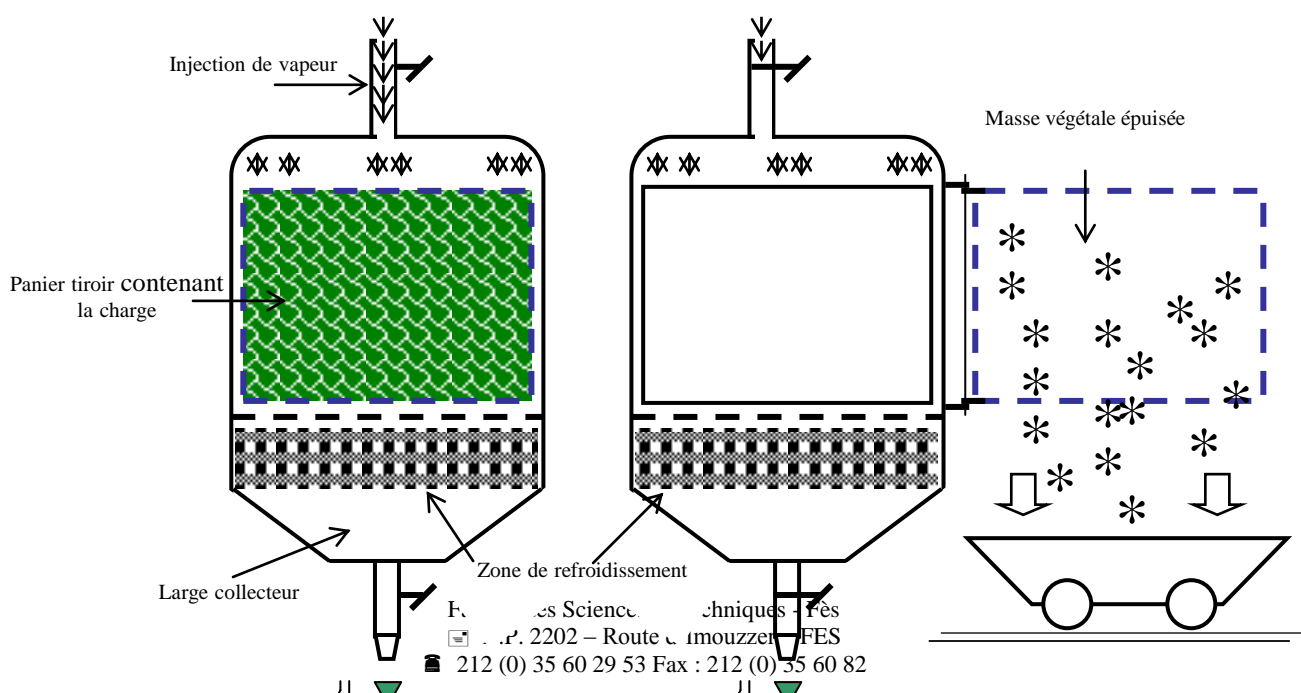




Figure 33: Représentation schématique du principe de l'hydrodiffuseur.

Avantages :

D'après Legast et Peyron, (1983), les premiers résultats obtenus par ce procédé sont: Les réactions secondaires d'hydrolyse et de formation d'artéfacts seraient limitées. Le lessivage du végétal avec dissolution et entraînement de composés volatils hydrosolubles n'aurait pas été observé. Les rendements seraient généralement supérieurs et les durées de distillation inférieures ou égales à celles observées dans les techniques précédentes. Et enfin, Les huiles essentielles obtenues ont des compositions chimiques sensiblement identiques à celles obtenues par les procédés classiques et leur activité antibactérienne est sensiblement identique à celle des HE obtenue par entraînement à la vapeur (Pellecuer, 1983).

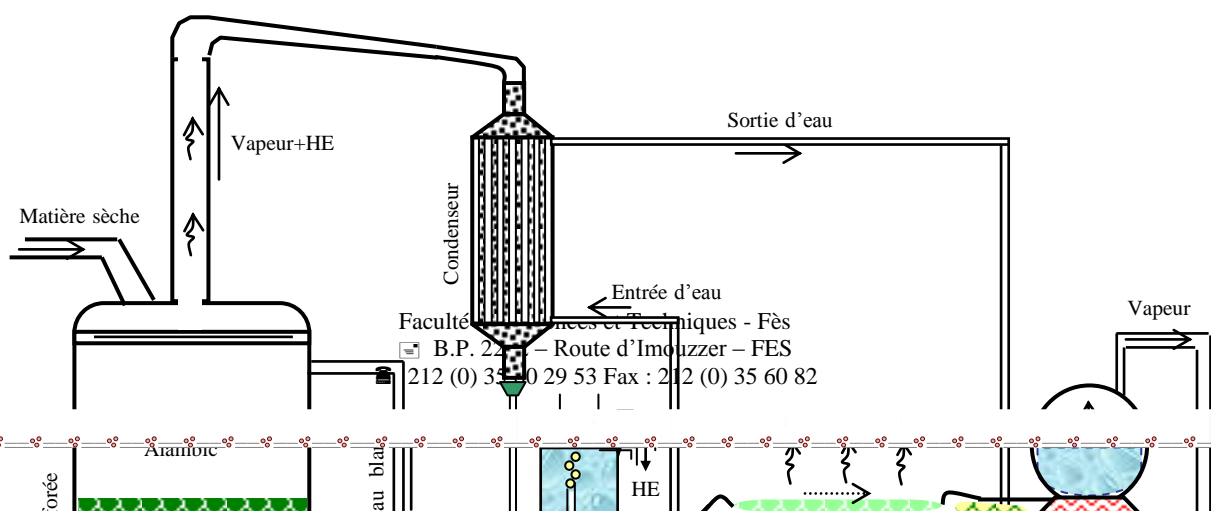
Inconvénients :

Le procédé s'applique bien aux HE facilement entraînaibles (lavande, lavandin) mais ne semble pas convenir à de longues durées de distillation (costus, ambrette) pour lesquelles des composés lourds ne peuvent être entraînés qu'en utilisant des conditions plus rudes de température et de durée (Garnero, 1992).

5.2 Procédés en continu

Ces procédés connaissent actuellement un grand développement et constituent certainement la solution de l'avenir. La matière végétale est introduite dans l'unité de distillation. La vapeur d'eau fournie par le générateur de vapeur entraîne l'huile essentielle au fur et à mesure de l'approvisionnement en matière végétale. Le résidu végétal épuisé est éliminé par un convoyeur à hélice et dirigé dans la chaudière fournissant la vapeur d'eau nécessaire à l'entraînement de l'huile essentielle (Boucard et Ainsworth, 1991).

L'ensemble représente un haut degré d'automatisation correspondant à une faible mise en œuvre de manutention (Figure 34).





Avantages :

Le rendement de ce procédé en HE est de 2,5% par rapport à la matière végétale. A la sortie de la cuve de distillation, la matière végétale contient une faible humidité et peut être utilisée telle quelle en tant que combustible. Ainsi, pour l'environnement, ce procédé élimine les nuisances grâce à tout un dispositif de cyclones séparateurs de poussières et de filtres pour l'air rejeté dans l'atmosphère.

6. Stockage

En production industrielle, l'HE doit être stockée à l'abri de la lumière dans les conteneurs inertes vis-à-vis des constituants de l'HE. Au Maroc, on utilise essentiellement des fûts de 200 litre en acier ordinaire galvanisé de l'intérieur (Figure 35). Ce type de conteneur a l'avantage d'être toujours disponible, facile à manipuler, relativement bon marché et ne semble pas poser de problème quant à la qualité de l'HE.



Figure 35: Image des fûts de capacité 200 L et 30 L en acier



Le stockage doit être réalisé dans un hangar, en pénombre, à une température comprise entre 15 et 25°C. La disposition des fûts doit laisser suffisamment d'espaces pour la circulation libre de l'air (Benjilali et Zrira, 2005).

Remarque :

Il est strictement interdit de fumer ou d'allumer une flamme quelconque dans l'air de stockage des HE. Quand cela est nécessaire, la lumière à l'intérieur de l'aire de stockage peut être obtenue à l'aide de lampes électriques.

E. VALORISATION DE RESIDUS VEGETAUX DE DISTILLATION

Les rendements en huiles essentielles de nombreuses espèces (Thym, romarin, sauge, armoise, géranium, lavande, menthe, ...) sont de l'ordre de 1 à 4kg d'HE par tonne de matière végétal. C'est-à-dire, pour produire 1t d'HE, il faut traiter 400 à 1000 t de biomasse végétale qui laisse à la fin presque le même tonnage en résidu.

Ces résidus de biomasse végétale issus de distillation on peut les valorisés de diverses façons :

- ✓ La voie la plus simple et la plus ancienne consiste à l'utiliser comme source d'énergie pour alimenter la chaudière de production de vapeur.



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



- ✓ La fabrication de composts d'excellente qualité par la fermentation.
- ✓ La production d'aliments composés pour le bétail selon les études réalisées par Chalchat, (1993)
- ✓ La production de bioéthanol par la fermentation de cette matière végétale selon l'étude de El outassi, (2004).
- ✓ L'extraction des concrètes par solvants



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



CHAPITRE III: ETUDE PILOTE DE VALORISATION DES PAM



SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I Généralité sur *Citrus aurantium* L., *Spp.amara* Engl

1. Taxinomie et description botanique de la plante

- ✓ Règne Plantae
- ✓ Division Magnoliophyta
- ✓ Ordre Sapindales
- ✓ Famille Rutaceae
- ✓ Genre *Citrus*
- ✓ Espèce *Citrus aurantium*

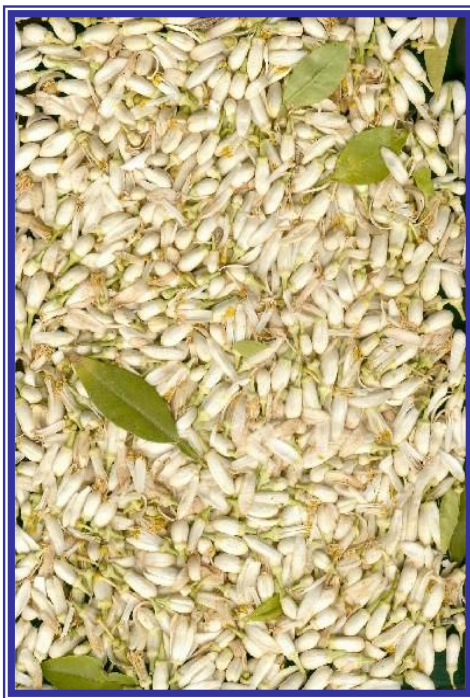


Photo 20: Photo des fleurs d'oranges (néroli)



Figure 36 : Photo schématique d'un Rameau de Bigaradier

Fleurs (néroli)

Feuilles (Petit Grain)

Bigarade

L'oranger amer est un arbrisseau de 4 à 5 m de haut. Son tronc est très ramifié, ses branches épineuses et son feuillage persistant est parfumé. La feuille, ovale lancéolée, coriace et d'un vert brillant, possède un limbe articulé sur un pétiole dilaté en une aile cordiforme.

Ses fleurs blanches sont très odorantes (photo 20), groupées par deux ou trois, prennent naissance à l'aisselle des feuilles. Elles ont un calice cupuliforme, cireux, cinq pétales épais et une vingtaine d'étamines soudées à la base par leurs filets. Elles s'épanouissent entre la fin



d'avril et début de juin. Ses fruits (Bigarade), plus petits que ceux d'un oranger doux (7 à 8 cm de diamètre), sont ovoïdes et rouge orangé à maturité. Ils sont aromatiques, de saveur amère et acide, ce qui ne les rend pas comestibles (Daovy et coll, 2009) (Figure 36).

2. Origine et répartition géographique

Le bigaradier ou oranger amer, *Citrus aurantium* L. (Rutaceae), due à l'ancienneté de leur culture, il existait au Sud-Est asiatique. Déjà au III^e siècle, on le rencontrait en Chine. Selon Tanaka, (1977), il couvrirait Assam et le Nord de la Birmanie. Ensuite la diffusion se fit, au VII^e siècle avant J.C., vers l'Inde, le Japon, la Perse, puis l'Arabie saoudite, l'Égypte, la Syrie et enfin la Palestine. Introduits de Chine par les exploiters arabes, le Bigaradier trouva l'accueil sur les berges de la méditerranée et en particulier en Andalousie et après cela il se répandait dans le monde.

Aujourd'hui, l'oranger amer se cultive principalement dans les régions où le climat et le sol sont favorables à son développement : Italie, Sicile, Espagne, Afrique du Nord, continent américain, l'Afrique du sud et le Maroc.

Au Maroc, les zones les plus peuplées par le genre *Citrus*, sont des zones tempérées et chaudes, généralement dans toutes les régions tropicales et subtropicales, c'est à dire entre les parallèles 40°N et 40°S (Figure 37).

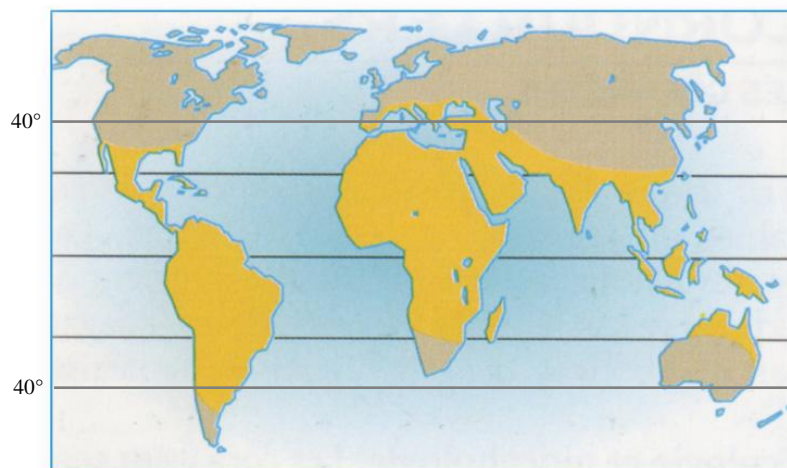


Figure 37: Régions globales de croissance des Agrumes.

3. Usages traditionnels

Partout au Maroc, les fleurs, très parfumées, servent à préparer l'eau de fleurs d'oranger (*mâ zhar*), parfois en mélange avec les fleurs de l'orange douce. Cette eau de fleurs est très employée en médecine et cosmétologie traditionnelle.

D'après Bellakhdar, (1997). On la donne, partout au Maroc, aux nourrissons, pour calmer leur agitation et les aider à s'endormir ; et, aux adultes, dans l'aérophagie, associée au carvi



(*Carum carvi*). En effet, les fleurs séchées en infusion sont utilisées dans les mêmes indications. L'écorce du fruit, en décoction ou en poudre, est donnée dans les coliques. En outre, Les feuilles fraîches sont administrées en infusion calmante. Ainsi, l'orange amère est utilisée entièrement (ou son jus et son écorce) pour acidifier et aromatiser les olives.

4. Les Parties de la plante utilisées

Le nom bigaradier viendrait du provençal "bigarrado". Le Bigaradier contient des essences et des arômes dans chacun de ses organes : feuilles, fleurs et fruits.

4.1 Feuilles

Les feuilles de bigaradiers sont issues de la taille des arbustes chaque année; on distille les rameaux portant des feuilles et de tous jeunes fruits appelés Petit-grain bigarade. Le rendement de la distillation du Petit-grain est de 0,3 % à 0,4% de la plante fraîche. Elle a une odeur chaude et un goût très amer.

4.2 Fleurs

Les fleurs blanches de bigaradier sont cueillies à la main, d'avril à juin, le matin, juste avant leur épanouissement. Les fleurs fraîches servent à préparer l'eau florale (hydrolat) de fleurs d'oranger et l'huile essentielle obtenue par distillation est appelée Néroli Bigarade, Son rendement est faible (1 tonne de fleurs pour 1 litre d'HE) en fait une huile essentielle rare et cher.

4.3 Fruits

Les fruits sont récoltés d'août à décembre avant maturité complète; l'écorce (zeste) est composée de la flavedo (Figure 38), la peau extérieure qui est couverte d'une fine couche de cire et qui contient les huiles essentielles (Elena et coll, 1996; Sona, 2005) et les caroténoïdes (Pupin et coll, 1999). Rattachée à la flavedo, il existe une peau épaisse, blanche et poreuse que l'on appelle albédo. Les pépins font partie des segments, mais certains hybrides en sont partiellement ou totalement dépourvus (Koltunow et coll., 1998). Des substances amères (polyphénols) sont présentes dans la pelure, les membranes des vésicules, l'albédo et le trognon (Obdulio et cool, 1997 ; Prasan et coll, 2000 ; Whiltman et coll, 2005).

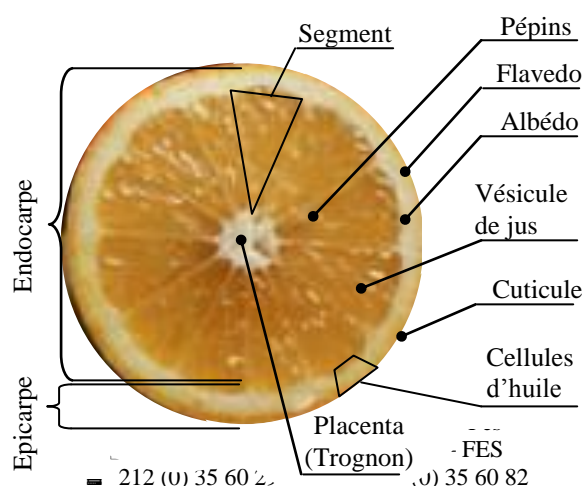


Figure 38: Caractéristique morphologiques d'une Bigarade (Hendrix, 1995).



5. Compositions chimiques et effets thérapeutiques

Toutes les parties de Bigaradier renferment une huile essentielle (HE). Par expression à froid du péricarpe est obtenue l'HE d'orange amère, par Hydrodistillation des fleurs, l'HE de néroli et eau florale de bigarade, par Hydrodistillation des feuilles, l'HE de petit-grain bigaradier.

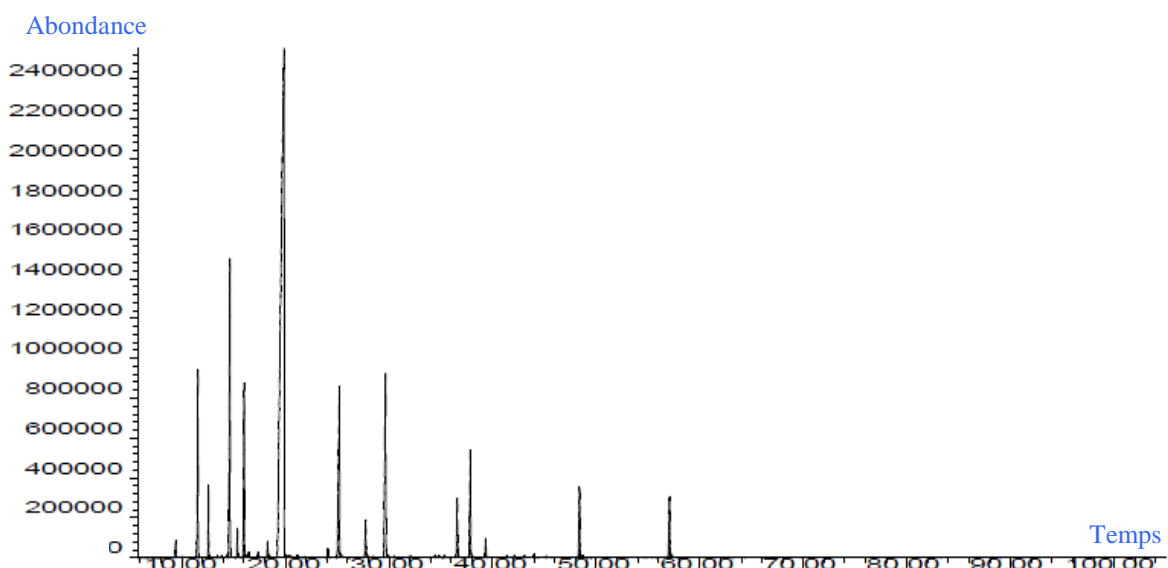
5.1 Huile essentielle de néroli bigaradier

L'origine du nom néroli : à la fin du XVII^e siècle, Marie-Anne de la Trémoille, princesse de Nerola (Italie), mit à la mode l'essence de fleur d'oranger amère comme parfum en l'utilisant pour parfumer ses gants et son bain.

Selon la technique chromatographique de séparation, cette huile obtenue à partir des fleurs de bigaradier est riche en linalol (28-44%), acétate de linalyle (3-15%), limonène (9-18%), β -pinène (7-17%). On note également la présence d'acétates de géranyle (1-5%) et de néryle (<2,5%), de trans-nérolidol (1-5%) et trans-trans-farnisol (1-4%), etc. le (Tableau 1) indique les différents composés de pourcentage supérieur à 0,05% (Bruneton,1999).

5.1.1 Chromatogramme de néroli

Les différentes analyses chromatographiques des huiles essentielles ont permis de quantifiées et de détecter les constituants respectivement pour Néroli de bigaradier (Figure 39).





UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



4.1.2. Compositions chimiques de l'HE de néroli.



Tableau 8 : Les différentes compositions chimiques de l'HE de néroli

Temps de Rétention (min)	Identification	% Aire	Norme AFNOR (%)
9,42	α -Pinène	0,26	max 2
11,56	β -Pinène	4,06	7-17
	Sabinène		max 1,5
12,58	Myrcène	1,40	1-4
14,37	<i>Para</i> -Cymène	0,06	-
14,66	Limonène	8,25	9-18
15,37	<i>cis</i> - β -Ocimène	0,64	-
16,03	<i>trans</i> - β -Ocimène	4,37	3-8
16,47	γ -Terpinène	0,13	-
17,38	Oxyde de Linalol <i>cis</i>	0,13	-
18,28	Terpinolène	0,36	-
18,42	Oxyde de Linalol <i>trans</i>	0,09	-
19,88	Linalol	54,51	28-44
21,16	Néo-allo-ocimène	0,07	-
24,10	Terpinèn-4-ol	0,23	-
25,22	α -Terpinéol	6,80	2-5,5
27,75	Nérol	1,16	-
29,67	Acétate de Linalyle	6,82	3-15
	Géranol		
32,06	Indole	0,07	-
34,82	Anthranilate de méthyle	0,07	-
36,59	Acétate de Néryle	1,71	max 2,5
37,86	Acétate de Géranyle	3,39	1-5
39,33	<i>trans</i> - β -Caryophyllène	0,50	-
48,39	<i>trans</i> -Nérolidol	2,09	1-5
57,07	<i>trans-trans</i> -Farnésol	2,02	1-4
	<i>Total identifié</i>	99,19 %	

Remarque :

Pour une même espèce, la composition chimique d'huile essentielle obtenue varie entre des plantes cultivées et celle extraite de la plante sauvage. Elles diffèrent aussi selon leur origine géographique.

5.2. Propriété thérapeutique

L'huile essentielle bio de néroli est utilisée en parfumerie et cosmétique de très haute gamme. Depuis l'antiquité, cette huile essentielle était très utilisée en médecine traditionnelle en général dans le cas d'insomnies et de diverses tensions nerveuses (stress, angoisses, anxiété...). Elle était utilisée également pour régénérer et tonifier la peau (Ernoult, 2008).

La recherche actuelle montre l'importance aromatique et thérapeutique de l'huile essentielle de néroli, elle présente des propriétés antibactériennes, antiparasitaires et anti-infectieuses. C'est une huile tonique digestive et stimulante du foie et du pancréas. (Rombi, Robert, 2007). Elle permet de traiter les entérocolites bactériennes, parasitaires (lamblias, ankylostome) ainsi que les troubles digestifs et les insuffisances hépato-pancréatiques.



L'huile essentielle de néroli est considérée comme calmante, un tonique nerveux et un anti-dépresseur. Ainsi, elle redonne vitalité et confiance en soi, permet d'apaiser les angoisses, les peurs et développe la joie (Rombi et Robert, 2007).

L'usage cosmétique de l'huile essentielle bio de néroli comme produit tonique et régénératrice cutanée, elle améliore la qualité de la peau et est efficace contre les rides, les peaux sensibles, la couperose, les cicatrices et les vergetures (Ernould. A., 2008). Elle est aussi conseillée pour baisser la tension artérielle et le rythme cardiaque.

5.3. Huiles essentielles de petit-graine de bigaradier

Le petit-grain bigaradier désigne les huiles essentielles obtenues par distillation des feuilles. La composition de ces huiles essentielles est très différente de celle provenant de l'expression des péricarpes. On obtient une huile essentielle similaire de celle de néroli à acétate de linalyle, linalol, limonène mais de moindre qualité olfactive.

5.4. L'eau florale de bigaradier

L'eau florale de bigaradier est un co-produit (eau de distillation ou hydrolat) issue de vapo-hydrodistillation des fleurs, feuilles de l'oranger amer (bigaradier). Selon la profession, une eau florale de bonne qualité contient entre 0,5 et 0,6 g de la matière active par litre. Au-delà de 0,9 g, l'huile principale n'est plus miscible et commence à se séparer, il se forme alors à la surface de l'hydrolat ce qu'on nomme l'HE de néroli (Ferrando, 2006). Ainsi, Les hydrolats des feuilles contiennent sous forme naturellement dissoute moins de 5% des composés aromatiques des huiles essentielles (petit-grain).

L'hydrolat de fleur d'oranger amer possède des effets thérapeutiques comparables à celle des HE, un parfum très doux qui exerce un effet rassurant et bénéfique. Il favorise le sommeil et permet une meilleure détente. L'hydrolat de fleur d'oranger est utilisable en cosmétique pour tous les types de peau.



II. Généralité sur *Pelargonium Asperum* (*Geranium rosat*).

1. Taxinomie et description botanique de la plante

✓	Règne	<i>Plantae</i>
✓	Division	<i>Magnoliophyta</i>
✓	Classe	<i>Magnoliopsida</i>
✓	Ordre	<i>Geraniales</i>
✓	Famille	<i>Geraniaceae</i>
✓	Genre	<i>Pelargonium</i>
✓	Espèce	<i>Pelargonium asperum</i>



Photo21 : Fleurs et feuilles de *Pelargonium asperum*

Pelargonium asperum, il s'agit d'une plante pérenne. Le genre *Pelargonium*, appelé couramment géranium rosat, appartient à la famille des Geraniaceae. Il est cultivé dans de nombreuses régions méditerranéennes et subtropicales (Céline, 2007). Ce sont des buissons à port érigé, d'environ 1,30m de hauteur. Les tiges sont vertes et tendres, elles se lignifient et deviennent plus foncées avec l'âge. Les feuilles sont opposées, odorantes, douces et découpées en 5 à 7 lobes. L'inflorescence est terminale et constituée de 3 à 10 semi-ombelles de couleur rose.



Le géranium préfère les climats subtropicaux et ne supporte pas de températures inférieures à 3°C. Il croit dans des conditions climatiques et édaphiques ni trop humides, ni trop sèches. Il peut être propagé par graine ou par bouture (Van damme, 2001).

On croit souvent, que le géranium nécessite d'être produit en altitude mais il s'adapte très bien aux terres de basses altitudes et à un environnement côtier. Il semble cependant que les huiles produites à partir de plantes cultivées en altitude possède un parfum de rose plus subtil que celles issues de plantes cultivées en basses altitudes (Chalot, 1928 ; Guenther, 1950).

2. Usages traditionnels de géranium

L'eau distillée, ou bien l'hydrolat, de géranium est parmi les odorantes préférées par la tradition des familles Marocaine. Cet hydrolat était utilisé par les femmes pour les soins du visage.

L'huile essentielle de géranium était utilisée, en application sur les dents, contre les douleurs dentaires. Aujourd'hui, l'infusion des feuilles de géranium au thé est considérée comme calmante et antispasmodique (Bellakhdar, 1997).

3. Compositions chimiques du geranium

3.1. Huiles essentielles du géranium

L'HE du géranium (*pelargonium asperum*) présente le Citronellol (29,98), le géranol (14,12%) et (Z)- β -farnazène (4,27%) avec des taux relativement importants. L'acétate de citronellyl, le β -Thujaplicin, le 1-nor-Bouronanone, le Davonane et le Tiglate de citronellyl présentent des pourcentages inférieurs à 1,6%. Les autres constituants sont inférieurs à 1% (Hayria, 2009). (Tableau 9) ces résultats sont très proches de ceux trouvés par shawammle et coll, (2006).

Tableau 9 : Composition majoritaire de l'HE du *Pelargonium asperum* (Hayria, 2009).

Composés d'HE	Pourcentages %
Citronellol	29,98
Géranol	14,12
Formate de citrnellyl	9,09
Isomenthène	7,80
linalol	5,97
(Z)- β -farnazène	4,27
Formate de géranyl	4,07
Davanone	1,95
Tiglate de citronellyl	1,52
Acétate de citrnellyl	1,24
Total identifié	80,01
1-nor-épi-Bouronanone	1,09

L'HE de géranium est très utilisé dans la parfumerie, la savonnerie et les cosmétiques à cause de son odeur puissante. On s'en sert aussi comme source de rhodinol qui entre dans la



composition des parfums (Guenther, 1950 ; Gulati, 1960 ; Rajeswara et coll., 1996 ; Rajeswara et coll., 2002). Elle peut également être utilisée comme antimicrobien (Lis-balchin et coll, 1996) et possède des propriétés insecticides (Matsuda et coll, 1996).

3.2 L'eau aromatique du géranium

D'après Boukhatem et coll., (2010), les compositions chimiques de l'eau aromatique du géranium obtenu par chromatographie gazeuse - spectrométrie de masse (CGSM) sont regroupées dans le tableau ci-dessous.

Au total, 12 composés ont été identifiés sur 18 ce qui représente un taux de 94%. Le composé majoritaire, le géraniol (28%) est suivi du 2,6-diméthyl decane (21%) et du linalool (8,7%). La majorité des composés appartiennent à la famille des alcools. Aucun mono ou sesquiterpène n'a été détecté.

Tableau 10 : Composition chimique de l'eau aromatique du géranium rosat (Boukhatem et coll, 2010).

Composés d'HA	%
Géraniol	28,169
2,6 diméthyle decane	20,974
Linalool	8,798
Alcool undecylique	7,767
Isopropyle naphthalène	6,147
Acétate de citronellyle	4,503
Trans Oxyde de linalool	4,255
Limonène 1,2 diol	3,783
Trans hydroxy linalool	3,714
Oxyde de piperitone	2,835
Cis oxyde de linalool	1,722
Dihydroxy terpineol	1,271
Total identifié	93,938

L'hydrolat présente de ce fait des composés spécifiques. Il contient en petite quantité des composés volatils semblables à ceux dans l'HE ainsi que des composés hydrosolubles non retrouvés dans l'huile. Les molécules oxygénées hydrophiles s'y trouvent en grandes quantités (géraniol, oxyde de linalool) alors que les composés lipophiles terpéniques sont quasiment absents (Rose, 1999).



V. Généralité sur *Salvia officinalis* L. (sauge officinale)

1. Taxinomie et description botanique de la plante

✓	Règne	<i>Plantae</i>
✓	Division	<i>Magnoliophyta</i>
✓	Classe	<i>Magnoliopsida</i>
✓	Sous-classe	<i>Asteridae</i>
✓	Ordre	<i>Lamiales</i>
✓	Famille	
✓	Genre	
✓	Espèce	

officinalis L

Lamiaceae

Salvia

Salvia





Photo 22: La plante *Salvia officinalis* L

La sauge fait partie des espèces vivaces et sous arbustives, très aromatique. Elle forme de larges touffes de 50 à 60 cm de haut, à racine ligneuse, brunâtre, fibreuse. La tige quadrangulaire et très rameuse, pétiolée, ovale, rugueuse, d'un vert blanchâtre et persiste l'hiver grâce au revêtement de poils laineux qui les protèges. Elle est caractérisée par des feuilles gris-verdâtre à surface chagrinée, oblongues, lancéolées et les fleurs bleu-violacé, groupées en 3 en faux verticilles au sommet des rameaux, visibles de juin à Juillet (Daniela, 1993 ; Guignard, 1986).

2. Ecologie et aire géographique

2.1 Ecologie

La Sage aime les terres chaudes, légères, rocailleuses. Malgré ses poils laineux, elle craint les gelées. Elle prospère naturellement dans tout le bassin méditerranéenne, dans les lieux arides et calcaires, elle affectionne les sites ensoleillés (Paris et Moyses, 1971).

2.2 Aire géographique

Originaire des régions méditerranéennes et d'Europe méridionale. Au Maroc, elle pousse principalement dans la région de Marrakech et dans le Nord-pré- Rifain. Elle est cultivée partout dans les jardins pour l'usage domestique. La culture de cette labiée se fait principalement par boutures (Bellakhdar, 1997).

3. Usages traditionnels de la sauge officinale

Selon bellekhdar (1997), partout au Maroc, l'infusion de la plante est utilisée comme emménagogue, cholagogue, diurétique, antidyseptique, antiseptique général, astringent et réchauffant. Ainsi, les feuilles sont mâchées puis avalées dans le traitement des aphtes buccaux, souvent en mélange avec un peu d'origan.

La sauge officinale est une plante aromatique et médicinale assez largement utilisée soit à l'état naturel, soit sous forme d'extrait ou d'huile essentielle. A côté d'une utilisation traditionnelle (alimentation familiale et médecine populaire), cette plante et surtout ses huiles essentielles sont utilisées par les industries de la parfumerie et de la cosmétologie, par l'industrie alimentaire et enfin par l'industrie pharmaceutique.



4. Compositions chimiques

La composition chimique de la sauge varie en fonction de nombreux facteurs. Selon la majorité des auteurs, la sauge est riche en flavonoïdes (1-3%), de l'apigénol et de leurs dérivés. Elle renferme également de nombreux triterpènes dérivés de l'ursane (l'acide ursolique est majoritaire) et l'oléanane (acide oléanolique et dérivés hydroxylés en C-2) ainsi que les diterpènes (carnasol, rosmanol, épirosmanol, acide carnosique, carnosate de méthyle, acide carnosique-12-méthyl éther- γ -lacton, rosmadial) et des acides phénols (acide rosmaninique) (Jean, 1999).

L'huile essentielle a un rendement de (0,08-0,25 kg/kg). Elle est caractérisée par la présence de camphre, de cinéole, humulène, γ -pinène, limonène, linalool libre et esterifié (1% au maximum) et de cétones monoterpéniques bicycliques : les thujone ; γ -thujone et β -thujone. Ces dernières peuvent représenter jusqu'à 60 % de l'huile essentielle. (Fellah et coll., 2006).

5. Propriété thérapeutique

L'Hydrolat aromatique de La sauge officinale est indiqué en usage externe contre les états inflammatoires des muqueuses buccales et pharyngées (Wichtl et Anton, 2003).

C'est un cholérétique, c'est-à-dire qu'elle augmente la sécrétion de bile, elle a également une action relaxante et antispasmodique sur les muscles de l'estomac et l'intestins. L'HE est aussi antiseptique. Ces propriétés lui permettent d'être particulièrement utile pour soigner les troubles digestifs ; digestion lente et difficile, ballonnements, fermentations intestinales, renvois d'air. Elle est un excellent tonique général (El ouafi, 1997 ; Giachetti et coll., 1984).

La sauge par ses vertus oestrogéniques, lutte contre les déséquilibres hormonaux, elle est conseillée chez les femmes présentant des règles irrégulières et douloureuses, et au moment de la ménopause pour diminuer les bouffées de chaleur. D'autres auteurs montrent que l'HE agit sur les glandes sudoripares et diminue la formation de sueur souvent excessive en période de ménopause (Valnet, 1990 ; Giachetti et coll., 1984).

IV. Le prix d'HE et HA des plantes étudiées

Le prix d'HA et d'HE est très différent en fonction essentiellement de la concentration en principes actifs et du mode d'obtention. Ainsi le prix d'un hydrolat peut aller du simple (pour un hydrolat de mauvaise qualité) à 10 fois plus cher (pour un hydrolat BIO, concentré, frais et de bonne qualité). Exemples des prix d'HE et d'HA qui sont commercialisés **sur le Net** sur des sites spécialisés:

Tableau 11 : les prix de 100ml des HE et HA.

Plantes	Prix en dirhams de 100 ml	Moyennes des
---------	---------------------------	--------------



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



	Société 1		Société 2		Société 3		prix de 100ml en (DH)	
	HE	HA	HE	HA	HE	HA	HE	HA
Fleurs de Bigaradier	8760	59,5	8008	50	10750	75	9172,6	61,5
Feuilles de Bigaradier	650	34,5	650	89	420	45,5	573,3	56,3
Feuilles de la Saugé	990	19,6	790	35	1060	24,5	946,6	26,45
Feuilles de Géranium	990	78	1440	86,5	1940	55	1456	73,16

Société 1= <http://www.labo-hevea.com/fr/>

Société 2= <http://www.leguide.net/>

Société 3= <http://www.centifoliabio.fr/>



Introduction

Au cours de la distillation d'une plante, deux produits très précieux émergent: d'une part l'huile essentielle (HE) et d'autre part l'hydrolat aromatique (HA) à savoir l'eau imprégnée de molécules aromatiques. Cette eau a, aussi, des vertus issues de la plante, mais aussi de la faculté purificatrice de l'eau (Beaudoux, 2000).

Malgré sa faible concentration en principes actifs (PA), l'HA présente certaines activités pharmacologiques intéressantes. Certains sont utilisés depuis des siècles dans des préparations cosmétiques, thérapeutiques et culinaires mais leur intérêt principal, c'est qu'ils sont toujours beaucoup mieux tolérés que les HE (Bosson et coll., 2005).

L'objectif de ce travail est la mise en œuvre d'une installation pilote pour la valorisation des plantes aromatiques par production des hydrolats de bonne qualité.

Plusieurs facteurs interviennent au cours de la distillation pour l'obtention d'un hydrolat de très bonne qualité à savoir, type d'appareil, quantité de fleurs ou de feuilles, quantité et qualité d'eau utilisée, température, durée et vitesse de la distillation.

En plus, nombreux critères de qualité doivent être vérifiés après la récupération de l'hydrolat décanté :

- ✓ La concentration en principes actifs de l'hydrolat
- ✓ La qualité microbiologique de l'hydrolat
- ✓ Les conditions de stockage



MATERIELS ET METHODES

I. Matériel végétal

1. Récolte des plantes aromatiques

Les différentes plantes étudiées, sont récoltées en pleine floraison (Avril-Mai 2010). La partie aérienne (fleurs et feuilles) de bigaradier (*Citrus aurantium. L*) provient de Lemta à la région de Fès. Les plantes de *Pelargonium Asperum* et *Salvia officinalis L* ont été collectées à partir d'un petit jardin botanique de la Faculté des Sciences et Techniques, Fès.

2. Nettoyage

Les fleurs de bigaradier et les autres plantes aromatiques fraîches ont été nettoyées, manuellement, à fin d'éliminer les tiges, les feuilles jaunes, les mélanges d'espèces et les pierres ainsi que d'autres corps étrangers.

3. Séchage primaire des plantes

D'abord, les feuilles et les fleurs de plantes sont transportées rapidement vers le lieu de séchage pour éviter le risque d'échauffement, puis elles sont étalées sur les étages d'un séchoir (Photo 23) à l'ombre dans une chambre aérée durant 24 heures et à température ambiante. Les feuilles et les fleurs sont renversées régulièrement à fin d'éviter la formation éventuelle de moisissures induites par l'humidité des plantes fraîches. Le séchage primaire permet une meilleure conservation de tous les éléments constitutifs de la plante y compris les composés volatils. Ensuite, la matière végétale est soumise à la distillation.





Photo 23: séchoir à fleurs, feuilles, plantes, fruits ...

II. La distillation

La vapo-hydrodistillation est la méthode de distillation utilisée dans ce travail. Ce mode de distillation est relativement simple et la matière végétale à distiller est en contact avec la vapeur seulement, ce qui limite le phénomène d'hydrolyse.

1. Matériel de distillation

On a utilisé un alambic en cuivre ayant une capacité 5 kg de matière végétale. L'alambic est composé de trois parties (Figure 40): la partie inférieure contenant de l'eau chauffée à ébullition pour générer de la vapeur. La vapeur traverse les plantes placées dans la deuxième enceinte et entraîne les composés volatils qu'elles contiennent. La vapeur chargée d'huiles essentielles et des autres principes volatils est condensée grâce à l'eau froide contenue dans la partie supérieure de l'alambic, puis récupérée, dans un récipient, sous forme d'hydrolat aromatique.

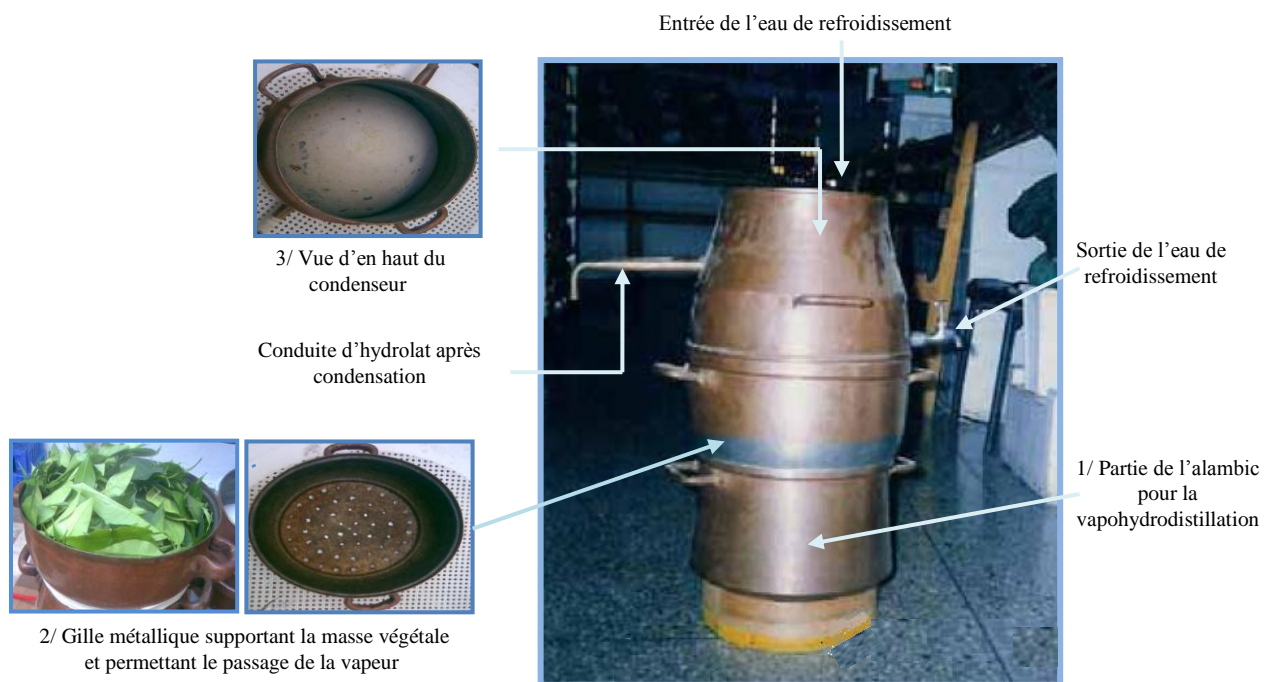


Figure 40: Schéma montrant le montage de l'alambic en cuivre

2. Principes de vapo-hydrodistillation

2.1. Capacité de charge d'un alambic en matière végétale

Pour la distillation des plantes aromatique, selon Munoz (1987) la capacité de charge d'un alambic varie de 0,2 à 0,25 kg de biomasse végétale par litre d'alambic. Elle dépend aussi de la nature du matériel végétal et son état (état de son humidité par exemple). La capacité de notre alambic est 5kg, alors la quantité qui doit être distillée dans cette alambic est 1,25-1,5kg des feuilles et 3kg des fleurs à cause de son faible volume.



2.2. Capacité de charge d'un alambic en eau

Dans ce cas, la matière végétale se trouve supporté par une grille placée à une distance adéquate du fond de l'alambic. La partie inférieure de celui-ci est remplie d'eau à un niveau qui permet d'éviter tout contact entre l'eau et la plante. La capacité d'eau utilisée est 10 litres (Figure 41).

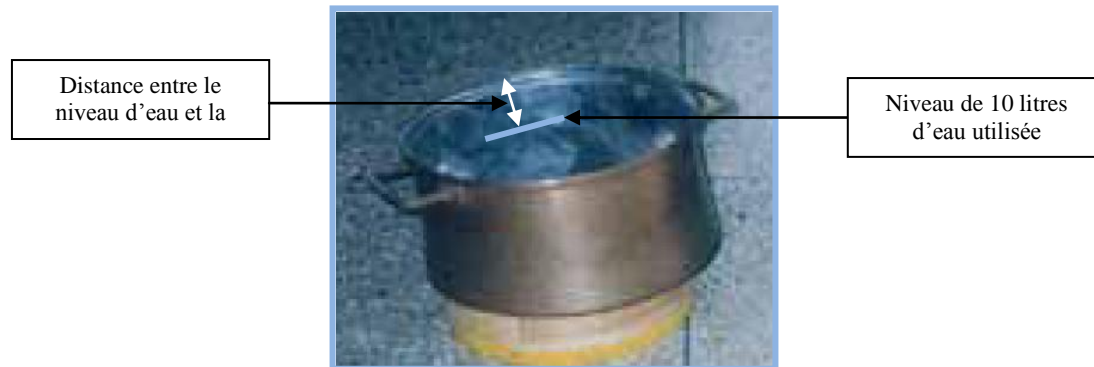


Figure 41: Niveau de charge d'un alambic de vapohydrodistillation en eau

2.3. Suivre de la distillation en fonction de la concentration de l'hydrolat

Toutes les vapohydrodistillations des plantes étudiées ont été effectuées dans les mêmes conditions de chauffage, la même masse de la plante soumise à la distillation, le même volume d'eau.

Durant l'opération de distillation, des échantillons de 2 ml d'hydrolat sont prélevés après chaque litre distillé. Les prélèvements ont été effectués de façon à ne pas contaminer l'hydrolat. La concentration en substances aromatiques est déterminée par spectrophotométrie à UV. (Voir la partie de spectrophotomètre)

3. Procédé de distillation

On a utilisé l'alambic à cuivre pour la vapohydrodistillation des feuilles de nos plantes (Bigaradier, Sauge et Géranium rosat) et les fleurs de Bigaradier. On introduit une masse de 1,5 kg de feuilles ou 3kg des fleurs dans la deuxième enceinte de l'alambic. L'ensemble est porté à ébullition pendant 2 à 3 heures.

La vapeur chargée d'huiles essentielles et de principes actifs sera, par la suite, condensée grâce à l'eau froide contenue dans la partie supérieure de l'alambic. Ces derniers sont récupérés dans un bidon stérile gradué de 5 litre. L'HA récupéré (Aspect transparent, une odeur prononcée et fleurie) est conservé à l'abri de la chaleur et de la lumière, la durée moyenne de conservation dans ces conditions sont varié **de quelques mois à 2 ans**. Les différentes étapes de ce procédé est prise en détaillée dans la Figure 42.

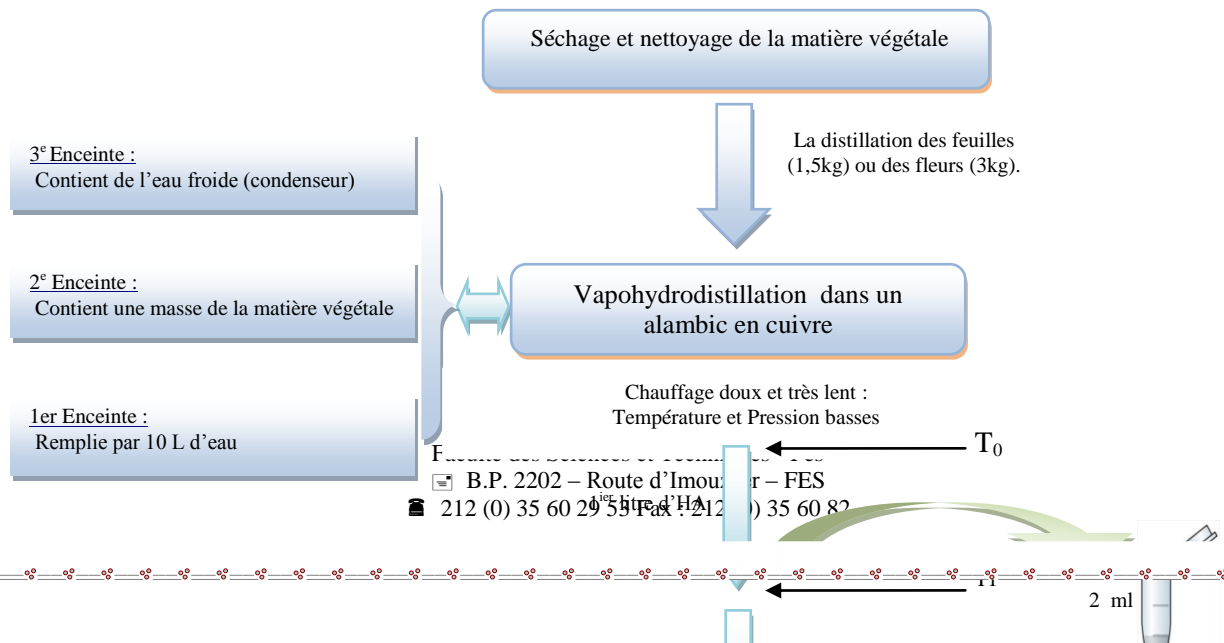




Figure 42: Protocole expérimental de vapohydrodistillation

III. Spectrophotomètre UV /visible utilisé

Pour cette étude, la spectrophotométrie (UV/visible) utilisé est de type JENWAY 6405 UV/VIS (Photo 24). C'est la méthode utilisée pour quantifier les composés majoritaires ayant, généralement, un ou plusieurs cycles aromatiques. Le dosage de l'échantillon a été effectué par la méthode suivante :

Le spectrophotomètre à la gamme d'ultraviolet détecte les groupements aromatiques, par l'apparition d'un ou plusieurs pics selon l'hydrolat utilisé (Figure 43). La longueur d'onde dont le pic est maximum sera prise par la suite comme longueur d'onde de lecture pour les échantillons de chaque HA d'une plante (Tableau 12).

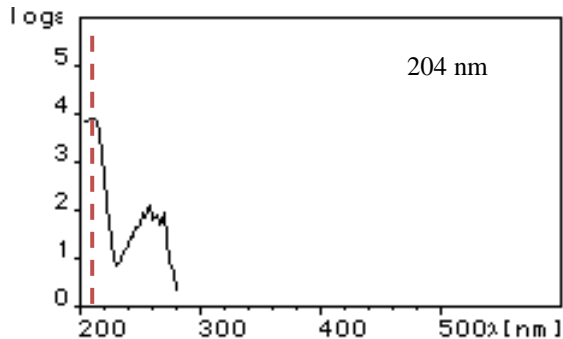


Figure 43 : Exemple d'un spectre dont le max d'absorption est 204 nm



Photo 24: Spectrophotomètre (UV/visible) utilisé

Tableau 12: les longueurs d'ondes des différents hydrolats étudiés

Hydrolats aromatique HA	La longueur d'onde utilisée (nm)
Fleurs de bigaradier (<i>Citrus aurantium</i>)	250
Feuilles de bigaradier (<i>Citrus aurantium</i>)	208
Feuilles de Géranium (<i>Pelargonium Asperum</i>)	212
Feuilles de Saugé (<i>Salvia officinalis</i>)	204

IV. Contrôle de la qualité microbienne des hydrolats aromatiques

1. Généralité

La présence des microorganismes (Bactéries et champignons) dans un produit nutritif peut donner des produits de mauvaise odeur. Cette présence permet aussi la dégradation totale des principes actifs d'hydrolats.

Le contrôle de la qualité microbienne de l'hydrolat a été effectué dans laboratoire de microbiologie à la faculté de médecine Fès, il a été accompli par l'analyse microbiologique sur des milieux gélosés. Cette analyse a confirmé la qualité microbiologique de l'hydrolat qui est satisfaisante grâce aux conditions de stérilité dans lesquelles le travail a été réalisé, mais aussi grâce à la présence de certaines molécules antimicrobiennes comme le géranol, le linalool, ...etc.

2. Matériels

Le même protocole que celui de l'analyse d'eau purifiée a été suivi pour analyser l'eau aromatique. Ce protocole permet le développement et l'identification de la flore mésophile aérobie totale (FMAT) et des différents champignons.

2.1. Prélèvements des échantillons

Les échantillons d'eau aromatique ont été collectés dans des récipients stériles. Le prélèvement a été effectué de façon à ne pas contaminer les échantillons et l'hydrolat.

2.2. Milieux de culture



La gélose à l'hydrolysate de caséine et de soja TSA (Tryptone Soy Agar) a été utilisée. Ce milieu permet le développement des germes viables totaux. Le bouillon nutritif (BHI) est un milieu liquide utilisé pour confirmer ces résultats. La gélose Sabouraud Chloramphénicol a été utilisée pour la détection des champignons, ce milieu est caractérisé par la présence de peptones et du glucose qui favorisent le développement des souches fongiques. Ainsi le pH de ce milieu, qui est légèrement acide, favorise la croissance des champignons par rapport au développement bactérien.

2.3 Mode opératoire du test

Les milieux de culture de Sabouraud et TSA sont liquéfiés en erlenmeyer dans l'eau distillée, puis bouillis sur plaque chauffante avec agitation puis autoclavés à 121°C pendant 20min. On laisse refroidir les deux milieux jusqu'à 45-50°C. Ensuite, ces milieux sont versés dans les boîtes de pétri stériles et laissés gélifier pendant au moins 30 min.

Après la préparation des milieux, on ensemence en surface les échantillons d'hydrolysats de 1ml dans les milieux de Sabouraud et de TSA. Un volume de 1ml d'échantillon d'hydrolysat est mélangé dans un tube stérile avec 5ml de milieu de culture nutritif bouillon (BHI) (Figure 44).

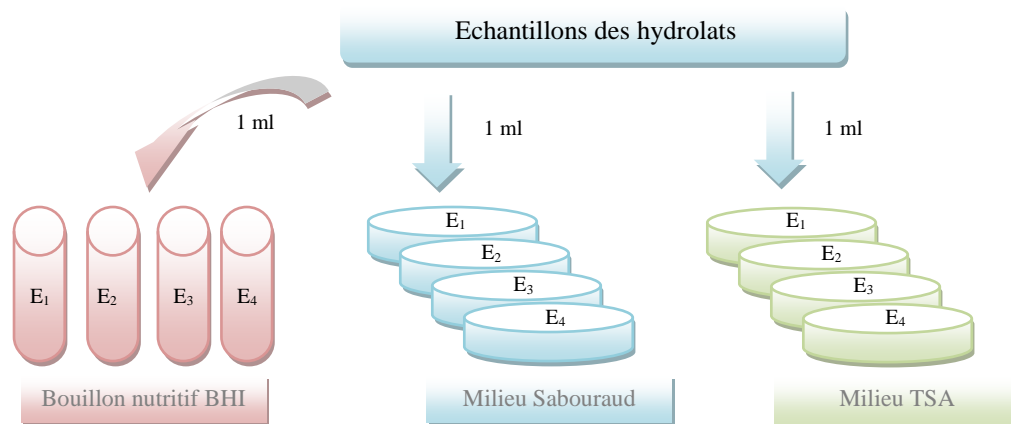


Figure 44: Schéma explicatif des différents milieux nutritifs utilisés dans le test

2.4 Incubation

L'incubation se fait à 37°C pendant 24 heures au moins pour l'essai destiné à la recherche des bactéries et à 25 °C durant au moins 5 jours pour la recherche des levures et des moisissures (Champignons). Les résultats sont exprimés en nombre de CFU/ml ("colonie formant unité").

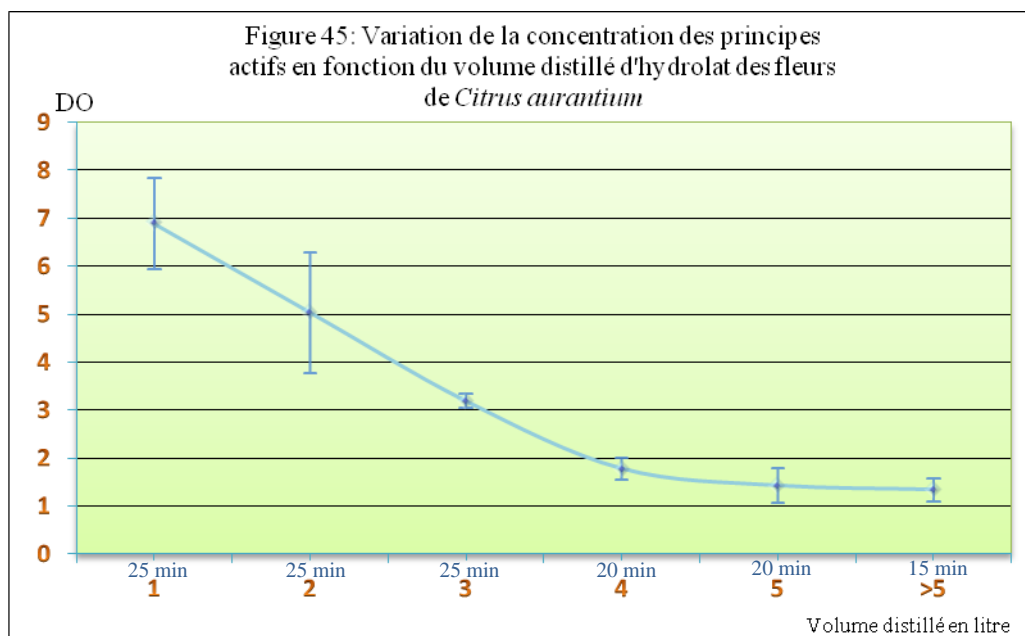


RESULTATS ET DISCUSSIONS

1. Concentration des principes actifs dans l'hydrolat

1.1 Concentration des principes actifs dans l'hydrolat des fleurs de bigaradier

Afin d'obtenir une quantité suffisante d'hydrolat pour suivre les analyses quantitatives, nous avons dû réaliser trois distillations avec des charges de l'ordre de 3 kg. Les moyennes des données recueillies sont analysées, puis traitées avec le programme EXCEL. Les résultats obtenus sont représentés dans le graphe suivant :



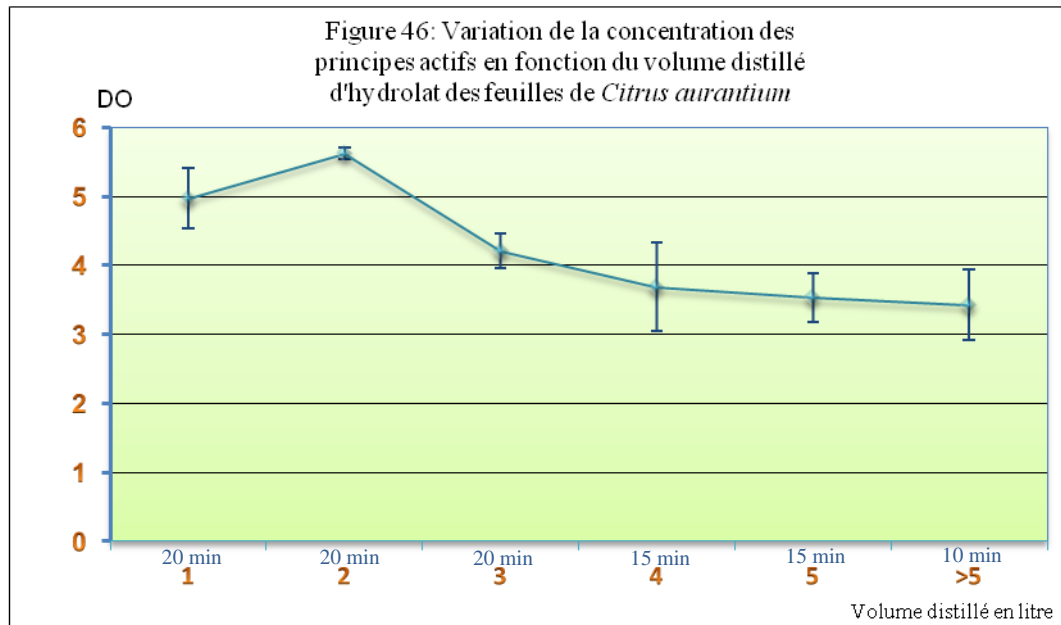
Il s'avère de ce graphe que la teneur moyenne des principes actifs de l'hydrolat des fleurs de *Citrus aurantium* diminue en fonction du volume distillé.

Les trois premiers litres représentent les volumes concentrés en principes actifs. Ensuite, la concentration des principes actifs présents dans l'hydrolat diminue. Le temps d'obtention d'un litre d'hydrolat est de 25 min, il est constant pendant les trois premiers litres. Cependant, ce temps commence à diminuer après le troisième litre (au 1^{er}, au 2^e et au 3^e litres, le temps enregistré est 25min. au 4^e et au 5^e litres, on a enregistré 20min et au-delà du 5^e litre, le temps observé était de 15min). Cette diminution peut être expliquée par le fait, que la vapeur peut traverser plus facilement la matière végétale épuisée.

1.2 Concentration des principes actifs de l'hydrolat des feuilles de bigaradier



Le protocole suivi dans ce cas était le même que celui utilisé au cas des fleurs de bigaradier, sauf que nous avons réalisé, dans ce cas, deux distillations avec des charges de l'ordre de 1,5 kg.



On constate de ce graphe que les feuilles de bigaradier ont un bon rendement en principes actifs.

Au début, les feuilles de bigaradier libèrent beaucoup de principes actifs. Ensuite, cette libération diminue en fonction du temps, mais généralement les quantités des principes actifs libérés restent importantes.

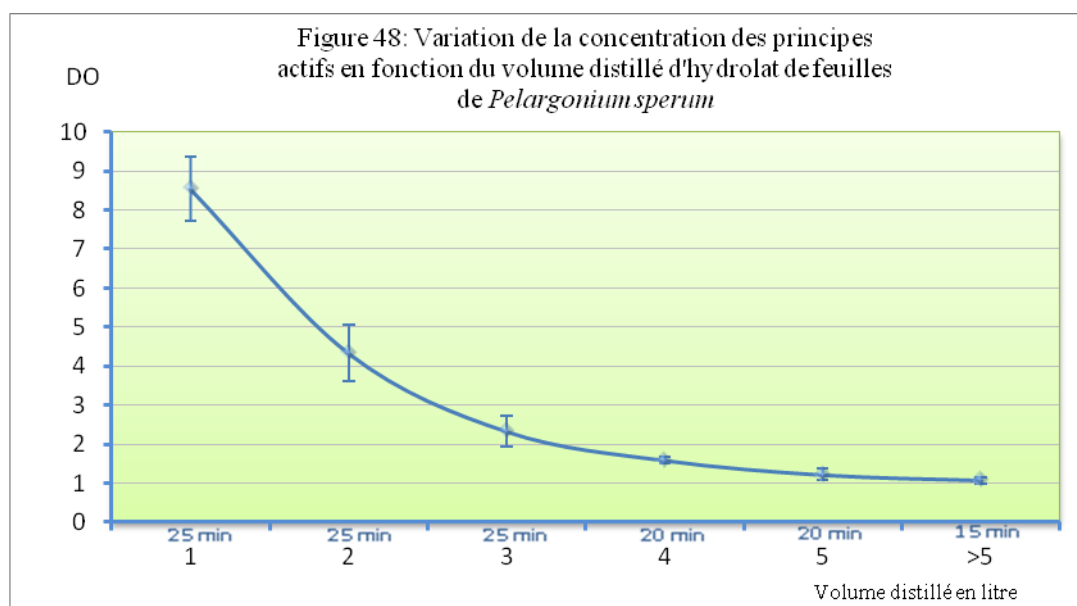
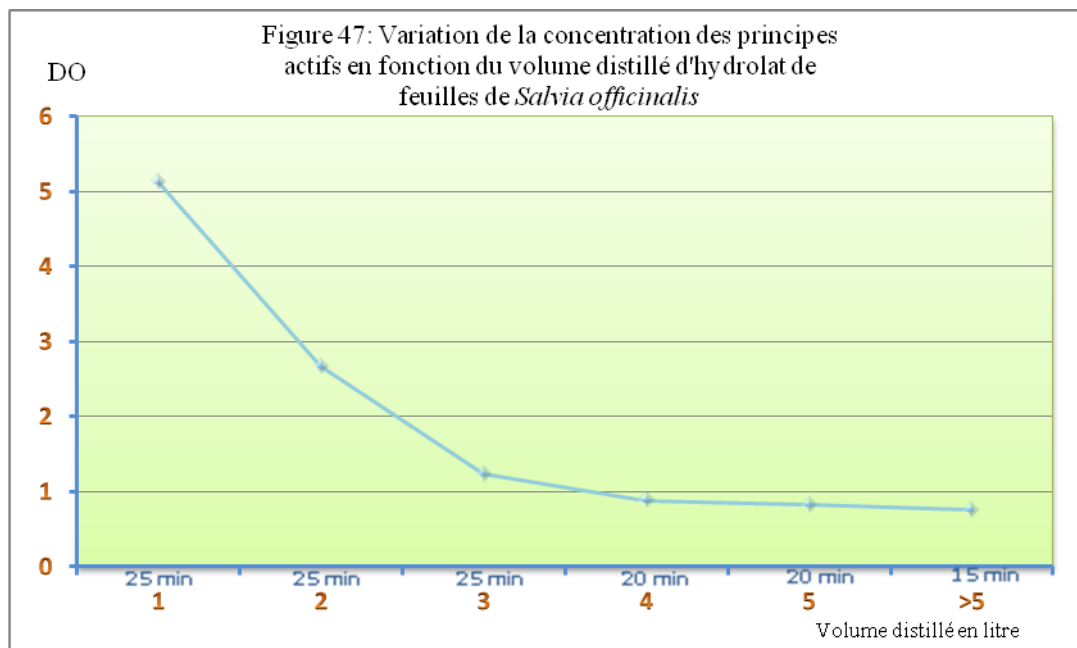
Le rendement est maximal après 40min et presque constant au long des autres prélèvements, mais il est largement supérieur que celui des fleurs de la même espèce. Les feuilles sont beaucoup plus riches en substances volatiles.

Ces résultats montrent que les 5 litres distillés à partir de 1,5kg des feuilles sont riches en principes actifs. Ce qui explique l'importance économique d'hydrolat des fleurs de bigaradier par rapport aux hydrolats obtenus à partir des feuilles de la même espèce.

1.3 Concentration des principes actifs dans les hydrolats des feuilles de la sauge et du géranium.

La sauge (*Salvia Officinalis*) et le géranium (*Pelargonium Sperum*) sont des arbustes très aromatiques. Les feuilles de ces plantes sont distillées séparément avec une charge de 1,5 kg.

De chaque litre d'hydrolat récupéré, on a prélevé un échantillon 2ml pour analyser et estimer sa teneur en principes actifs. Les résultats d'analyses ont été traités également avec le programme EXCEL et les résultats sont résumés dans les graphes suivants :



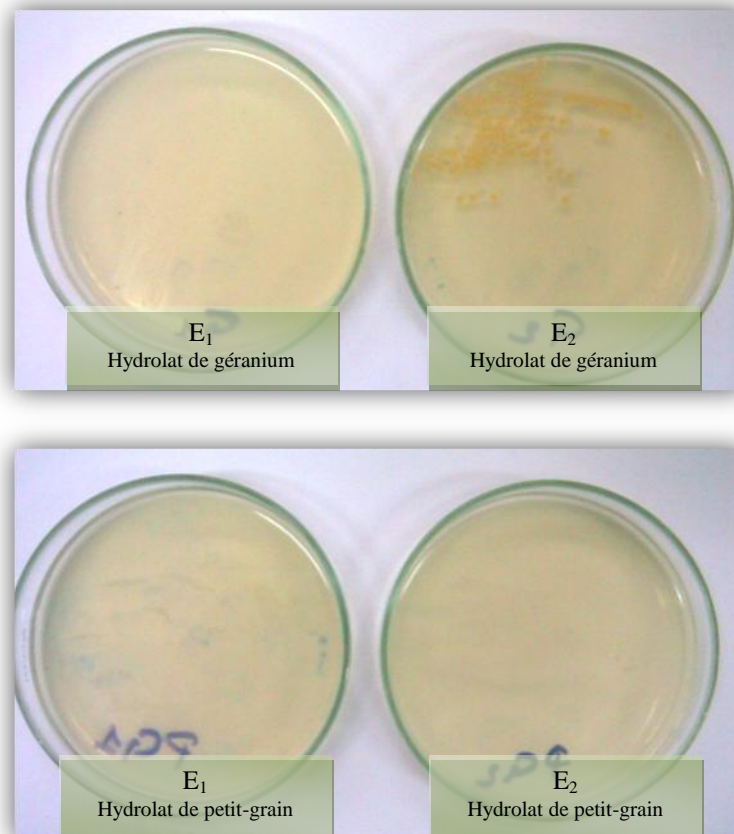


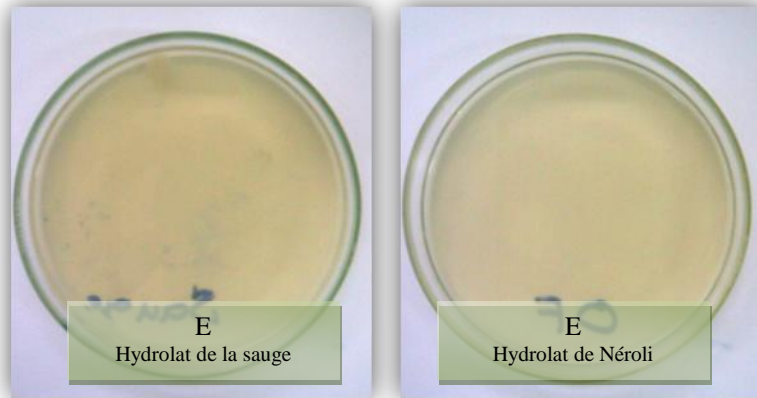
On constate de ces graphes que la teneur en principes actifs des feuilles de *Salvia officinalis* et de *Pelargonium sperum* est maximale dans le premier litre d'hydrolat distillé. Ensuite, on note que les volumes suivants sont beaucoup moins riches en principes actifs.

Nous remarquons, alors, que les principes actifs des feuilles de ces deux plantes sont facilement et rapidement distillés. Il est suffisant de distiller 1 ou 1,5 litre d'hydrolat à partir d'une charge de 1,5 kg de feuilles pour obtenir un hydrolat plus ou moins concentré en principes actifs mais beaucoup moins concentré en HE.

4.3 Contrôle de la qualité bactérienne des hydrolats aromatiques.

Les résultats obtenus après l'ensemencement en surface des échantillons d'hydrolats dans le milieu TSA et l'incubation à 37°C pendant 24 heures :





Photos 25 : Résultats de test FMAT des différents hydrolats aromatiques

Ces résultats sont confirmés par le deuxième test avec le bouillon nutritif BHI. Les résultats obtenus après l'incubation à 37°C pendant 24 h sont mentionnés dans la photo suivante :

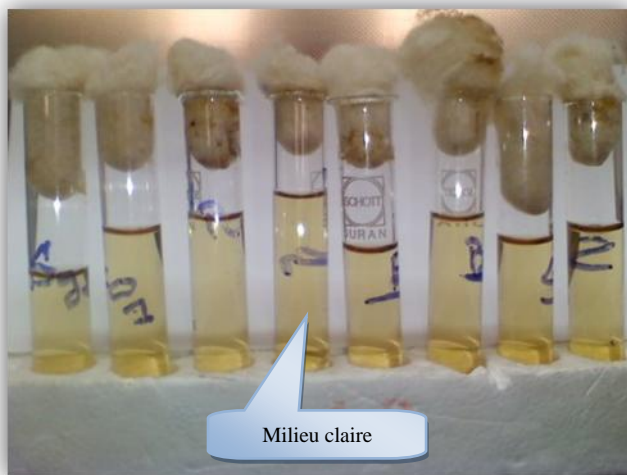


Photo 26 : Résultats de test obtenu par le bouillon nutritif



Photo 27 : Témoin par un milieu infecté

Sur les quatre échantillons analysés (Hydrolat de néroli, de petit-grain, de géranium et de la sauge), les quatre échantillons d'HA montrent l'absence de la flore mésophile aérobie totale FMAT. Ces résultats ont été confirmés par le test sur BHI qui apparaît très clair après 24h d'incubation à 37°C, ce qui affirme la stérilité des hydrolats. Un seul échantillon (E₂ de



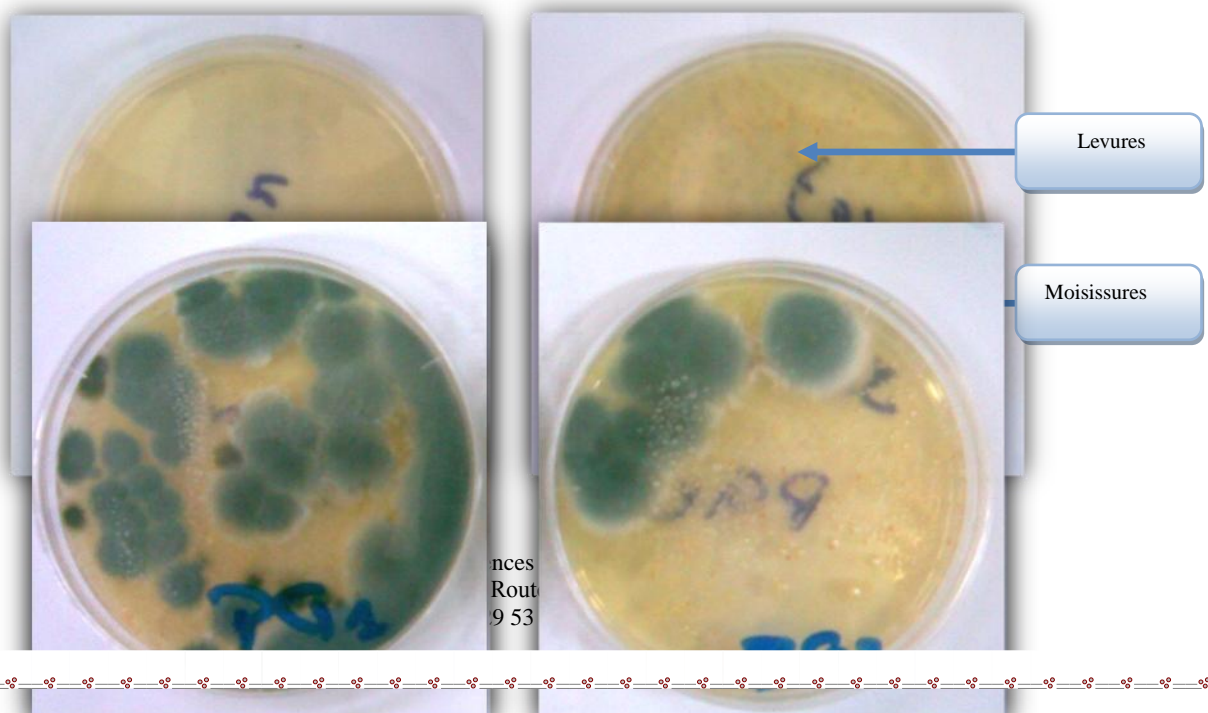
géranium rosat) accusait une charge de germes. En effet, une contamination microbienne a été décelée au niveau de cet échantillon. Tandis que, le deuxième échantillon d'hydrolat de géranium (E₁) ne confirme pas ce résultat. Ce processus est lié à un problème de contamination externe, probablement à un défaut d'asepsie lors du prélèvement.

Conclusion :

Les résultats du contrôle de qualité microbienne des hydrolats montrent l'absence de toute contamination bactérienne, ce qui montre que ces hydrolats sont stériles et de bonne qualité. Donc, nous pouvons conclure que le processus de distillation, la récupération des hydrolats dans les bidons stériles et les prélèvements des échantillons ont été effectués dans des conditions acceptables d'asepsie.

4.4 Contrôle de la qualité fongique des hydrolats aromatiques

Les résultats obtenus après l'ensemencement en surface des échantillons d'hydrolats dans le milieu Sabouraud Chloramphénicol et l'incubation à 25°C pendant 6 jours :





UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



E

Hydrolat de sauge

Faculté des Sciences et Techniques - Fès
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES
212 (0) 35 60 29 53 Fax : 212 (0) 35 60 82



Photo 28 : Résultats du test fongique des différents hydrolats aromatiques

Les résultats du contrôle de qualité fongique d'hydrolats dans le milieu Sabouraud montrent la présence de contamination par les levures, les moisissures. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 13 : Evaluation quantitative des champignons dans les hydrolats aromatiques

HA	Levures	Moisissures
Fleurs de <i>Citrus aurantium</i>	++	++
Feuilles de <i>Citrus aurantium</i>	+++	+++
Feuilles de <i>Pelargonium Sperum</i>	++	+
Feuilles de <i>Salvia officinalis</i>	+	+++

Discussion :

D'après les résultats obtenus, les bactéries ne sont pas présentes dans les hydrolats aromatiques, par contre les champignons y sont présents.

On peut expliquer la présence des champignons et l'absence des bactéries de la manière suivante :

- ✓ Les bactéries ne sont pas apportées par l'air ambiant comme les champignons
- ✓ Les bactéries résistent moins que les champignons à la température. Les champignons se caractérisent par des structures de résistances comme les spores qui sont absentes chez les bactéries.

Solutions :

Dans ce type d'activité, le contrôle de la qualité de la matière première et du produit final est obligatoire. Dans une unité industrielle, il est nécessaire d'avoir un laboratoire bien équipé pour contrôler la qualité des différents produits obtenus. Dans notre cas de contamination fongique d'HA étudié, il est obligatoire de :

- Quantifier le nombre et d'identifier les champignons pour voir si leur nombre ne dépasse pas le nombre critique autorisé dans l'hydrolat et s'assurer de l'absence de champignons pathogènes éventuels.
- Faire la distillation dans un milieu bien conditionné (traitement d'air) ou de filtrer l'HA après la distillation.

ETUDE ECONOMIQUE

Le domaine d'extraction des hydrolats aromatiques est encore mal connu à l'échelle nationale. Avec L'installation d'une unité de production d'eaux florales à équipement moderne selon les critères et les normes internationales, on peut produire des produits de forte valeur ajoutée.

Exemple de valorisation économique d'HA étudiés



Dans le marché, les fleurs de *Citrus aurantium* fraîches coûte 20dh/kg, après le séchage primaire pendant 24 heures à température ambiante et la distillation dans des conditions d'asepsie selon les normes, le rendement d'eau florale était de :

3kg → 6 litre d'eau florale
Donc
1kg → 2 litre d'hydrolat de très bonne qualité

Dans le cas de petit-grain de *Citrus aurantium* frais, 1kg coûte moins de 2dh, après la distillation dans les mêmes conditions que les feuilles, le rendement d'eau florale était de :

1,5kg → 6 litre d'hydrolat de très bonne qualité
1 kg → 4 litre d'hydrolat de très bonne qualité

Le coût des feuilles fraîches de *Pelargonium sperum* et *Salvia officinalis* est à peu près de 5dh/kg, avec un rendement en eau florale de :

1,5kg → 3 litre d'hydrolat de bonne qualité
1 kg → 2 litre d'hydrolat de bonne qualité

Dans ces cas, le produit est conditionné en petites quantités, dans des flacons stériles de 100 ml sur lesquels sont indiquées toutes les informations permettant d'identifier le produit.

Le tableau suivant résume la différence entre le coût total pour l'obtention d'un produit final d'hydrolats de très bonne qualité et le coût de vente sur le net d'un litre d'hydrolat.

Tableau 14 : Différence entre les coûts totaux d'obtention d'un produit final et les coûts de sa vente

Produis	Coûts d'obtention d'un produit final (HA) en Dh					Coût de vente sur le net en Dh		
	1kg de plante fraîche	Equipement	Main-œuvre	Divers	Totale en Dh	1litre d'HA	100ml	1Litre
Fleurs de <i>Citrus aurantium</i>	20	2	2	2	26	13	61,5	615
Feuilles de <i>Citrus aurantium</i>	2	2	2	2	8	2	56,3	563
Feuilles de <i>Pelargonium sperum</i>	5	2	2	2	11	5,5	73,16	731,6
Feuilles de <i>Salvia officinalis</i>	5	2	2	2	11	5,5	26,25	262,5

Conclusion et perspectives

A partir de cette étude nous pouvons conclure :



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



- 1) Que les PAM du Maroc exportées sous forme de plantes ou d'extraits en vrac sur sans valorisées.
- 2) Que l'exploitation artisanale des PAM représente d'une part un danger d'extinction des espèces et d'autre part elle fournit des produits de mauvaise qualité qui mit à la réputation des ressources naturelles Marocaines à l'échelle internationale.
- 3) Qu'il est indispensable de créer des entreprises modernes qui exploitent les ressources naturelles de manière à :
 - a) Préserver la biodiversité Marocaine à l'échelle nationale et régionale.
 - b) Exploiter ces ressources naturelles selon les normes internationales.
 - c) Transformer les matières premières (plantes+extraits) en produits finis de haute valeur ajoutée avant l'export à l'échelle internationale.
 - d) Continuer des études supplémentaires qui devraient montrer d'autres possibilités d'amélioration et valorisation des plantes Marocaines insuffisamment exploitées.



LISTE DES ILLUSTRATIONS

I. FIGURES

Figure 1 : Répartition des formations des écosystèmes terrestres	7
Figure 2 : Total des exportations Marocaines en PAM (EACCE, 2006).....	10
Figure 3 : Importations Américaines en huiles essentielles (US trade, 2006).....	10
Figure 4 : Exemple de mauvaise exploitation des PAM.....	11
Figure 5 : Isotherme de désorption d'un produit alimentaire d'après Labuza et coll., (1985).....	18
Figure 6 : Courbe de désorption et adsorption d'une plante aromatique d'après Iteipmai, (1992).....	18
Figure 7 : Courbe d'équilibre hygroscopique de la camomille d'après Iteipmai (1992).....	19
Figure 8 : Exemple d'équilibres hygroscopiques pour une plante aromatique à différentes températures de l'air de séchage d'après Iteipmai (1992).....	19
Figure 9 : Pouvoir évaporatoire théorique de l'air à différentes température.....	21
Figure 10: Coefficient de séchage selon les groupes (Iteipmai, 1992).....	22
Figure 11: Séchage naturel avec claies mobiles.....	24
Figure 12: Séchoir solaire utilisant des capteurs tubulaires (Camara, 1993).....	26
Figure 13: Séchoir en tente semi-circulaire d'après Camara, (1993).....	27
Figure 14: Sasseur constitué de trois tamis disposés sur un plan incliné.....	29
Figure 15: Extracteur statique.....	39
Figure 16: Evaporateur primaire.....	40
Figure 17: Photo et schéma de filtre Büchner en inox 250 à 450L (Société : DIDACTIC TECHNOLOGIE).....	42
Figure 18: Glaceuse à serpentin de refroidissement.....	43
Figure 19: Diagramme des états physiques du dioxyde de carbone.....	44
Figure 20: Schéma du principe d'extraction au CO ₂ supercritique (Pellerin, 2000).....	45
Figure 21: Schéma du principe d'une unité industrielle d'extraction aux micro-ondes en continu d'un solvant organique.....	46
Figure 22: Installation pilote pour extraction sous vide par micro-ondes.....	47
Figure 23: Différence entre les procédés d'extraction traditionnelle et par micro-onde.....	47
Figure 24: Alambic pour la distillation des plantes à parfum (Jeancard, 1927).....	53
Figure 25 : Schéma d'un Hydrodistillateur selon la société <i>Lavergne (France)</i>	54
Figure 26: chaudière à feu nu.....	54
Figure 27: Condenseur à forme serpentin.....	55
Figure 28: Condenseur à tubes parallèle.....	55
Figure 29: Exemple d'essenciers pour la séparation de l'HE (Benjlali et coll, 2005).....	57
Figure 30: Schéma d'installation complète d'un hydrodistillateur à double cuve d'après la société LAVERGNE, (France).....	57
Figure 31: Schéma d'un alambic pour la vapohydrodistillation selon Benjlali et coll, (2005).....	58
Figure 32: Schéma d'un appareil de distillation des plantes aromatiques à générateur de vapeur séparé de l'alambic (Guenther, 1965).....	59
Figure 33: Représentation schématique du principe de l'hydrodiffuseur.....	60
Figure 34: Schéma d'une unité selon Biolandes, (1987).....	61
Figure 35: Image des fûts de capacité 200 L et 30 L en acier.....	62
Figure 36 : Photo schématique d'un Rameau de Bigaradier.....	65
Figure 37: Régions globales de croissance des Agrumes.....	66
Figure 38: Caractéristique morphologiques d'une Bigarade (Hendrix, 1995).....	67
Figure 39: Chromatogramme de l'analyse de l'huile essentielle de Néroli.....	68
Figure 40: Schéma montrant le montage de l'alambic en cuivre.....	79
Figure 41: Niveau de charge d'un alambic de vapohydrodistillation en eau.....	79
Figure 42: Protocole expérimental de vapohydrodistillation.....	81



Figure 43 : Exemple d'un spectre dont le max d'absorption est 204 nm.....	82
Figure 44: Schéma explicatif des différents milieux nutritifs utilisés dans le test.....	83
Figure 45: Variation de la concentration des principes actifs en fonction du volume distillé d'hydrolat des fleurs de <i>Citrus aurantium</i>	84
Figure 46: Variation de la concentration des principes actifs en fonction du volume distillé d'hydrolat des feuilles de <i>Citrus aurantium</i>	85
Figure 47: Variation de la concentration des principes actifs en fonction du volume distillé d'hydrolat de feuilles de <i>Salvia officinalis</i>	86
Figure 48: Variation de la concentration des principes actifs en fonction du volume distillé d'hydrolat de feuilles de <i>Pelargonium sperum</i>	86

II. PHOTOS

Photo 1: Distillation traditionnelle dans une campagne par un alambic en fer rouillé.....	11
Photo 2: Essencier traditionnel en fer rouillé.....	11
Photo3 : Séchoir en tente semi-circulaire.....	27
Photo 4: Nettoyage des PAM à l'aide de tamis manuels.....	29
Photo 5: Pyrateur.....	30
Photos 6: Une unité de nettoyage des PAM composée d'un Pré-nettoyeur, d'un Sélectionneur et d'un Calibreur.....	30
Photo 7: Une fosse munie d'une grille pour retenir les grosses impuretés.....	31
Photo 8: Exemple d'un sac de jute.....	32
Photo 9: Stockage du produit fini.....	32
Photo 10: Malaxeur à tambours pour le mélange des plantes.....	33
Photo 11: Malaxeur à tambours pour le mélange des plantes avec les arômes.....	33
Photo 12: Remplissage des sachets à l'aide d'une doseuse.....	34
Photo 13: Pesage et stockage des boîtes d'infusettes.....	34
Photo 14 : Presse continue à rouleaux.....	38
Photo 15: Exemple d'un produit naturel de rose absolue.....	43
Photo 16: Unité industrielle d'extraction aux micro-ondes en continu d'un solvant organique.....	46
Photo 17: Hydrodistillateur à capacité 1000 L.....	54
Photo 18: Serpentin de chauffe.....	54
Photo 19: Un séparateur (essencier).....	56
Photo 20: Photo des fleurs d'oranges (néroli).....	65
Photo 21: Fleurs et feuilles de <i>Pelargonium asperum</i>	71
Photo 22: La plante <i>Salvia officinalis L.</i>	74
Photo 23: Séchoir à fleurs, feuilles, plantes, fruits.....	78
Photo 24: Spectrophotomètre (UV/visible) utilisé.....	82
Photo 25 : Résultats de test FMAT des différents hydrolats aromatiques.....	86
Photo 26 : Résultats de test obtenu par le bouillon nutritif.....	87
Photo 27 : Témoin par un milieu infecté.....	87
Photo 28 : Résultats du test fongique des différents hydrolats aromatiques.....	89



III. TABLEAUX

Tableau 1 : Ecosystèmes terrestres.....	7
Tableau 2 : Etat de la répartition des surfaces par essence des forêts naturelles (Programme Forestier National ; MCEF, 1998).....	8
Tableau 3 : Comportement des plantes au séchage (Markus et Ankila, 1995).....	21
Tableau 4 : Effet de la charge et de la forme sur le rendement en huile essentielle d' <i>E. camaldulensis</i> Dehn.....	49
Tableau 5 : Hydrodistillation de la menthe poivrée.....	51
Tableau 6 : Effet du débit de vapeur sur le rendement en HE l' <i>E. camaldulensis</i> obtenue par vapo-distillation.....	51
Tableau 7 : Pouvoir calorifique inférieur (PCI) de quelques combustibles disponibles au Maroc (Hagler et Bailly, 1991).....	52
Tableau 8 : les différents chemotypes de Néroli de Bigaradier.....	69
Tableau 9 : Composition majoritaire de l'HE du <i>Pelargonium asperum</i> (Hayria, 2009).....	72
Tableau 10 : Composition chimique de l'eau aromatique du géranium rosat (Boukhatem et coll, 2010).....	73
Tableau 11 : Les prix de 100ml des HE et HA.....	76
Tableau 12 : Les longueurs d'ondes des différents hydrolats étudiés.....	82
Tableau 13 : Evaluation quantitative des champignons dans les hydrolats aromatiques	89
Tableau 14 : Différence entre les coûts totaux d'obtention d'un produit final et les coûts de sa vente.....	90



REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

- AFNOR, 2000. Recueil de normes : les huiles essentielles. Monographies relatives aux huiles essentielles. AFNOR, Paris.
- Ames G.R., Mathews V.S.A., 1968. The distillation of Essential Oils. Tropical Products Institutes : 136-149.
- Ankila O., 1997. Techniques de séchage des plantes développées par le PSE / Maroc à Marrakech. Plantes aromatiques et médicinales et leurs huiles essentielles.
- Aurelio D.L., 2002. Caractérisation et optimisation de la flaveur du jus d'orange non fait de concentré thèse pour l'obtention du grade de philosophie Doctor (Ph.D.) Faculté des sciences de l'Agriculture et de l'Alimentation, Université Laval.
- Bakker M., Baas W., Sijem D., Kolloffel C., 1998. Extraction and identification of leaf wax of *L. sativa* and *P.major*. Chapter 3. phytochemistry; 47: 1489-1493.
- Bélangier A et Benjilali B., 1992. Rapport technique du projet d'étude « Plantes Aromatiques/Maroc ». Centre de recherche pour le développement International (CRDI), Ottawa.
- Bellakhdar J., 1997. La pharmacopée Marocaine traditionnelle. Médecine arabe ancienne et savoirs populaires. Editions le Fennec et Ibis press.
- Benayad N., 2008. Moyen efficace de lutte contre les ravageurs des denrées alimentaires stockées, Laboratoire des Substances Naturelles et Thermolyse Eclair Département de Chimie Faculté des Sciences de Rabat, P 61.
- Benjilali B., Hammoumi M., Richard H., 1987. Polymorphisme chimique des Huiles essentielles des thymus du Maroc.
- Benjilali B., Zrira ., 2004. Plantes Aromatiques et Médicinales Atout du secteur et exigences pour une valorisation durables. 279-269.
- Bernard M., 2006. Procédés d'extraction et de purification des produits d'origine naturelle.



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



- Bhija S., 2000. Etude technico-économique d'installation d'une unité de séchage de plantes aromatiques et médicinales pour les produits d'herboristerie et les aromates alimentaires. Mémoire de troisième cycle agronomie option industries agricoles et alimentaires. IVH Hassan II, Rabat.
- Bosson L., Dietz G., 2005. L'hydrolathérapie : Thérapie des eaux florales. Coll. Douce Alternative – Ed Amyris, Bruxelles. p. 3-20.
- Boucard G.R., Boucard V.C., Serth R.W., Ainsworth B.S., 1991. Pilot plant for continuous distillation of essential oils bea-ring materials.
- Bruneton J., 1999. Pharmacognosie: Phytochimie Plantes médicinales. 3^{ème} édition ; 483-502.
- Buil P., Garnero J., Guichard G., 1974. Riv. Ital. Ess. *PPOS.*, 56, 245.
- Camara M., 1993. Séchage solaire de la menthe verte. Mémoire de 3^{ème} cycle. Option Industries Agricoles et Alimentaires. Institut Agronomique et vétérinaire Hassan II, Rabat, (Maroc).
- Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, mémoire de fin d'études, 77p.
- Centre National de la Recherche Forestière (CNRF), 1997. Les aires protégées au Maroc : Principaux parcs nationaux et réserve naturelles, Rabat. 22
- Chaisson H., Langer A., Boustanian N., Veincent C., Poliquin A., 2001. Acaracidal Properties of *Artemisia absinthium* and *Tanacetum vulgare* (Asteraceae) essential oils Obtained by three Methods of extraction. *J. Economic Entomology*; 94.1.
- Chalchat J.C., 1993. Valorisation par la connaissance des procédés de distillation à la vapeur d'eau et utilisation des sous produits. Valorisation de la biomasse végétale par les produits naturels. Centre de Recherche pour le Développement International.
- Chalot Y., 1928. in Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux
- Collin G., 1997. L'industrie des produits Aromatiques végétaux et son marché. INFO-ESSENCES. Bulletin sur les huiles essentielles. Numéro 6.
- Daniela T., 1993. *Salvia officinalis* L. I. Botanic characteristics, composition, use and cultivation. *Cesk. Far* : 111-6.
- Djerrari A., 1992. Etude qualitative et quantitative de l'huile essentielle de verveine *lipia citriodora* L. Du Maroc. Influence de la période de coupe ; technique culturales et durée de distillation.
- Duchêne D., Debruères B., Brétilon A., 1984. Les cyclodextrines, nature, origine et intérêt en pharmacie. *Labo pharma-prob. Tech.*, 32, 842-850.
- Eccles R., (1994). Menthol and related Cooling Compounds, *J. Pharmacol.*, 49, 618-630.
- El ouafi F., 1997. Contribution à l'étude des plantes médicinales du Maroc. Thèse. Doc. Vet, Rabat.
- Ernould A., 2008. Les vertus de l'oranger amer et de l'oranger doux. Thèse pour le diplôme d'État de docteur en Pharmacie. Université de Nantes.
- Fellah S., Romdhane M., Abderraba M., 2006. Extraction et etude des huiles essentielles de *la salvia Officinalis.l* cueillie dans deux regions differentes de La tunisie. Unité de recherche physico-chimique moléculaire. *J.Soc.Alger.Chim.*, 2006, 16(2), 193-202.
- France-Ida J., 1996. Sondage : Les huiles essentielles au Québec. INFO-ESSENCES. Bulletin sur les huiles essentielles. Numéro 3.
- Garnero J., 1992. Quelques problèmes rencontrés au cours de l'obtention du contrôle et de l'étude de la composition d'une huile essentielle. 58, 105.
- Giachetti D., Taadei I., Montovani P., Taddei E., 1984. Activité des huiles essentielles de *Mentha pierita* L., *Salvia officinalis*. Et *Rosmarinus officinalis* L. sur les muscles lisses. 1^{er} Colloque interne. Plantes Arom. Et Médicinale du Maroc : 295-7.



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



- Greche H., 1999. La tanaise annuelle (*Tanacetum annuum L.*) Du Maroc : Chimie, chimiotaxonomie, testes biologiques et pouvoir inhibiteur de la corrosion du fer en milieu acide.
- Guenther E., 1950. in Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, 77p.
- Guenther E., 1965. The Essential Oils, Vol. I à IV, D. Van Norstand company Inc, New york.
- Guignard J., 1986. Abrégé de botanique. 6^e Edition, Masson, Paris.
- Gulati B.C., 1960. in Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, 77p.
- Gullen M., Cabo N., Burillo J., 1986. Caractérisation of the essential oils of food and agriculture; (3), p: 359-363.
- Hagler R.C.G., 1991. L'efficacité énergétique dans les systèmes de distribution de vapeur.
- Hayria M., 2009. Composition Chimique et Activité Antioxydante de *Plectranthus Aromatica* et *Pelargonium Asperum* des îles Comores. Faculté des Sciences et Techniques, Mémoire de Master Sciences et Techniques, 66p.
- Ishihara M., Tsuneya T., Shiga M., Kawashima S., Yamagishi K., Youshida F. et Uneyama K., 1992. New Pyridine Derivatives and Basic Components in Spearmint Oil (*Mentha gentiles f. caradiaca*) and Peppermint Oil (*Mentha piperita*), J. Agric. Food. Chem., 40, 1647-1655.
- Iteipmai., 1992. Séchage. C.R. Tech. pp. 44-100.
- Iteipmai., 1995. Le séchage : des principes à la définition de votre installation.
- Jeancard P., 1927. les parfums : Chimie et Industrie.
- Koedam A., Scheffer J.J.C., Shendsen A.B., 1979. Comparison of Isolation Procedures for essential oils, I. Dil (*Anethum graveolens L.*). Chem. Mikrobiol. Technol. Lbensm. 6: 1-7.
- Labuza TP., Kaanane O., Chen JY., 1985. Effect of temperature on the moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods. *J. of Food Science* 50: 385-391.
- Lambelet P., Werner B., 2002. les techniques de séparation, Sciences Alimentaire. Ecole Polytechnique Fédéral, Lausanne ; p 2-19.
- Lamendin H., Toscano G., Requirand P., 2004. Phytothérapie et aromathérapie buccodentaires Buccodental phytotherapy and aromatherapy. EMC-Dentisterie 1 : 179-192.
- Legast E., Peyron L., 1983. Communication au IX^e Congrès International des huiles Essentielles de singaour.
- Lis-balchin M., Deans S.G., 1996. in Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, 77p.
- Marie-caude M., Monique S., 1992. Actifs et additifs en cosmétologie, 595-611.
- Markus M et Ankila O., 1995. Manuel du séchage solaire au Maroc. Programme Spécial Energie (PSE) Maroc, CDER et GTZ.
- Matsuda B.M., Surgeoner G.A., Heal J.D., Tucker A.O., Marciarello M.J, 1996. in Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, 77p.
- Munoz F., 1987. Plantas medicinalis y aromaticas : Estudio, cultivo y procesado. Ed.
- Naves J.R., 1977. les enzymes dans l'industrie des matières premières aromatiques. Riv. Ital. Ess. PPOS, 59,118.
- Nisrin B., 2008. Les huiles essentielles extraites des plantes médicinales marocaines : moyen efficace de lutte contre les ravageurs des denrées alimentaires stockées. Laboratoire des Substances Naturelles et Thermolyse Eclair Département de Chimie Faculté des Sciences de Rabat.
- Ondarza M., Sanchez A., 1990. Steam distillation and supercritical fluid extraction of some Mexican spices. *Chromatographia* 30(1/2): 16-18.



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



- Owen R.W., Mier W., Glacosa A., Hull W., Spiegelhalder P. and bartsch H., 2000. Identification of lignans as Major Components in the phénolic Fraction of Olive Oil, *Clinical chemistry*. 46, 7, 276-988.
- Paris R.R., Moysse M., 1971. Précis de matière médicale. Tome III, Edition Masson, Paris.
- Pellecuer J., 1983. Communication au IXe Congrès International des huiles Essentielles de singaour.
- Pellerin P., 1991. Supercritical fluid extraction of natural raw materials for the flavour and perfume industry. *Perfumer and Flavorist* 16(4): 37-39.
- Pellerin P., 2000. Techniques d'extraction des huiles essentielles. *Annales de la Recherche forestière au Maroc. Actes de la journée de réflexion sur les plantes aromatiques et médicinales, Casablanca 16 novembre 2000, PP. 74-101.*
- Pierribattesti J.C., Conan J.J., Gerrere M., Riv. Ital. Ess. *PPOS.*, 1972. 54,119.
- Programme Forestier National, 1998. Ministère chargé des Eaux et Forêts (MCEF).
- Rajeswara Rao B.R., Sastry K.P., Prakasa Rao E.V.S., Ramesh S, 1996. in Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores. Faculté Universitaire des Sciences Agronomiques de Gembloux, 77p.
- Rapport de L'Etablissement Autonome de Contrôle et de Coordination des Exportations (EACCE), 2006.
- Rapport sur l'Etat de l'Environnement du Maroc, 1988. Biodiversité et Milieu naturel. 149-181.
- Richard H., 1985. Epices et aromates. A.P.R.I.A (paris), 346 P.
- Richard H., 1989. Les arômes. Cahiers de nutrition et de diététique. XXIV, 2, P.2-6.
- Rombi M., Robert D., 2007. 120 plantes médicinales : composition, mode d'action et intérêt thérapeutique.
- Rose J., 1999. Essential Oils and hydrosols. Frog edition, New York. pp 83-85. 375
- Salma G., 1994. Technologie d'extraction des huiles essentielles : étude de quelques facteurs affectant le rendement et la composition chimique des huiles essentielles. Performance d'un nouvel appareil pilote. Application à *Eucalyptus camaldulensis*. Mémoire de troisième cycle Agronomie, option industries agricoles et alimentaires.
- Samvura J.C., 2002. Utilisation du CO2 supercritique dans le domaine agro-alimentaire. Pôle Technologique Agro-Alimentaire asbl – Newsletter n°10.
- Secrétariat d'Etat Chargé de l'Environnement, (1998). Rapport national sur la biodiversité, présenté à la 4^{ème} conférence des parties contractante à la convention sur la diversité biologique. 57
- Secrétariat d'état chargé de l'environnement, 1997. Etude nationale sur la biodiversité.
- Shawammlé B., Winkelhaussen E., Kuzmanova S., Stener W., 2006. Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques de la région de Tlemcen. Thèse de l'université Abou Bakr Belkaid Tlemcen, Faculté des Sciences, 150p.
- Staikov V., Zolotovitch G., 1959. Parf. Cosm. Savons. 2, 1.
- Su S.K., Willey R.C., 1998. Changes in Apple Juice Flavor Compounds During Processing. *Engineering/ processing, journal of food science*; 63, 4, 688-691.
- Taoussi M., 1992. Extraction des huiles essentielles. Effet de technologie Utilisée sur le rendement et la composition chimique de l'huile essentielle. Application à *Eucalyptus camaldulensis* Dehn. Mémoire de troisième cycle Agronomie, option industries agricoles et Alimentaires.
- Tesseire P., 1969. Recherches. 17,37.
- Tesseire P., Bull. Soc.Chim. France, n^{os} 1-2, 66.
- Van damme P., 2001.in Céline B., 2007. Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles.
- Velinet J., 1990. Aromathérapie, traitement des maladies par les essences des plantes. 11^e Edition, Maloine.



UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
Faculté Des Sciences Et Techniques Fès
Département de Biologie
www.fst-usmba.ac.ma



Westanmo A., 2007. Citrus aurantium: Toxicology and Clinical Pharmacology, Tracy TS, Kingston RL.

Wichtl M. & Anton R., 2003. Plantes thérapeutiques, 2^e édition française. TEC&DOC, Paris, 692 p.

<http://www.jardinsdumaroc.com>

<http://www.supercriticalconsulting.com/CO2f.htm>