

# SOMMAIRE

---

<b>LISTE DES ABREVIATIONS</b> .....	iv
<b>LISTE DES FIGURES</b> .....	v
<b>LISTE DES TABLEAUX</b> .....	vi
<b>GLOSSAIRE</b> .....	viii
<b>INTRODUCTION</b> .....	1
<b>PREMIERE PARTIE : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	2
<b>I. GENERALITES SUR L'YLANG-YLANG ET L'HUILE ESSENTIELLE D'YLANG</b> .....	3
I.1. Historiques .....	3
I.2. Description botanique .....	3
I.3. Phase biologique .....	4
I.4. Caractéristiques .....	5
I.5. Huiles essentielles.....	5
I.6. Hydrodistillation .....	8
I.6.1. Alambic .....	8
I.6.2. Production de vapeur.....	9
I.6.3. Vase de florentin .....	10
<b>II. SPPM</b> .....	11
II.1. Historique .....	11
II.2. Présentation de la SPPM .....	11
II.3. Organigramme de la SPPM.....	11
<b>III. PLAN D'EXPERIENCES</b> .....	12
III.1. Définition .....	12
III.2. Notion de domaine expérimental .....	12
III.3. Types de facteur .....	13
III.3.1. Facteurs continus .....	13
III.3.2. Facteurs discrets .....	13
III.3.3. Facteurs ordonnables .....	14
III.3.4. Facteurs booléens .....	14
III.4. Espace expérimental .....	14
III.5. Surface de réponse .....	15
III.6. Modélisation mathématique à priori de la réponse .....	15
III.7. Modélisation expérimentale.....	16

III.8. Types de plan d'expériences .....	17
III.9. Méthode Taguchi .....	17
III.9.1. Expérimentation ne faisant varier qu'un facteur à la fois.....	17
III.9.2. Expérimentation avec un plan factoriel complet .....	18
III.9.3. Expérimentation avec un plan factoriel fractionnaire.....	19
III.9.4. Ratio Signal/Bruit .....	19
<b>DEUXIEME PARTIE : MATERIELS ET METHODES</b> .....	<b>20</b>
<b>I.MATERIELS SPECIFIQUES</b> .....	<b>21</b>
I.1. Description de la chaudière à tube d'eau.....	21
I.1.1. Chambre de combustion.....	21
I.1.2. Réservoir supérieur .....	21
I.1.3. Réservoir inférieur.....	21
I.1.4. Autres équipements .....	21
I.2.Description des alambics .....	22
I.2.1. Alambic en cuivre .....	22
I.2.2. Alambic INOX .....	23
I.3.Vases de Florentin .....	24
<b>II. RECOLTE</b> .....	<b>27</b>
<b>III. HYDRODISTILLATION</b> .....	<b>27</b>
<b>IV. CHOIX DES PARAMETRES A OPTIMISE</b> .....	<b>27</b>
<b>V. FACTEURS ETUDIES POUR L'HYDRODISTILLATION</b> .....	<b>28</b>
V.1. Niveau de chaque facteur .....	28
V.2. Choix de la méthode.....	29
<b>VI. Réponse étudiée</b> .....	<b>31</b>
VI.1. Rendement en % .....	31
VI.2. Qualité de l'huile essentielle selon AFNOR .....	32
<b>VII. CALCUL DES EFFETS DE FACTEUR ET INTERACTION</b> .....	<b>33</b>
VII.1. Calcul des effets de facteur .....	33
VII.2. Détermination de l'interaction .....	33
<b>VIII. DEROULEMENT DES ESSAIS</b> .....	<b>34</b>
<b>TROISIEME PARTIE : RESULTATS, INTERPRETATIONS ET RECOMMANDATIONS</b> .....	<b>35</b>
<b>I. RESULTATS</b> .....	<b>36</b>
I.1. Résultats bruts pour le rendement.....	36
I.2. Graphe des essais et interprétations .....	41

I.3. Résultats des qualités suivant la norme AFNOR.....	44
I.4. Résultats retraités.....	48
I.4.1. Recalcul de la masse d’huile pour 100 kg de fleurs.....	48
I.4.2. Résultats de la moyenne du plan.....	51
I.4.3. Résultats des effets des facteurs sur la masse d’HE.....	52
I.4.4. Résultats des effets sur le qualité d’HE d’ylang.....	54
I.4.5. Résultat de l’interaction BF.....	55
II. INTERPRETATIONS.....	55
II.1. Pour l’alambic en cuivre.....	55
II.2. Pour l’alambic en INOX.....	56
II.3. Effet des facteurs sur le rendement.....	57
II.4. Effet des facteurs sur la qualité.....	57
II.5. Interaction BF.....	58
II.6. Essai de validation.....	58
III. RECOMMANDATIONS.....	58
CONCLUSION.....	61
BIBLIOGRAPHIE.....	63
WEBOGRAPHIE.....	65
ANNEXE.....	A
ANNEXE 1.....	B
ANNEXE 2.....	B
ANNEXE 3.....	C
ANNEXE 4.....	C
ANNEXE 5.....	D

## LISTE DES ABREVIATIONS

---

AFNOR	: Association Française de Normalisation
NF	: Norme Française
%	: Pourcent
% m	: Pourcentage en masse d'huile
HE	: Huile Essentielle
BIO	: Issue de l'agriculture biologique
SPPM	: Société des Produits à Parfums de Madagascar

## LISTE DES FIGURES

---

Figure 1 : Fleur d'Ylang-Ylang.....	4
Figure 2 : Arbre d'Ylang-Ylang.....	4
Figure 3 : Schéma de principe d'un alambic à foyer direct.....	8
Figure 4 : Principe de production de vapeur d'une chaudière.....	9
Figure 5 : Vase de florentin pour huile légère.....	10
Figure 7 : Organigramme de la SPPM.....	11
Figure 8 : Niveau bas (- 1) et niveau haut (+1).....	13
Figure 9 : Espace expérimental.....	14
Figure 10 : La surface de réponse.....	15
Figure 11 : Chaudière à tube d'eau.....	22
Figure 13 : Alambic cuivre.....	22
Figure 13 : Alambic INOX.....	24
Figure 14 : Vase pour l'alambic en cuivre et pour l'alambic INOX.....	24
Figure 15 : Procédé d'hydrodistillation.....	26
Figure 16 : Fleurs d'ylang-ylang.....	27
Figure 17 : Graphe de l'essai N° 1.....	42
Figure 18 : Graphe de l'essai N° 2.....	42
Figure 19 : Graphe de l'essai N° 3.....	42
Figure 20 : Graphe de l'essai N° 4.....	42
Figure 21 : Graphe de l'essai N° 5.....	43
Figure 22 : Graphe de l'essai N° 6.....	43
Figure 23 : Graphe de l'essai N° 7.....	43
Figure 24 : Graphe de l'essai N° 8.....	43
Figure 25 : Graphe de l'essai de validation.....	44
Figure 26 : Déperdition de chaleur.....	56

## LISTE DES TABLEAUX

---

Tableau 1 : Constituants représentatifs et caractéristiques de l'HE d'ylang-ylang pour chaque fraction pour Madagascar (source : AFNOR, 2005) .....	7
Tableau 2 : Expérimentation ne faisant varier qu'un facteur à la fois .....	18
Tableau 3 : Expérimentation avec un plan factoriel complet.....	18
Tableau 4 : Expérimentation avec un plan factoriel complet.....	19
Tableau 5 : Niveau de chaque facteur .....	29
Tableau 6 : Matrice d'expérience.....	30
Tableau 7 : Matrice d'expérience après remplacement des niveaux de chaque facteur.....	30
Tableau 8 : Matériels usuels au laboratoire et ses fonctions .....	31
Tableau 9 : Verrerie de laboratoire.....	31
Tableau 10 : Niveau de l'interaction .....	33
Tableau 11 : Résultats des pas de temps 1 à 4 .....	37
Tableau 12 : Résultats des pas de temps 5 à 8 .....	38
Tableau 13 : Résultats des pas de temps 9 à 12 .....	39
Tableau 14 : Résultats des pas de temps 13 à 16 .....	40
Tableau 15 : Résultats du rendement et masse huile essentielle espérée (2 à 2,5 %) .....	41
Tableau 16 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°1.....	44
Tableau 17 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°2.....	45
Tableau 18 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°3.....	45
Tableau 19 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°4.....	46
Tableau 20 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°5.....	46
Tableau 21 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°6.....	47
Tableau 22 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°7.....	47
Tableau 23 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°8.....	47
Tableau 24 : Résultat global des qualités .....	48
Tableau 25 : Résultats retraités pour du pas de temps 1 à 2.....	49
Tableau 26 : Résultats retraités pour du pas de temps 3 à 4.....	49
Tableau 27 : Résultats retraités pour du pas de temps 5 à 6.....	50
Tableau 28 : Résultats retraités pour du pas de temps 7 à 8.....	50
Tableau 29 : Résultats retraités pour du pas de temps 9 à 10.....	51
Tableau 30 : Résultats de la moyenne de l'ensemble des résultats des différents essais.....	51
Tableau 31 : Résultats des effets pour la masse d'huile.....	53

Tableau 32 : Résultats des effets pour le qualité d'huile.....	54
Tableau 33 : Résultats de calcul d'interaction .....	55
Tableau 34 : Evaluation du rendement et de la qualité pour l'alambic en cuivre .....	55
Tableau 35 : Evaluation du rendement et de la qualité pour l'alambic en INOX .....	56
Tableau 36 : Evaluation de l'interaction BF .....	58

Rapport-Gratuit.com

## GLOSSAIRE

---

- Absolu** : L'absolu se divise en trois catégories : la concrète, la pommade florale et le résinoïde. Leur différence vient de leur méthode d'obtention.
- Alambic** : Un appareil destiné à la séparation de produits par chauffage puis refroidissement.
- Concrète** : concrète est une pâte obtenue par macération des fleurs ou des feuilles dans un solvant. Après évaporation du solvant, la concrète est le résidu.
- Collecteur** : Circuit de joint de tuyau
- Ecimage** : Action de couper la cime (la tête de l'arbre). Il n'est pratiqué qu'en cas de nécessité.
- Ecocert** : Organisme de contrôle et de certification des produits issus de l'agriculture biologique
- Effet thermosiphon** : Circulation naturelle de l'eau
- Egourmantage** : c'est une opération constamment poursuivie qui consiste à supprimer les gourmands (axes orthotropes) provenant des bourgeons dormants d'un tronc. Cette pratique vise à favoriser les ramifications plagiotropes (horizontales) qui, elles, sont fructifères.
- Essence** : C'est la substance naturelle que sécrètent les organes reproducteurs de la plante aromatique. Pas besoin de distillation pour l'obtenir, elle s'extrait par elle-même. Par exemple, l'essence de pamplemousse est obtenue par pression des zestes de l'agrume. L'huile essentielle est une essence distillée.
- Indole** : Composé organique hétérocyclique possédant une odeur intense à température ambiante, d'une odeur fleurie à faible concentration. Il est un constituant d'un grand nombre de parfums.
- INOX** : L'acier inoxydable, couramment appelé acier inox ou inox, est un alliage d'acier (comportant moins de 1,2 % de carbone) avec plus de 10,5 % de chrome, dont la propriété est d'être peu sensible à la corrosion et de ne pas se dégrader en rouille.
- Hydrolat** : L'hydrolat aromatique est l'eau de distillation séparée de l'huile essentielle. Les hydrolats peuvent s'utiliser de manière souple, et ont des vertus reconnues : draineurs, calmants, soins de la peau et des cheveux.

- Pommade florale** : C'est un corps gras obtenue par un enfleurage de fleurs.
- Sarclage** : Le sarclage consiste à couper avec un sarcloir ou à enlever à la binette les mauvaises herbes présentes dans une culture.
- Résinoïde** : obtenu par macération de gomme ou de résine dans un solvant. Le solvant est ensuite évaporé.
- Soupape** : Une soupape de sûreté (ou de sécurité) est un dispositif destiné à réguler la pression afin d'empêcher l'explosion de certains appareils, tels que les chaudières à vapeur.



# INTRODUCTION

---

A l'origine, l'industrie des parfums était exclusivement fondée sur l'utilisation des produits naturels, végétaux et animaux (eau de Hongrie, etc.). Vers la fin du XIX<sup>ème</sup> siècle, avec le grand développement de la chimie organique, naquit une industrie de la parfumerie de synthèse. La production des parfums demande une matière clé comme l'huile essentielle. De nombreux types d'huile essentielle existent. L'huile essentielle d'ylang-ylang en fait partie. Obtenue à partir des fleurs d'ylang-ylang, aujourd'hui, elle est produite seulement aux Comores et à Madagascar dont la majorité à Madagascar.

Cette huile présente une particularité par rapport aux autres types d'essences. Elle possède des grades de qualités soigneusement obtenues après l'opération de distillation. Cette filière marque une grande importance pour l'économie Malgache, le prix de 50 mL d'huile essentielle d'ylang BIO de qualité III est de 14 euros environ. La production mondiale d'huile essentielle d'ylang-ylang est proche des 100 tonnes.

L'obtention d'huile essentielle de bonne qualité et en grande quantité passe par des opérations de traitement industriels et dépend de nombreux paramètres susceptibles d'influencer le rendement, d'où l'importance d'étudier avec précision tous les paramètres qui peuvent avoir d'influence sur la production.

La production d'huile essentielle d'ylang-ylang fait l'objet de plusieurs études. Ce travail consiste à optimiser le procédé d'hydrodistillation des fleurs d'ylang-ylang par plan d'expériences au sein de la SPPM.

Ce manuscrit comporte trois grandes parties. La première partie présente une étude bibliographique sur l'ylang-ylang ainsi que la société SPPM et les plans d'expérience. La deuxième partie est consacrée aux matériels et méthodes notamment sur les alambics, les chaudières, les vases de florentin, puis les matériels de laboratoire utilisés. Les paramètres à optimiser sur l'hydrodistillation et choix de la méthode seront ensuite abordés. La troisième partie comportera essentiellement les résultats des expériences réalisées, l'interprétation de ces résultats et recommandation.

**PREMIERE PARTIE :**  
**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

# I. GENERALITES SUR L'YLANG-YLANG ET L'HUILE ESSENTIELLE D'YLANG

## I.1. Historiques

Originaire des Moluques, l'ylang-ylang est considéré comme indigène de la Birmanie aux Philippines ainsi qu'au nord de l'Australie [1] [2] [3]. Avant 1990, il était largement cultivé à Manille. Il possédait pratiquement le monopole mondial de la production d'HE d'ylang-ylang où cette dernière était de très haute qualité. Après le centre industriel a progressivement migré vers l'Océan Indien. La première introduction de l'ylang-ylang dans cette zone géographique remonte à 1770, lors d'une expédition française dans les îles du Pacifique où le capitaine d'Etchevery emporta avec lui des épices et des plantes qu'il introduisait sur l'île de la Réunion. Mais ce n'est qu'à partir de 1909 que la culture de l'ylang-ylang prit de l'importance. C'est à ce moment que la plante fut introduite à Madagascar dont la majorité à Nosy-Be et bénéficia d'une production plus intensive car l'altitude, le climat et les conditions édaphiques y étaient très favorables à sa croissance. Quelques années plus tard, c'est aux Comores, plus particulièrement à Anjouan et à Mayotte, que l'ylang-ylang fut cultivé et où d'importantes quantités d'huiles furent produites. Suite à la première guerre mondiale, la plupart des plantations de Manille furent éliminées pour laisser la place à de nouvelles résidences. Les distilleries de cette ville, autrefois reconnues pour leur efficacité, disparurent. C'est pourquoi, à l'heure actuelle, Manille ne représente même plus 1 % de la production mondiale [1] [4] [5]. De nos jours, des plantations d'ylang-ylang se retrouvent dans les îles de l'Océan Indien, principalement aux Comores, à Madagascar et à Mayotte, mais également en Colombie, en Indochine, au Costa Rica, aux Philippines et en Côte d'Ivoire [2] [3] [5].

## I.2. Description botanique

*Cananga odorata* est le nom scientifique de l'ylang-ylang. Cet arbre appartient à la division des *Magnoliophytes*, classe des *Magnoliopsida*, sous-classe des *Magnoliidae*, ordre des *Magnoliales*, famille des *Annonaceae* [6] [2] [7] [8]. Il existe deux formes de *Cananga odorata* (*genuina* et *macrophylla*) et une variété (*fructosa*) [1] [9] [5] [10] [11]. La forme *macrophylla* se distingue de la forme *genuina* par des branches possédant un port tombant. Elles sont perpendiculaires au tronc dans le cas de *genuina* et *fruticosa*. Chez *macrophylla*, la taille des fleurs et des feuilles est plus importante. Par ailleurs, ces deux arbres ne sont pas cultivés dans

les mêmes régions. *Fruticosa* est une variété naine. Elle est caractérisée par un arbre de petite taille portant beaucoup de petites fleurs [1] [3] [9] [5] [10] [11].

*Cananga odorata* forme *genuina* est cultivée en vue de la production d'HE. Le nom vernaculaire ylang-ylang fait référence à elle.

L'arbre comprend un tronc unique avec écorce lisse et partiellement grise (Figure 2). Les feuilles sont de couleur verte foncée. Elles mesurent 20 cm de long. Les branches sont alignées sur un même plan et une position. Les fleurs sont de forme hélicoïdale axillaire et réunis de deux à vingt fleurs (Figure1). Ces dernières sont composées de six pétales. Lorsqu'elles sont au stade bouton, leur couleur est verte clair à jaune. Au stade mature, leurs couleurs deviennent jaune foncée à jaune brun.

La forme *genuina* qui existe à Nosy-be possède des petites fleurs exhalant un parfum fin et à production abondante. Il est aisé de les distinguer en pépinière : la tige de la jeune plante est rosée pour la première pour la première variété et verdâtre pour la seconde.



Figure 1 : Fleur d'ylang-ylang



Figure 2 : Arbre d'ylang-ylang

### I.3. Phase biologique

La cueillette des fleurs peut être réalisée pendant toute l'année. Il existe des pics de récolte pendant la saison sèche durant le mois de juin à octobre, période où la pluviométrie est faible. Les rendements et la qualité des HE y sont les meilleurs. En Revanche, la production est plus faible durant la saison des pluies car les fleurs sont chargées d'humidité, ce qui affaiblit la teneur en HE. La cueillette a lieu très tôt le matin vu que la synthèse des composés aromatiques se réalise durant la nuit. Ces derniers se volatilisent le jour. D'où le choix de planter sur des coteaux orientés vers l'Ouest (couchant). La fréquence de la cueillette est fonction de la saison et de l'espace cultivé. En effet, la cueillette peut avoir lieu tous les jours, tous les 10 jours en saison sèche et tous les 5 à 30 jours en saison humide. Il faut attendre 20 jours pour que les

fleurs atteignent la maturité. Elles sont alors jaunes avec un cœur rouge due au composé organique appelé indole. Si ce dernier stade est atteint, il faut alors récolter car le teneur en HE est maximal. Les arbres produisent au moins 6 kg de fleurs par an, quand ils atteignent leur maximum de production, entre 10 et 15 ans [1] [12] [5].

#### **I.4. Caractéristiques**

L'ylang-ylang se développe sur des nombreux types de sols, sous des températures élevées et des précipitations moyennes de 1500 mm par an.

Lorsqu'on parle d'ylang, on pense à Nosy-Be, cette île est d'origine volcanique. Sa formation sédimentaire a été façonnée par des intrusions de granite qui ont provoqué la formation de reliefs tels que Lokobe, Befotaka, et le massif d'Ankify. Cette activité volcanique s'est continuée jusqu'au quaternaire, époque à laquelle sont apparus les 12 lacs de Nosy-Be.

L'île s'étale approximativement sur une surface de 25 km sur 35 km, un climat subtropical déplacé, chaud et humide. La température moyenne annuelle est de 28°C, la précipitation est de 2500 mm par an et un ensoleillement de 310 jours/ an.

L'entretien de la plantation est très important et doit être suivi attentivement. Le sarclage se fait au coupe-coupe et non pas à la pelle pour assurer une certaine humidité. Quatre à cinq sarclages par an sont nécessaires.

L'écimage se fait lorsque l'arbre a atteint 1,50 à 2 m de hauteur, environ à 2 ans d'âge. L'égourmandage suit alors le rythme des sarclages. Cette opération doit être suivie, autrement l'arbre part en végétation au détriment des fleurs. Il ne se met aucun engrais dans cette plantation d'ylang par crainte de modifier le parfum de fleur [13] [1] [5].

#### **I.5. Huiles essentielles**

Les HE sont des mélanges de composés, volatils et dont la plupart sont liquides à température ambiante. Elles sont stockées dans des tissus végétaux spécialisés et sont obtenues par extraction (hydrodistillation, entraînement à vapeur, etc.). D'autres extraits aromatiques sont nommées : concrète, pommade florale, résinoïde ou absolue, en fonction du procédé utilisé [14] [15] [16].

Elles sont responsables de l'odeur caractéristique des plantes. Les constituants principaux d'une HE (Tableau 1) sont les terpènes (monoterpenes  $C_{10}H_{16}$ , diterpenes  $C_{20}H_{32}$  et sesquiterpènes

$C_{15}H_{24}$ ). Ces molécules contiennent une ou plusieurs doubles liaisons. Les HE contiennent également : des hydrocarbures monoterpéniques et sesquiterpéniques, des alcools, des aldéhydes, des cétones, des époxydes ainsi que des esters et autres dérivés phénylpropaniques. Elles ont aussi pour rôle d'attirer les insectes pollinisateurs ou de repousser les insectes hostiles notamment dans certaines plantes [17] [18] [16].

Tableau 1 : Constituants représentatifs et caractéristiques de l'HE d'ylang-ylang pour chaque fraction pour Madagascar (source : AFNOR, 2005)

		FRACTION				
Constituants	% aire	ES	E	I	II	III
Acétate de prényle	Min		0.6	0.2	0.1	traces
	Max		2.2	1	0.5	0.2
Éther de p-crésyl méthyle	Min		7	5	1	0.1
	Max		16	10	4.6	1.4
Benzoate de méthyle	Min		4.5	3	1	0.1
	Max		9	5	3	0.9
Linalol	Min		15	1.9	4	0.6
	Max		24	12	9.5	4
Acétate de méthyle	Min		5.5	2.8	0.5	0.1
	Max		14	10	5	2.2
Géranol	Min		1.3	1.6	0.7	0.2
	Max		3	2.6	2.4	0.8
Acétate de géranyle	Min		7	8	5.6	1
	Max		14	15	12	6.6
Acétate de E-cinnamyle	Min		0.5	0.5	0.4	0.1
	Max		3	2	2.2	2
β-Caryophyllène	Min		2.5	5.5	10	12
	Max		8.5	12	17	19
D-Germacrène	Min		5	9.5	13	15
	Max		15	18	28	34
(E,E)-α-Farnésène	Min		1	3	5	9
	Max		5	8	11.5	25
(E,E)-Farnésol	Min		0.5	0.1	1.2	1.2
	Max		3	2.5	3.5	4
Benzoate de benzyle	Min		3.5	4.5	6	4.8
	Max		8	8	10	8.5
Acétate de (E,E)-farnésyle	Min		0.5	1	1.2	1.7
	Max		3	2	3.5	5
Salicylate de benzyle	Min		1.2	1.6	1.8	2
	Max		4	4	4	5

## I.6. Hydrodistillation

L'HE d'ylang-ylang est obtenue par hydrodistillation ou entraînement à la vapeur des fleurs matures de l'arbre [19].

Le but est souvent de séparer des corps volatils, soit l'un des autres, soit de corps non volatils. Il s'agit de fractionnement des constituants de l'HE.

Cette distillation ne peut se faire que si les principes aromatiques sont volatils. Ceux qui ne le sont pas, ne sont pas récupérés. La distillation par vapeur d'eau, pour être menée avec succès, nécessite certaines conditions [20], telles que la maturité des fleurs ; le temps de distillation ; la propreté des appareils ; la température des eaux du distillat et la pression de la vapeur.

### I.6.1. Alambic

L'appareil nécessaire pour réaliser la distillation porte le nom alambic. La production industrielle demande une grande quantité de vapeur.

Ce type d'appareil se rencontre dans tous les laboratoires pour la production de l'eau distillée, il est aussi utilisé à la production de l'eau de vie dans des petites installations agricoles. Il fonctionne avec ou sans pression. Dans le cas des foyers directs (Figure 3), la chaudière n'a pas besoin d'être munie d'appareils de sûreté, puisque le condenseur se relie directement avec l'air. Il suffit de donner au tuyau (col de cygne) qui relie le chapiteau au condenseur une section suffisante pour qu'il ne se produise pas dans la chaudière une pression. Dans le cas des foyers isolé, un générateur de vapeur est nécessaire [1] [3] [17] [21].

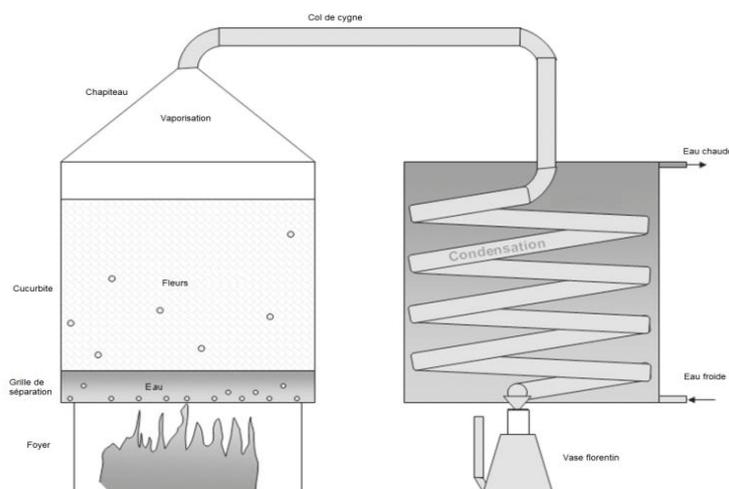


Figure 3 : Schéma de principe d'un alambic à foyer direct

## I.6.2. Production de vapeur

La chaudière est un dispositif permettant de chauffer l'eau et de produire de la vapeur. Industriellement, les chaudières sont utilisées pour produire la vapeur nécessaire au fonctionnement des procédés (Figure 4). La source de chaleur peut être fournie par un combustible (gaz, fioul, charbon, bois, copeau...) ou une résistance électrique. Les trois types de transfert de chaleur régies aussi la production de vapeur [22].

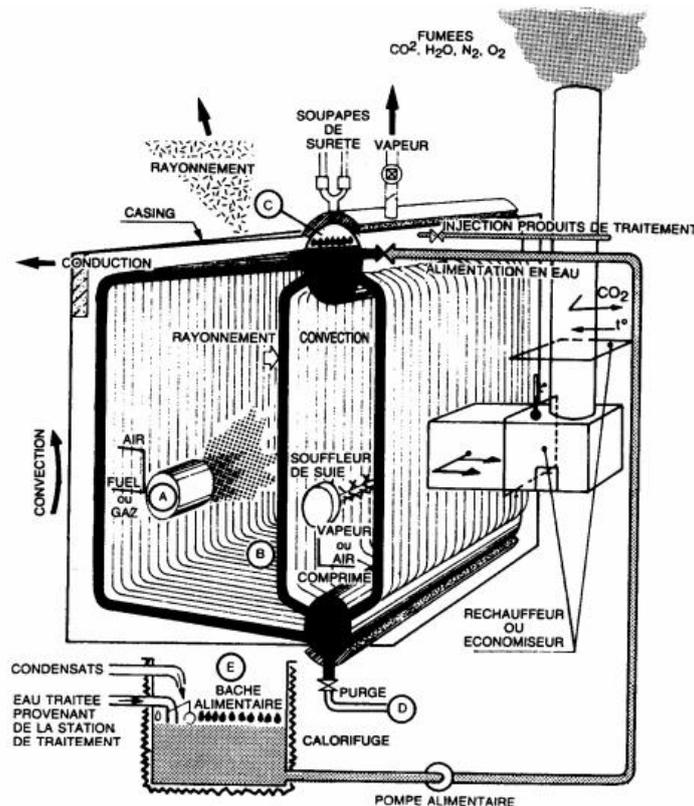


Figure 4 : Principe de production de vapeur d'une chaudière

Une chaudière comprend les éléments suivants :

- Une bache alimentaire avec appoint d'eau traitée (décarbonatée, déminéralisée, dégazée...);
- Une pompe alimentaire (pression de refoulement supérieure à la pression de la vapeur produite);
- Des économiseurs (primaire et secondaire) permettant de refroidir les fumées en préchauffant l'eau d'alimentation;
- Un foyer avec brûleur (système de production de vapeur non représenté);

- Un réseau vapeur avec soupapes de protection (doublées conformément à la réglementation) ;
- Un analyseur d'oxygène sur les fumées pour réglage de l'excès d'air ;
- Une cheminée pour rejet des fumées ;

Il existe deux types de chaudières : chaudière à tube fumé et chaudière à tube d'eau, dans le premier cas la flamme et les fumées qui résultent de la combustion circulent du brûleur jusqu'à la cheminée dans un faisceau de tubes immergés dans une calandre formant le réservoir d'eau. Dans le deuxième cas, la combustion est réalisée dans une enceinte garnie de briques réfractaires, laquelle est tapissée de tubes d'eau. Ces tubes sont alimentés par deux ballons, l'un en partie supérieure avec régulation de niveau, l'autre en partie basse en charge. L'eau mise en ébullition dans les tubes circule du bas vers le haut par effet thermosiphon [W1] [22] [23].

### I.6.3. Vase de florentin

La séparation des produits après hydrodistillation se fait avec récipient appelé vase florentin. Il en existe beaucoup de variations, mais le principe est toujours le même : les HE ne se mélangent pas avec l'eau, elles flottent ou alors se déposent au fond selon leur densité. Le vase florentin permet donc de séparer l'eau et l'HE [1] [2] [5] [21] [24].

Il existe deux types de vases, pour séparer les huiles les moins denses, flottant sur l'eau (Figure 5), et pour séparer les huiles les plus denses (par exemple cannelle, clous de girofle ... (Figure 6).

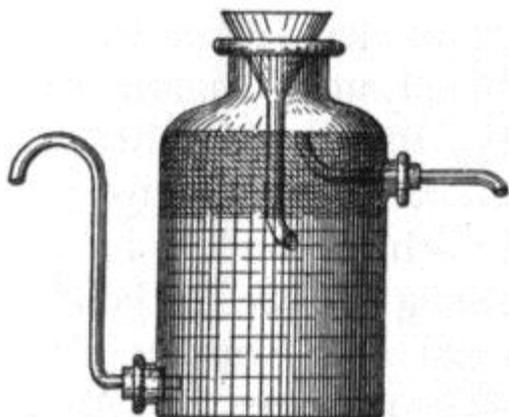


Figure 5 : Vase de florentin pour huile légère

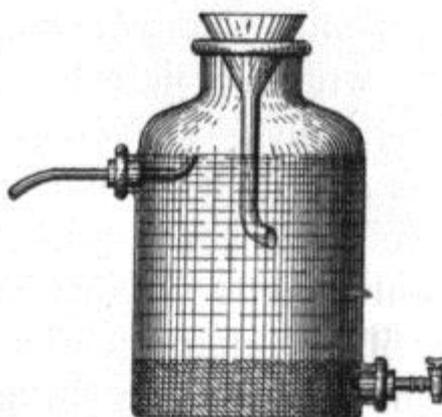


Figure 6 : Vase de florentin pour huile lourde

## II. SPPM

### II.1. Historique

La Société des Produits à Parfums de Madagascar existe depuis 1889. Elle a été fondée par les pères missionnaires pour le développement des épices et des HE originaires d'autres contrées de l'océan Indien. Les terres exploitées allaient jusqu'aux îles de l'archipel des Comores ou de Madagascar entre les villes d'Ambanja et d'Ambilobe.

Depuis 1986, la SPPM Mayotte a été séparée et la partie malgache a été achetée par la famille de Riaz BARDAY actuel gérant. De même, depuis plus de vingt ans, la SPPM s'est tournée vers le choix de l'agriculture biologique sous la certification d'Ecocert. La totalité de sa production est destinée à l'exportation. Elle bénéficie depuis 1991 du statut d'entreprise franche [W2].

### II.2. Présentation de la SPPM

Le siège de la SPPM se trouve à Nosy-Be. Depuis quelques années, la SPPM est le premier producteur mondial d'HE d'ylang-ylang. Elle produit aussi une large gamme d'HE, mais aussi d'épices. Actuellement la gamme d'HE se compose entre autre d'essence d'ylang-ylang, essence de poivre vert et poivre noir, essence de baie roses, essence de citronnelle, essence d'eucalyptus citriodora, essence de basilic, essence de ravintsara. Et pour les épices, leur production est principalement composée des poivres vert et noir ainsi que de baies roses [W2].

### II.3. Organigramme de la SPPM

L'organigramme de cette entreprise est présenté à la figure 7.

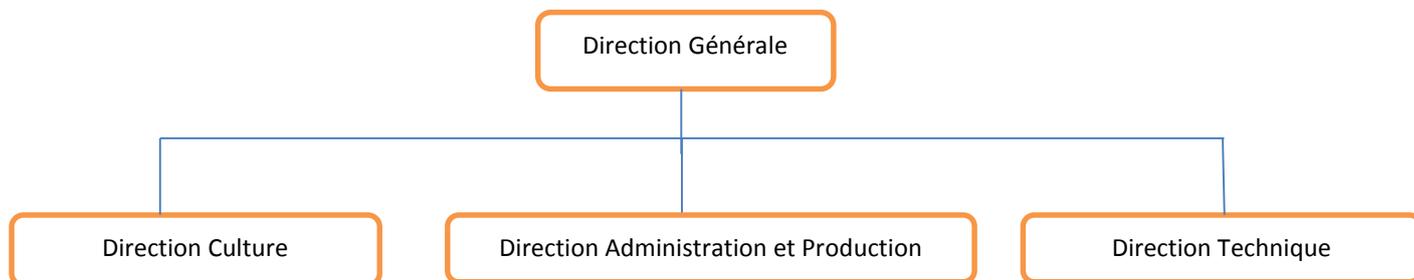


Figure 7 : Organigramme de la SPPM

Cette entreprise possède aussi des employés saisonné, fixe et des ouvriers.

### **III. PLAN D'EXPERIENCES**

#### **III.1. Définition**

Un plan d'expériences est une suite d'essais rigoureusement organisés, afin de déterminer avec un minimum d'essais et le maximum de précision l'influence respective des différents paramètres de conception ou de fabrication d'un produit, afin d'optimiser les performances [W3].

Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt,  $y$ , et des variables,  $x_i$ . Il faut penser aux plans d'expériences dans le cas d'une fonction du type :

$$y = f(x_i) \text{ (équation 1)}$$

D'une manière générale, la méthode des plans d'expériences cherchera à déterminer et à établir les liens existant entre deux types de variables :

- la ou les réponses : grandeurs physiques étudiées,
- les facteurs : grandeurs physiques ou réglages du procédé, modifiables par l'expérimentateur, sensées influencer sur la ou les réponses.

Avec les plans d'expériences maximum de renseignements est obtenu avec le minimum d'expériences [25].

#### **III.2. Notion de domaine expérimental**

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai [24]. Cette grandeur s'appelle la réponse, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme « variable » le mot facteur sera utilisé. La réponse dépend donc d'un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté. Les différentes valeurs données à un facteur pour réaliser les essais sont appelées niveaux. Lors de l'étude de l'influence d'un facteur, en général, ses variations entre deux bornes sont limitées. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut (Figure 8) [25].

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le « domaine » du facteur (Figure 8). Le niveau bas est noté par  $-1$  et le niveau haut par  $+1$ .



Figure 8 : Niveau bas ( $-1$ ) et niveau haut ( $+1$ )

Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.

### III.3. Types de facteur

La construction des plans et l'interprétation des résultats dépendent en grande partie des types de facteurs rencontrés dans l'étude. Il existe plusieurs types de facteurs tels que : les facteurs continus, les facteurs discrets, les facteurs ordonnables, les facteurs booléens [25].

#### III.3.1. Facteurs continus

La pression est un exemple de facteur continu. Dans un intervalle de pression donné, toutes les valeurs choisies sont possibles. Il en est de même pour la longueur, la concentration et la température. Les valeurs prises par les facteurs continus sont donc représentées par des nombres continus [25].

#### III.3.2. Facteurs discrets

Au contraire, les facteurs discrets ne peuvent prendre que des valeurs particulières. Ces valeurs ne sont pas forcément numériques : un facteur discret peut être représenté par un nom, une lettre, une propriété ou même par un nombre qui n'a alors en soi aucune valeur numérique mais une signification de repère. Par exemple, les couleurs d'un produit sont intéressantes notamment bleu, rouge et jaune sont des facteurs discrets [25].

### III.3.3. Facteurs ordonnables

Il s'agit de facteurs discrets qui peuvent se mettre dans un ordre logique. Par exemple, grand, moyen, petit, ou encore premier, deuxième, troisième et quatrième [25].

### III.3.4. Facteurs booléens

Les facteurs booléens sont des facteurs discrets qui ne peuvent prendre que deux valeurs : haut ou bas, ouvert ou fermé, blanc ou noir, etc [25].

## III.4. Espace expérimental

L'espace expérimental est présenté par un espace à deux dimensions, ce qui facilitera les représentations graphiques. Il est ensuite étendu par les notions introduites à des espaces multidimensionnels. Cet espace est appelé « l'espace expérimental » (figure 7). Cet espace comprend tous les points du plan « facteur 1  $\times$  facteur 2 » et chacun d'eux représente une expérience (Figure 9) [25].

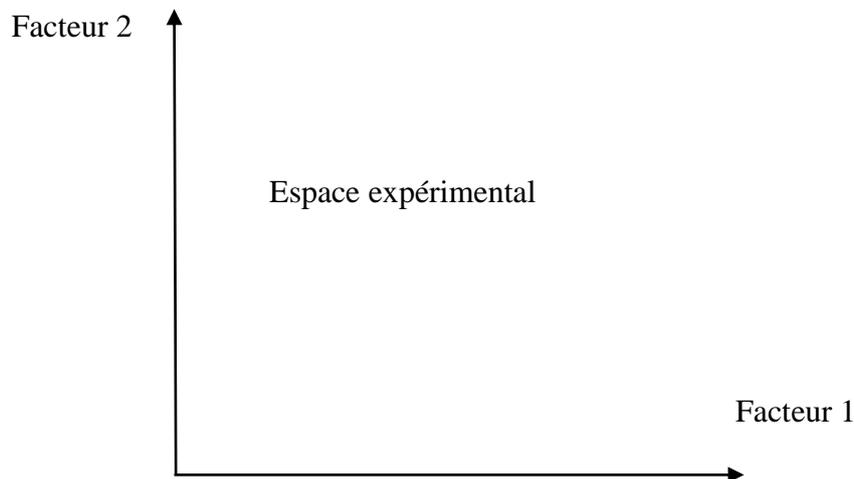


Figure 9 : Espace expérimental

Chaque facteur est représenté par un axe gradué et orienté. Les axes des facteurs sont orthogonaux entre eux. L'espace ainsi défini est l'espace expérimental.

S'il y a un troisième facteur, on le représente aussi par un axe orienté et gradué, et on le positionne perpendiculairement aux deux premiers. À partir de quatre facteurs, on opère de

même, mais il n'y a plus de représentation géométrique possible et l'on doit adopter une représentation purement mathématique de l'espace expérimental qui est un hypervolume à quatre dimensions [25] [26].

### III.5. Surface de réponse

À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localise sur une surface appelée surface de réponse (figure 10) [25].

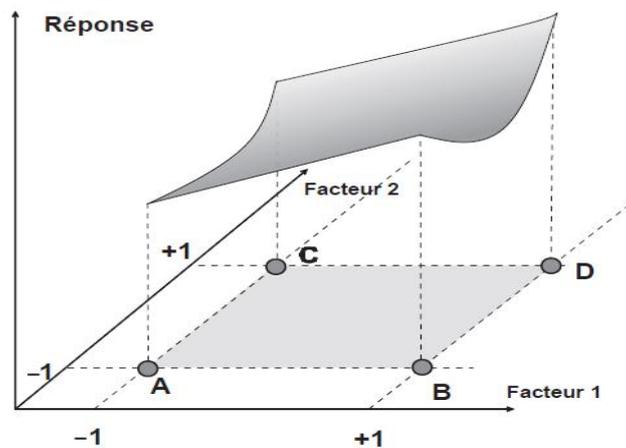


Figure 10 : La surface de réponse

En général, seulement quelques réponses, celles qui correspondent aux points expérimentaux retenus par l'expérimentateur sont à connaître. Il nécessite une représentation à l'aide d'un modèle mathématique, les réponses inconnues pour obtenir la surface de réponse. Les points d'expériences retenus par la théorie des plans d'expériences assurent la meilleure précision possible sur la forme et la position de la surface de réponse.

### III.6. Modélisation mathématique à priori de la réponse

En l'absence de toute information sur la fonction qui lie la réponse aux facteurs, soit *a priori* une loi d'évolution telle que la modélisation la plus générale suivante :

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n) \quad (\text{équation 2})$$

Cette fonction est trop générale et il est d'usage d'en prendre un développement limité de Taylor Mac Laurin, c'est-à-dire une approximation. Si les dérivées peuvent être considérées comme

des constantes, le développement précédent prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ii} x_i^2 + \dots \text{ (équation 3)}$$

Où :

–  $y$  est la grandeur à laquelle s'intéresse l'expérimentateur ; c'est la réponse ou la grandeur d'intérêt,

–  $x_i$  représente un niveau du facteur  $i$ ,

–  $x_j$  représente un niveau du facteur  $j$ ,

–  $a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii}$  sont les coefficients du polynôme.

Ce modèle est appelé le modèle a priori ou le modèle postulé.

Les modèles établis sont des modèles de prévision valables dans le domaine d'étude, domaine que l'on doit toujours préciser. Ce ne sont pas des modèles théoriques basés sur des lois physico chimiques ou mécaniques. Dans quelques rares cas, il est possible d'utiliser des lois physiques théoriques connues [25].

### III.7. Modélisation expérimentale

Deux compléments doivent être apportés au modèle purement mathématique précédemment décrit. Le premier complément tient compte du manque d'ajustement. Cette expression traduit le fait que le modèle choisi par l'expérimentateur avant les expériences est probablement un peu différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement (*lack of fit* en anglais), notée par la lettre  $D$ .

Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse.

En effet, dans le cas général, si la réponse se mesure plusieurs fois en un même point expérimental, on n'obtiendra pas exactement le même résultat. Il y a une dispersion des résultats. Les dispersions ainsi constatées sont appelées erreurs aléatoires ou erreurs expérimentales (*pure error* en anglais) et notée par la lettre  $e$ . La relation générale doit être modifiée ainsi :

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n) + D + e \text{ (équation 4)}$$

Cette relation sera exploitée sur l'estimation le manque d'ajustement  $D$  et l'erreur aléatoire  $e$  [25].

### **III.8. Types de plan d'expériences**

Nombreux types de plan d'expérience existent comme [27] :

- les plans factoriels complets (à 2, 3 ou 4 niveaux) ;
- les plans factoriels fractionnaires (à 2, 3 ou 4 niveaux) ;
- les plans en carré gréco-latin (Sir Ronald Aylmer Fischer) ;
- les plans de Plackett et Burman ;
- les plans de Rechtschaffner ;
- les plans composite centré (Box et Wilson) ;
- réseaux uniformes de Doehlert ;
- plans optimaux ;
- plans de mélanges ;
- plans booléens ;
- plans pour simulations numériques.

Il existe aussi des méthodes pour étudier les plans d'expériences.

### **III.9. Méthode Taguchi**

Le but de ce plan est d'identifier les meilleures valeurs des facteurs contrôlés qui influencent favorablement sur les performances du produit ou du processus à optimiser.

Il existe 3 méthodes :

- expérimentation ne faisant varier qu'un facteur à la fois,
- expérimentation avec un plan factoriel complet,
- expérimentation avec un plan factoriel fractionnaire.

#### **III.9.1. Expérimentation ne faisant varier qu'un facteur à la fois**

Cette expérimentation est illustrée dans le tableau 2.

Tableau 2 : Expérimentation ne faisant varier qu'un facteur à la fois

Essai N°	Facteurs contrôlés							Résultat essai
	A	B	C	D	E	F	G	
1	1	1	1	1	1	1	1	R1
2	2	1	1	1	1	1	1	R2
3	1	2	1	1	1	1	1	R3
4	1	1	2	1	1	1	1	R4
5	1	1	1	2	1	1	1	R5
6	1	1	1	1	2	1	1	R6
7	1	1	1	1	1	2	1	R7
8	1	1	1	1	1	1	2	R8

Cette méthode qui semble réellement objective est à rejeter. Car, dans les conditions industrielles réelles [W3] :

- chaque niveau de chaque facteur n'est testé que face à une seule configuration des niveaux des autres facteurs,
- les effets des facteurs ne sont pas toujours indépendants les uns des autres.

### III.9.2. Expérimentation avec un plan factoriel complet

Ce plan est décrit dans le tableau 3.

Tableau 3 : Expérimentation avec un plan factoriel complet

Essai N°	Facteurs contrôlés							Résultat essai
	A	B	C	D	E	F	G	
1	1	1	1	1	1	1	1	R1
2	1	1	1	1	1	1	2	R2
3	1	2	1	1	1	2	1	R3
4	1	1	2	1	1	2	2	R4
5	1	1	1	1	2	1	1	R5
6	1	1	1	1	2	1	2	R6
7	1	1	1	1	2	2	1	R7
8	1	1	1	1	2	2	2	R8
9	1	1	1	2	1	1	1	R9
10	1	1	1	2	1	1	2	R10
11	1	1	1	2	1	2	1	R11
12	1	1	1	2	1	2	2	R12
13	1	1	1	2	2	1	1	R13
14	1	1	1	2	2	1	2	R14
15	1	1	1	2	2	2	1	R15
16	1	1	1	2	2	2	2	R16
17	1	1	2	1	1	1	1	R17
-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-
126	2	2	2	2	2	1	2	R126
127	2	2	2	2	2	2	1	R127
128	2	2	2	2	2	2	2	R128

Ici le nombre de combinaisons est de :  $2^7=128$  essais

Toutes les combinaisons possibles sont essayées et permettent d'isoler :

- les effets de tous les facteurs,
- leurs interactions éventuelles.

Cette méthode est parfaite, mais les coûts et les délais d'expérimentation deviennent difficiles lorsque l'on dépasse 3 ou 4 facteurs [W3].

### III.9.3. Expérimentation avec un plan factoriel fractionnaire

Ce type de plan est décrit dans le tableau 4.

Tableau 4 : Expérimentation avec un plan factoriel complet

Essai N°	Facteurs contrôlés							Résultat essai
	A	B	C	D	E	F	G	
1	1	1	1	1	1	1	1	R1
2	1	1	1	2	2	2	2	R2
3	1	2	2	1	1	2	2	R3
4	1	2	2	2	2	1	1	R4
5	2	1	2	1	2	1	2	R5
6	2	1	2	2	1	2	1	R6
7	2	2	1	1	2	2	1	R7
8	2	2	1	2	1	1	2	R8

Ce plan ne comprend que 8 essais, soigneusement sélectionnés parmi les 128 essais du plan factoriel complet correspondant car ces  $8/128 = 7\%$  des essais ramènent près de 90% de l'information contenue dans l'ensemble des essais. [W3]

### III.9.4. Ratio Signal/Bruit

L'intérêt de la méthode Taguchi résulte de l'utilisation d'un indicateur de performance : le ratio Signal / Bruit.

Il prend simultanément en compte :

- la valeur souhaitable (le "Signal"), à atteindre,
- la variabilité indésirable de cette valeur (le "Bruit"), à minimiser.

La formule de calcul du ratio Signal/Bruit dépend du type de caractéristique à optimiser :

- critère ciblé
- critère à minimiser
- critère à maximiser

Dans tous les cas, la performance est d'autant plus grande, que la valeur algébrique du ratio Signal / Bruit est grande [W3].

# **DEUXIEME PARTIE : MATERIELS ET METHODES**

## **I. MATERIELS SPECIFIQUES**

### **I.1. Description de la chaudière à tube d'eau**

La SPPM dispose une chaudière à tube d'eau (Figure11) fonctionnant avec des combustibles solide (bois, copeau). Ce machine présente plusieurs compartiment.

#### **I.1.1. Chambre de combustion**

C'est dans cette chambre que le bois, les copeaux, sont brulés en libérant des quantités de chaleur. L'équipement de cette chambre comprend des briques réfractaires et d'un plan de grille mécanique basculé par une commande manuelle.

#### **I.1.2. Réservoir supérieur**

L'eau de la bêche alimentaire passe dans un tuyau et une pompe puis arrive au réservoir supérieur par un tuyau de liaison reliant la sortie de la pompe au réservoir. Ce réservoir constitue une enceinte de mélange de la phase liquide et de la phase vapeur d'eau. Le réservoir supérieur comprend des équipements externes tels que : capteurs de niveaux d'eau, soupapes de sûreté et tuyauterie de purge.

#### **I.1.3. Réservoir inférieur**

Le réservoir inférieur est relié à partir du réservoir supérieur par plusieurs tubes d'alimentation. Les deux corps cylindriques sont en tôle d'acier de construction soudée, avec fonds emboutis comportant chacun un trou d'homme.

#### **I.1.4. Autres équipements**

Pour obtenir de la vapeur à une température et une pression données, il faut la présence de certains équipements comme : une bêche alimentaire, une pompe alimentaire, un ventilateur de tirage, un ventilateur d'air de distribution et un poste de conditionnement des eaux de la chaudière. Pour faciliter la manipulation du générateur de vapeur, il comprend différents pupitres de commande (Figure 12) tel que la commande automatique de la pompe alimentaire

pour réguler l'eau du réservoir supérieur à moitié plein et les commandes du ventilateur de distribution puis de soutirage.



Figure 11 : Chaudière à tube d'eau



Figure 12 : Pupitre de commande

## I.2. Description des alambics

### I.2.1. Alambic en cuivre

La SPPM dispose cinq alambics en cuivre fonctionnels (Figure 13) selon les quantités de fleurs. Cet alambic est muni d'une cucurbite suspendue et surmontée d'un dôme ou chapiteau qui, se termine par un col de cygne. Ce dernier se relie avec un condenseur formé d'un serpentín dans une capacité où l'eau se renouvelle constamment. Les fleurs sont placées dans la cucurbite, dans l'eau chauffée préalablement. Les vapeurs s'en échappent et continuent leur trajet dans le serpentín qui plonge dans l'eau du condenseur. L'extrémité du serpentín débouche à l'extérieur, dans le bas du réfrigérant. C'est dans ce dernier que l'on recueille les liquides de condensation.



Figure 13 : Alambic cuivre

### **I.2.2. Alambic INOX**

La SPPM dispose de 2 alambics INOX fonctionnels (Figure 14) et identiques qui sont les plus utilisés car ceux-ci fonctionnent sous pression et contiennent un plus grand volume par rapport aux alambics en cuivre [24].

#### **a) Cuve**

La cuve a une capacité de 1800 L à double fond. Dans le fond supérieur se stocke, sous pression, la vapeur provenant du générateur puis dans le fond inférieur se place les fleurs et l'eau préalablement chauffée. En effet, il y a aussi une conduite de vapeur indépendante de celle du fond supérieur dans ce dernier.

#### **b) Col de cygne**

Le col de cygne se fixe directement dans la partie haute de la cuve. Ainsi il est équipé des boulons et de deux vannes de réglage de débit pour régler la pression de la cuve. Dans celle-ci, les éléments condensés sont encore en phase gazeuse.

#### **c) Condenseur**

Le condenseur se relie avec le col de cygne par plusieurs boulons. Il est formé aussi de plusieurs tubes dans une capacité où l'eau se renouvelle constamment. Les tubes se rejoignent sur la partie basse par une petite enceinte où la phase liquide condensée se réunit, puis débouche à l'extérieur, dans le bas du condenseur. C'est dans ce dernier que l'on recueille les liquides de condensation.

#### **d) Autres équipements**

Pour avoir de l'huile essentielle de bonne qualité, l'alambic INOX doit disposer de certains équipements secondaires notamment une sonde de température placée sur le tuyau de sortie du condenseur, une sonde de pression placée en haut de la cuve, une sonde de pression sur le tuyau de conduite à l'entrée du fond supérieur. En effet, cette dernière sonde se communique aussi avec le tuyau de conduite de vapeur du fond inférieur. Une soupape de sûreté est aussi installée et se déclenche dès que la pression de la cuve dépasse la pression de consigne.



Figure 13 : Alambic INOX

### I.3.Vases de Florentin

Dans ce travail, le vase de Florentin pour huile légère a été utilisé. Chaque alambic possède sa propre vase de Florentin mais les principes sont les mêmes (Figure 14). La vase de l'alambic en INOX est munie d'un robinet pour faciliter le recueil de l'huile essentielle tandis que dans l'alambic en cuivre, le recueil d'huile se fait en débouchant à la main le tuyau de la sortie de l'hydrolat.



Figure 14 : Vase pour l'alambic en cuivre et pour l'alambic INOX

Le fonctionnement des appareils d'hydrodistillation est présenté à la figure 15

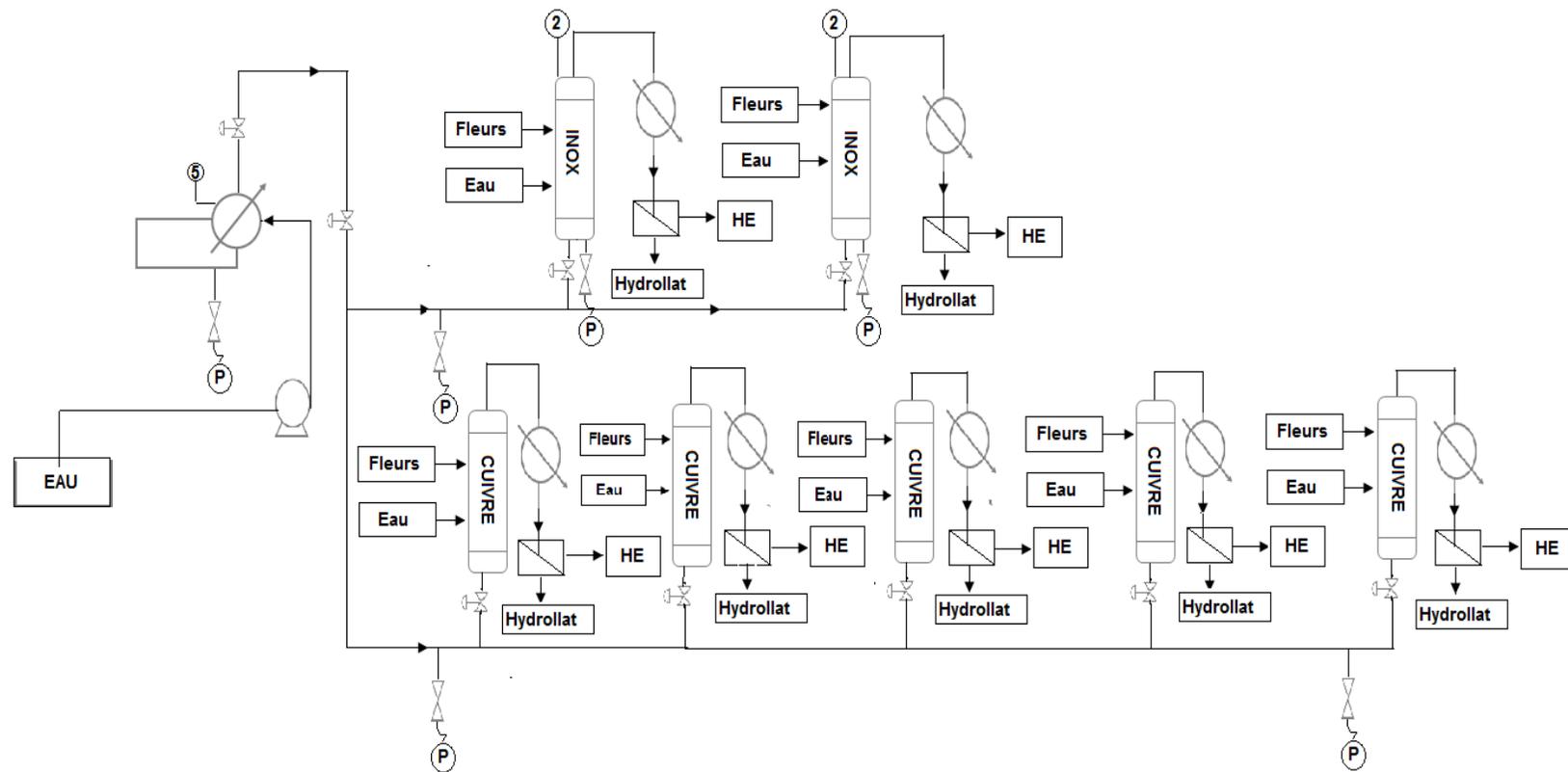


Figure 15 : Procédé d'hydrodistillation

## II. RECOLTE

Les fleurs ont été cueillies, tôt le matin, presque dans tous les champs d'ylang-ylang de Nosy-Be. En effet, la cueillette des fleurs se réalise trois fois par semaine le lundi, le mercredi et le vendredi. Ce travail a été effectué du mi-janvier au mois de février. Les fleurs fraîches de *cananga odorata* (Figure 16) permettent l'extraction de l'huile essentielle.



Figure 16 : Fleurs d'ylang-ylang

## III. HYDRODISTILLATION

La vapeur provenant de la chaudière sert à chauffer les éléments dans la cuve. L'eau est mise à l'ébullition au préalable puis on charge les fleurs dans la cuve. En générale, la quantité maximale d'eau mise dans la cuve est de 300 L pour l'alambic INOX et 80 L pour l'alambic en cuivre selon la quantité de fleurs.

## IV. CHOIX DES PARAMETRES A OPTIMISE

D'abord tous les paramètres mesurables qui peuvent avoir des impacts sur le rendement et la qualité de l'HE d'ylang sont réunis. En effet, les paramètres doivent être variables.

Les facteurs influençant trouvés pour l'hydrodistillation sont :

- la quantité de fleurs dans la cuve ;
- le type d'alambic (rapport section/hauteur) ;
- l'humidité des fleurs (le temps de stockage) ;
- la quantité d'eau / quantité de fleurs = ratio ;

- le débit d'eau dans le condenseur (mesure en litre par minute avec un seau gradué) = ratio ;
- la rampe de montée en pression ;
- la pression des cuves ;
- et l'âge des plantes.

## V. FACTEURS ETUDIÉS POUR L'HYDRODISTILLATION

Les facteurs étudiés pour l'hydrodistillation sont :

- type d'alambic ;
- ratio quantité de fleurs dans la cuve ;
- ratio quantité d'eau dans la cuve ;
- ratio débit d'eau autour du serpentin ;
- temps de stockage des fleurs avant distillation ;
- interaction entre les facteurs quantité de fleurs et quantité d'eau.

Facteurs fixes :

- rampe de montée en pression : il n'y a pas de façon pour piloter la pression
- pression des cuves : 1 pression par alambic donc pas retenu
- âge des plantes : tout est mélangé donc pas retenu

Les autres facteurs initialement envisagés (facteurs fixes) ne pouvant être maîtrisés, ont été abandonnés.

### V.1. Niveau de chaque facteur

Certains facteurs présentent des niveaux maxima de réglage. Pour les varier, un ratio qui, un constant lié au niveau des facteurs, est établi. D'où les formules ci-dessous :

$$\text{Ratio quantité de fleurs} = \frac{\text{Quantité de fleurs choisie}}{\text{Quantité fleurs maximum choisie}} \quad (\text{équation 5})$$

$$\text{Ratio quantité d'eau} = \frac{\text{Quantité d'eau choisie}}{\text{Quantité de fleurs choisie}} \quad (\text{équation 6})$$

$$\text{Ratio débit d'eau} = \frac{\text{Débit d'eau choisi}}{\text{Débit d'eau maximum}} \quad (\text{équation 7})$$

Les niveaux de chaque facteur sont présentés dans le tableau 5.

Tableau 5 : Niveau de chaque facteur

<b>Facteurs</b>	<b>Niveau 1</b>	<b>Niveau 2</b>
Ratio quantité de fleurs en % (% de la quantité de fleurs max de chaque alambic)	60 %	50 %
<i>Quantité maximale de fleurs en kg</i>	<i>500</i> (INOX)	<i>200</i> (Cuivre)
Ratio quantité d'eau en % (% de la quantité de fleurs)	60 %	40 %
Ratio débit d'eau dans le condenseur en % (% du débit d'eau max dans le condenseur de chaque alambic)	100 %	70 %
<i>Débit maximal d'eau dans le condenseur en L.s<sup>-1</sup></i>	<i>2,00</i> (INOX)	<i>0,91</i> (Cuivre)
Temps de stockage des fleurs en h	0	15
Type d'alambic	INOX	Cuivre

## V.2. Choix de la méthode

La matrice de Taguchi de type  $L_8(2^7)$ , c'est-à-dire 7 facteurs à 2 niveaux peut être utilisée et il faut réaliser 8 essais puis un essai de validation (Tableau 6) (ANNEXE).

Comme il y en a 5 facteurs à 2 niveaux, il reste donc 2 colonnes inutilisées. Les facteurs les plus compliqués à changer de niveau sont placés dans les colonnes changeant le moins de niveau tout au long du plan soit :

- ✓ A (1 seul changement) → ratio débit d'eau,
- ✓ C (2 changements) → temps de stockage des fleurs,
- ✓ B (3 changements) → ratio quantité de fleurs,
- ✓ F (4 changements) → ratio quantité d'eau,
- ✓ G (5 changements) → type d'alambic.

Or, il reste 2 colonnes inutilisées. A l'aide de la table triangulaire (ANNEXE), il peut être aperçu que la colonne 4 (ou D) est la colonne dans laquelle peut être mesurée l'interaction BF. La colonne E restera, elle, inutilisée.

Tableau 6 : Matrice d'expériences

Essai N°	Facteurs contrôlés						
	1 A	2 B	3 C	4 BF	5 E	6 F	7 G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	4	1	2	2
4	1	2	2	3	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	4	2	2	1
8	2	2	1	3	1	1	2
Validation	2	2	1	3	1	1	1

En remplaçant chaque facteur avec leur niveau successif, la matrice devient (Tableau 7) :

Tableau 7 : Matrice d'expériences après remplacement des niveaux de chaque facteur

Essai N°	Facteurs contrôlés						
	1 Débit d'eau en L.s-1	2 Quantité de fleurs en kg	3 Temps de stockage fleurs en h	4 Interaction BF	5	6 Quantité d'eau en L	7 Type alambic
1	2,00	300	0	1		180	Inox
2	0,91	120	0	2		48	Cuivre
3	0,91	100	15	4		40	Cuivre
4	2,00	250	15	3		150	Inox
5	0,64	120	15	1		72	Cuivre
6	1,40	300	15	2		120	Inox
7	1,40	250	0	4		100	Inox
8	0,64	100	0	3		60	Cuivre
Validation	1,40	250	0	3		150	Inox

## VI. Réponse étudiée

La réponse étudiée dans cette étude comprend la masse d'huile, le pourcentage en masse d'huile, la densité et la qualité. Ce serait donc une mesure « continue » sur les N heures d'une hydrodistillation. L'hydrodistillation sera arrêter quand un rendement total est atteint (donc une masse totale d'huile essentielle). Ensuite la qualité se déduit en même temps.

### VI.1. Rendement en %

La détermination du rendement s'effectue en mesurant la masse des fleurs chargé dans l'alambic et la masse d'HE obtenue après l'hydrodistillation. Les appareils nécessaires pour la détermination des réponses sont illustrés dans le tableau 8 et tableau 9.

Tableau 8 : Matériels usuels au laboratoire et ses fonctions

Matériels	Fonctions
Densimètre	Mesure de la densité d'HE
Thermomètre	Mesure de température d'HE
Balance de précision	Pesée des fleurs et d'HE
Décanteur	Sépare l'huile et l'eau, stockage d'huile

Tableau 9 : Verrerie de laboratoire

Verrerie courante	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Eprouvettes graduées</li><li>➤ Entonnoirs</li><li>➤ Flacons</li></ul>
-------------------	---

a) Masse d'huile espérée en %

Soit  $m_e$  la masse d'HE espérée telle que :

$$m_e = \frac{2,5 \times m_f}{100} \quad (\text{équation 8})$$

Avec  $m_f$  : la masse des fleurs chargés dans la cucurbitte.

b) Pourcentage en masse d'huile

$$\%m_i = \frac{m_n}{m_{th}} \times 100 \quad (\text{équation 9})$$

$m_t$  : masse totale

$m_n$  : masse d'huile pour un pas de temps où  $n=1, \dots, 16$

$m_{th}$  : masse totale d'huile

c) Rendement

Après avoir mesurer les masses, le rendement est calculé par :

$$r = \frac{\text{masse d'huile essentielle totale}}{\text{masse de fleurs}} \times 100 \quad (\text{équation 10})$$

## VI.2. Qualité de l'huile essentielle selon AFNOR

L'huile essentielle d'ylang se classe à partir d'un paramètre physico-chimique. Dans cette étude nous choisissons un paramètre physique pour classer les qualités d'huile. Dans la norme AFNOR ISO 3063 d'huile essentielle d'ylang, la détermination de la densité se calcule par la formule ci-dessous. Il s'agit de la densité relative à 20 ° C (ANNEXE).

$$D = \frac{d_h}{d_{eau}} \times (T_h - 20) \times 0,0007 \quad (\text{équation 11})$$

$d_h$  : Densité huile mesuré

$d_{eau}$  : Densité de l'eau 0,9982

$T_h$  : Température de l'huile mesurée

Il existe quatre classes d'huile essentielle d'ylang :

- Qualité Extra Supérieur noté ES
- Qualité Extra noté E
- Qualité 1<sup>ère</sup>
- Qualité 2<sup>ème</sup>
- Qualité 3<sup>ème</sup>

D'une manière générale, l'HE d'ylang de Nosy-Be ne comporte pas la qualité ES.

## VII. CALCUL DES EFFETS DE FACTEUR ET INTERACTION

### VII.1. Calcul des effets de facteur

Le cas du facteur A est pris pour illustrer la méthode de calcul de l'effet des facteurs.

Soit  $\bar{T}$  la moyenne de l'ensemble des résultats des différentes essais,  $\bar{A}_1$  la moyenne des résultats lorsque A est au niveau 1,  $\bar{A}_2$  la moyenne des résultats lorsque A est au niveau 2, pour un pas de temps donné :

$$\bar{T} = \frac{\bar{A}_1 + \bar{A}_2}{2} \text{ (équation 12)}$$

L'effet de  $A_1$  et l'effet de  $A_2$  s'écrivent comme suit

$$Effet(A_1) = \bar{A}_1 - \bar{T} \text{ (équation 13)}$$

$$Effet(A_2) = \bar{A}_2 - \bar{T} \text{ (équation 14)}$$

### VII.2. Détermination de l'interaction

La méthode Taguchi néglige les interactions d'ordre deux ou trois [28]. Dans cette étude, l'interaction entre quantité d'eau et quantité de fleurs sera prise en compte.

Soit BF l'interaction entre la quantité d'eau et la quantité de fleurs, pour un temps donné, la combinaison de niveau pour chaque facteur est définie dans le tableau ci-dessous (Tableau 10).

Tableau 10 : Niveau de l'interaction

	Niveau	F	
		1	2
B	1	1 1	2 1
	2	1 2	2 2

4 niveaux sont alors obtenus pour cette interaction par combinaison suivant le niveau de chaque facteur comme suit :

- Niveau 1 : combinaison 1 1
- Niveau 2 : combinaison 1 2
- Niveau 3 : combinaison 2 1
- Niveau 4 : combinaison 2 2

Pour chaque case, le calcul de l'interaction BF se fait comme suit :

$$I_{BF} = \text{effet}(B) + \text{effet}(F) + \text{effet}(BF) \text{ (équation 15)}$$

### **VIII. DEROULEMENT DES ESSAIS**

Sachant que l'hydrodistillation dans l'alambic INOX et dans l'alambic cuivre nécessite beaucoup de temps. Sans connaissance préalable de la durée de distillation, pour pouvoir étudier la performance des machines, tous les essais sont poursuivis jusqu'à la fin de l'opération.

**TROISIEME PARTIE :  
RESULTATS, INTERPRETATIONS  
ET RECOMMANDATIONS**

## **I. RESULTATS**

### **I.1. Résultats bruts pour le rendement**

Les résultats de chaque essai sont illustrés ci-dessous (Tableau11, Tableau12, Tableau13 et Tableau14) suivant la durée de l'opération après les mesures de réponse.

Sans connaissance préalable de la durée de distillation, les informations ont été relevées toutes les heures (pas de temps 1 = 1<sup>ère</sup> heure, ..., pas de temps 16 = 16<sup>ème</sup> heure). Certains essais ne fournissent plus d'information sera vu au-delà d'un certain pas de temps (les essais 1, 4, 6 et 7 au-delà du pas de temps 10), une conclusion est prise pour décréter que la distillation devrait être arrêtée : quand le gain en pourcentage de masse d'huile est inférieur à 1% lors du dernier pas de temps (= 1 heure de distillation).

Tableau 11 : Résultats des pas de temps 1 à 4

N° essai	Pas de temps 1				Pas de temps 2				Pas de temps 3				Pas de temps 4			
	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité
1	1	560	9,2%	0,937	2	1120	9,2%	0,925	3	2300	19,5%	0,917	4	3500	19,8%	0,9135
2	1	140	7,6%	0,929	2	420	15,2%	0,926	3	490	3,8%	0,921	4	560	3,8%	0,919
3	1	0	0,0%	0,928	2	140	17,6%	0,928	3	280	17,6%	0,923	4	420	17,6%	0,913
4	1	700	11,1%	0,948	2	1680	15,6%	0,942	3	3480	28,7%	0,928	4	4280	12,7%	0,918
5	1	140	8,3%	0,926	5	350	12,4%	0,919	3	640	17,1%	0,915	4	710	4,1%	0,9098
6	1	840	12,9%	0,939	2	2240	21,4%	0,934	3	3300	16,2%	0,919	4	4300	15,3%	0,911
7	1	680	12,4%	0,944	2	1120	8,0%	0,937	3	2220	20,1%	0,921	4	3620	25,5%	0,915
8	1	210	15,9%	0,9304	2	420	15,9%	0,927	3	490	5,3%	0,925	4	560	5,3%	0,922
Validation	1	700	12,9%	0,948	2	1120	7,7%	0,943	3	1680	10,3%	0,925	4	3080	25,8%	0,919

Tableau 12 : Résultats des pas de temps 5 à 8

N° essai	Pas de temps 5				Pas de temps 6				Pas de temps 7				Pas de temps 8			
	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité
1	5	4900	23,1%	0,9138	6	5240	5,6%	0,911	7	5640	6,6%	0,917	8	5840	3,3%	0,922
2	5	630	3,8%	0,917	6	680	2,7%	0,912	7	778	5,3%	0,909	8	918	7,6%	0,9098
3	5	490	8,8%	0,908	6	560	8,8%	0,913	7	580	2,5%	0,919	8	595	1,9%	0,923
4	5	5280	15,9%	0,911	6	5680	6,4%	0,912	7	5880	3,2%	0,924	8	6080	3,2%	0,928
5	5	780	4,1%	0,919	6	850	4,1%	0,919	7	990	8,3%	0,919	8	1140	8,8%	0,919
6	5	5100	12,3%	0,914	6	5900	12,3%	0,919	7	6100	3,1%	0,924	8	6300	3,1%	0,929
7	5	4220	10,9%	0,914	6	4620	7,3%	0,919	7	4940	6,6%	0,924	8	5000	1,2%	0,929
8	5	630	5,3%	0,917	6	680	3,8%	0,913	7	778	7,4%	0,918	8	878	7,6%	0,918
Validation	5	4180	20,3%	0,913	6	4980	14,8%	0,909	7	5220	4,4%	0,915	8	5360	2,6%	0,9198

Tableau 13 : Résultats des pas de temps 9 à 12

N° essai	Pas de temps 9				Pas de temps 10				Pas de temps 11				Pas de temps 12			
	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité
1	9	5970	2,1%	0,925	10	6020	0,8%	0,9298	11	6060	0,7%	0,938				
2	9	976	3,2%	0,9128	10	1058	4,5%	0,9188	11	1208	8,2%	0,9201	12	1408	10,9%	0,925
3	9	645	6,3%	0,924	10	685	5,0%	0,928	11	720	4,4%	0,9304	12	732	1,5%	0,9304
4	9	6215	2,1%	0,9268	10	6280	1,0%	0,9301								
5	9	1260	7,1%	0,919	10	1460	11,8%	0,919	11	1520	3,5%	0,924	12	1560	2,4%	0,9288
6	9	6440	2,1%	0,937	10	6510	1,1%	0,949	11	6530	0,3%	0,949				
7	9	5080	1,6%	0,934	10	5140	1,2%	0,938								
8	9	976	7,4%	0,918	10	1046	5,3%	0,927	11	1106	4,5%	0,927	12	1164	4,4%	0,927
Validation	9	5400	0,7%	0,934	10	5420	0,4%	0,934								

Tableau 14 : Résultats des pas de temps 13 à 16

N° essai	Pas de temps 13				Pas de temps 14				Pas de temps 15				Pas de temps 16			
	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité	Temps réel en h	Masse HE en g	% masse totale HE	Densité
1																
2	13	1528	6,5%	0,928	14	1648	6,5%	0,9304	15	1768	6,5%	0,929	16	1838	3,8%	0,936
3	13	755	2,9%	0,9304	14	773	2,3%	0,9304	15	787	1,8%	0,933	16	796	1,1%	0,933
4																
5	13	1590	1,8%	0,9301	14	1610	1,2%	0,934	15	1635	1,5%	0,936	16	1695	3,5%	0,936
6																
7																
8	13	1214	3,8%	0,928	14	1259	3,4%	0,9304	15	1299	3,0%	0,9304	16	1324	1,9%	0,939

Tableau 15 : Résultats du rendement et masse huile essentielle espérée (2 à 2,5 %)

N° essai	Rendement réel en %	Masse HE espérée (2 à 2,5 %)	Masse HE réelle en g
1	2,02	7,5	6060
2	1,53	3	1838
3	0,80	2,5	796
4	2,51	6,25	6280
5	1,41	3	1695
6	2,18	7	6530
7	2,06	6,25	5140
8	1,32	2,5	1324

Les rendements réels obtenus dans chaque essais sont pour certains très inférieurs au maximums espérés. Par contre les maximums sont dans la fourchette espérée (entre 2 et 2,5%).

## I.2. Graphe des essais et interprétations

Dans tous les graphes, la consommation en énergie est considérée comme constante (ligne violette) et proportionnelle à la masse à réchauffer (fleurs + eau).

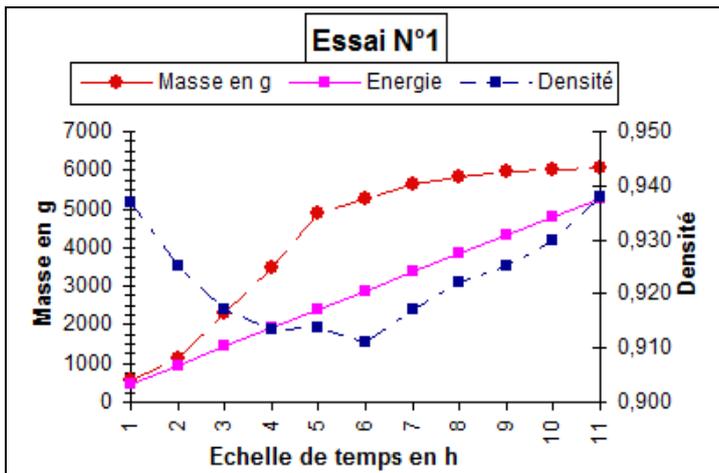


Figure 17 : Graphe de l'essai N°1

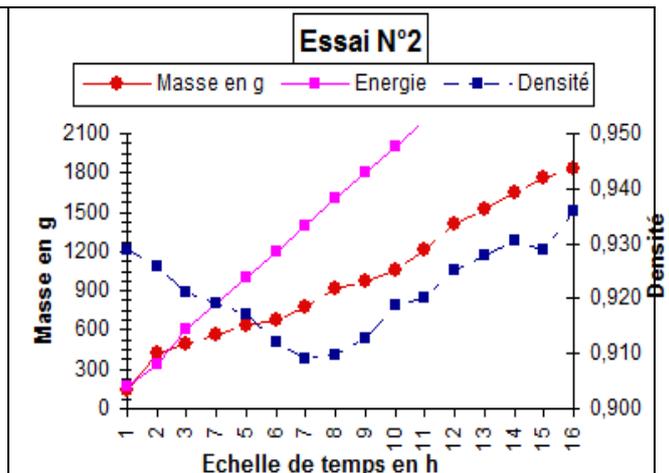


Figure 18 : Graphe de l'essai N°2

On n'extrait plus beaucoup à partir de la 9<sup>ème</sup> heure car le pourcentage en masse d'huile estimé est inférieur à 1%. A partir de la 5<sup>ème</sup> heure, on extrait beaucoup d'énergie par g d'HE.

La distillation aurait dû continuer encore plus loin pour extraire plus, le pourcentage en masse HE estimé montre encore 3,8%, lors de la 16<sup>ème</sup> heure jusqu'à obtenir une valeur inférieure à 1% pour une heure. Le système dépense proportionnellement beaucoup d'énergie par g d'HE.

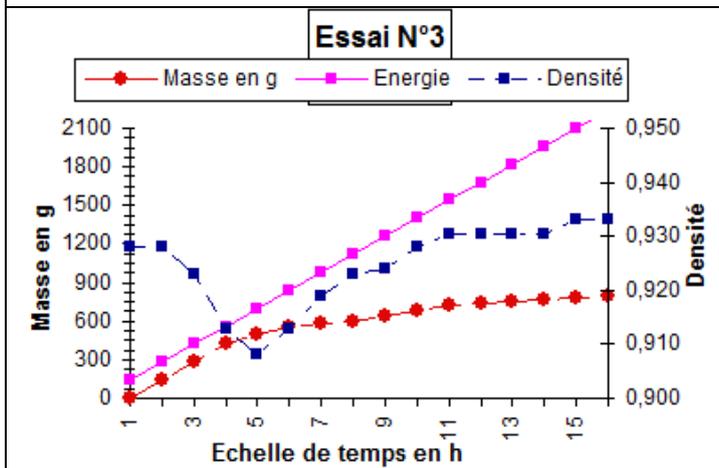


Figure 19 : Graphe de l'essai N°3

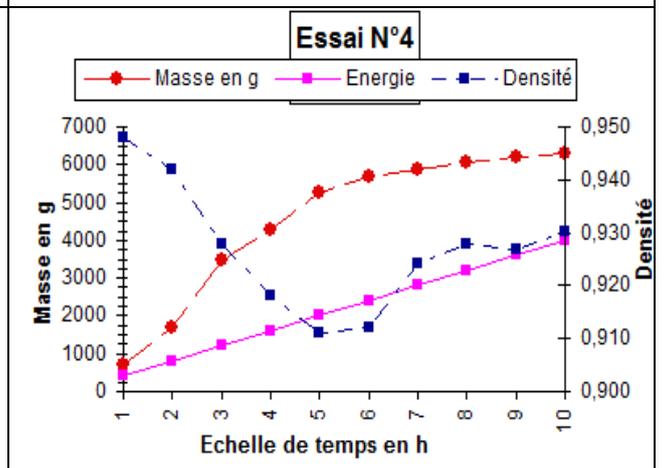
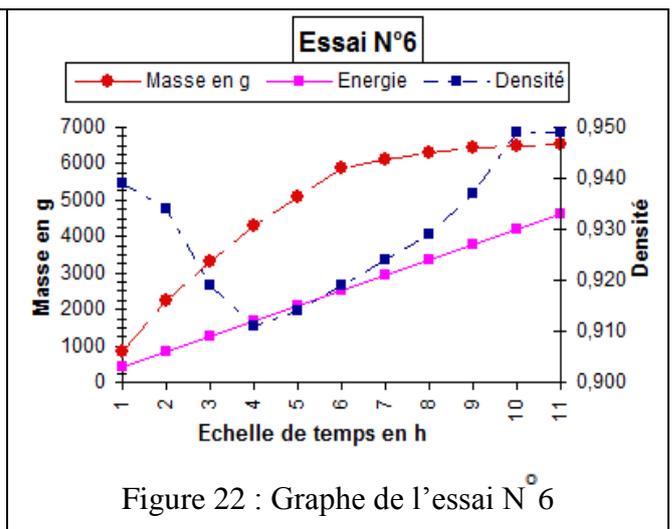
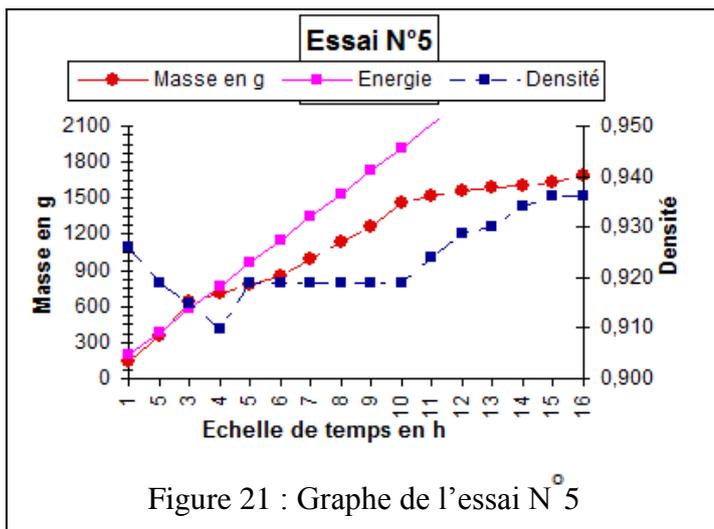


Figure 20 : Graphe de l'essai N°4

L'extraction aurait dû aussi continuer ( $\approx 1h$ ) pour extraire plus, car encore 1,1% HE lors de la 16<sup>ème</sup> heure, jusqu'à obtenir une valeur inférieure à 1% pour une heure. On dépense proportionnellement beaucoup d'énergie par g d'HE.

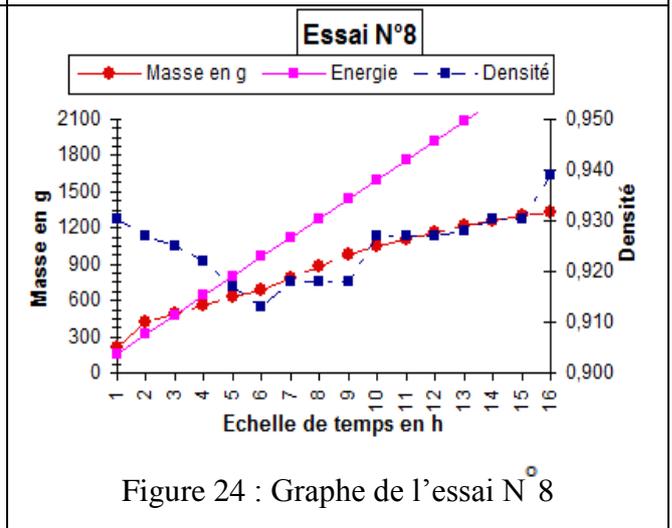
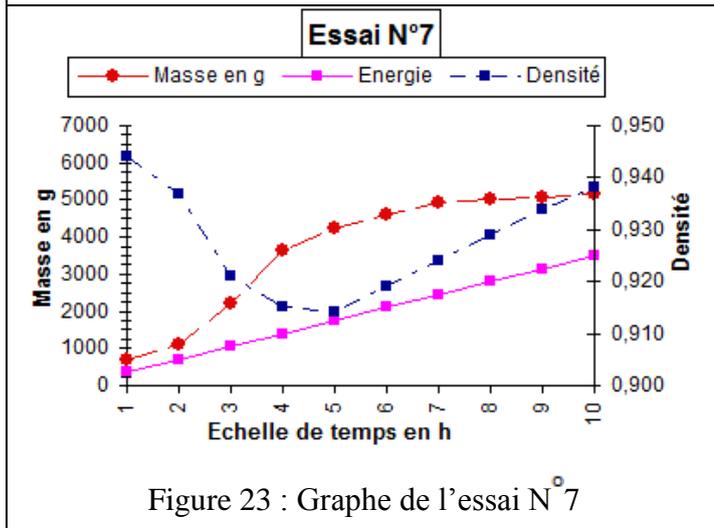
Un certain ralentissement est observé au bout de 5h donc, plus grand-chose à extraire. Ainsi, un pourcentage de 1% HE pour la dernière heure montre qu'il fallait bien s'arrêter là. A partir de la 5<sup>ème</sup> heure, le système dépense beaucoup plus d'énergie par g d'HE.

Les essais 1 et 4 sont les seuls parmi les 4 dont la quantité d'huile est supérieure à l'énergie engagée donc leur rendement énergétique est donc bon.



L'extraction aurait dû continuer encore plus loin pour extraire plus, encore 3,5% HE lors de la 16<sup>ème</sup> heure, jusqu'à obtenir une valeur inférieure à 1% HE pour une heure. On dépense proportionnellement beaucoup d'énergie par g d'HE.

Ralentissement au bout de 7h, on aurait dû s'arrêter à la 10<sup>ème</sup> heure car l'extrait est inférieur à 1%. A partir de la 6<sup>ème</sup> heure. Beaucoup plus d'énergie par g d'HE est observé.



L'hydrodistillation aurait dû continuer encore plus loin pour extraire plus (encore 3,6% HE lors de la 9<sup>ème</sup> heure) jusqu'à obtenir moins de 1% HE pour une heure. A partir de la 5<sup>ème</sup> heure on a beaucoup plus d'énergie par g d'huile essentielle.

On aurait dû continuer encore plus loin pour extraire plus (encore 1,9% HE lors de la 16<sup>ème</sup> heure) jusqu'à obtenir moins de 1% HE pour une heure. Le système dépense proportionnellement beaucoup d'énergie par g d'huile essentielle.

Les essais 6 et 7 sont les seuls parmi les 4 dont la quantité d'huile est supérieur à l'énergie engagée donc leur rendement énergétique est donc bon.

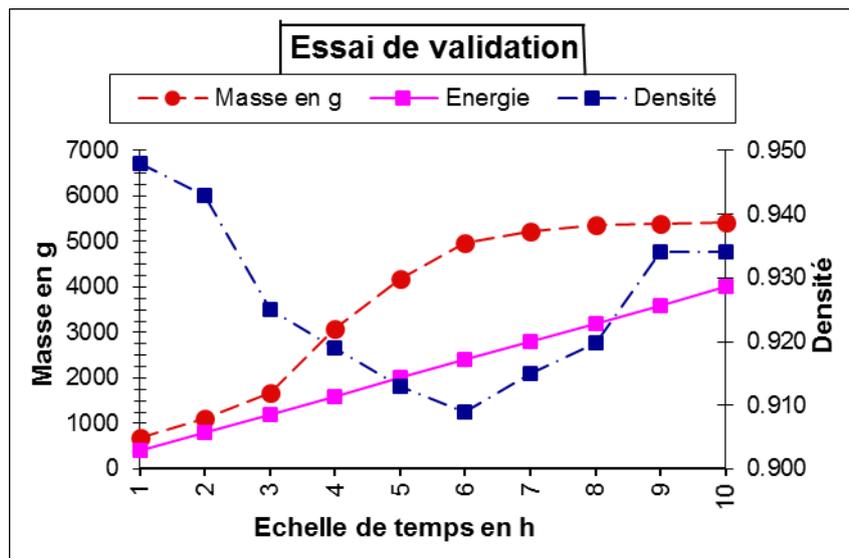


Figure 25 : Graphe de l'essai de validation

### I.3. Résultats des qualités suivant la norme AFNOR

Les qualités sont déterminées en même temps aussi suivant la norme AFNOR. Les résultats pour chaque essais sont présentés dans le tableau 16, tableau 17, tableau 18, tableau 19, tableau 20, tableau 21, tableau 22, tableau 23, tableau 24.

Tableau 16 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°1

Essai N°1	Temps	15 min	45 min	2h	3h	4h	5h	6h	7h	8h	9h	10h	11h
	Flacons		1	3	4	9	6	7	1	2	1	1	1
Masse en g	6060	140	420	560	1180	1200	1400	340	400	200	130	60	20
Extra													
1 <sup>ère</sup>	140	x											
2 <sup>ème</sup>	420		x										
3 <sup>ème</sup>	5470			x	x	x	x	x	x	x	x	x	x

Tableau 17 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°2

Essai N°2	Temps		2h	4h	6h	16h
	Flacons		3	1	1	6
	Masse en g	1838	420	140	120	1158
	Extra					
	1 <sup>ère</sup>	0				
	2 <sup>ème</sup>	420	x			
	3 <sup>ème</sup>	1418		x	x	x

Tableau 18 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°3

Essai N°3	Temps		2h	3h	4h	6h	10h	16h
	Flacons		1	1	1	1	1	1
	Masse en g	796	140	140	140	140	124	112
	Extra							
	1 <sup>ère</sup>	0						
	2 <sup>ème</sup>	140	x					
	3 <sup>ème</sup>	656		x	x	x	x	x

Tableau 19 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°4

Essai N°4	Temps		25 min	35 min	2h	3h	4h	5h	6h	7h	8h	9	10
	Flacons		1	4	7	9	4	5	2	1	1	1	1
	Masse en g	6280	140	560	980	1800	800	1000	400	200	200	135	65
	Extra												
	1 <sup>ère</sup>	700	x	x									
	2 <sup>ème</sup>	980			x								
	3 <sup>ème</sup>	4600				x	x	x	x	x	x	x	X

Tableau 20 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°5

Essai N°5	Temps		1h	5h	16h
	Flacons		1	4	5
	Masse en g	1695	140	500	1055
	Extra				
	1 <sup>ère</sup>	0			
	2 <sup>ème</sup>	140	x		
	3 <sup>ème</sup>	1555		x	x

Tableau 21 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°6

Essai N°6	Temps		20 min	40 min	2h	3h	4h	5h	6h	7h	8h	9h	10h	11h
	Flacons		1	5	10	8	5	4	4	1	1	1	1	1
	Masse en g	6530	140	700	1400	1060	1000	800	800	200	200	140	70	20
	Extra													
	1 <sup>ère</sup>	140	x											
	2 <sup>ème</sup>	700		x										
	3 <sup>ème</sup>	5690			x	x	x	x	x	x	x	x	x	x

Tableau 22 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°7

Essai N°7	Temps		30 min	30 min	2h	3h	4h	5h	6h	7h	8h	9h	10h
	Flacons		2	3	3	7	7	3	2	2	1	1	1
	Masse en g	5140	280	400	420	1100	1400	600	400	340	60	80	60
	Extra		280	680	1100	2200	3600	4200	4600	4940	5000	5080	5140
	1 <sup>ère</sup>	680	x	x									
	2 <sup>ème</sup>	420			x								
	3 <sup>ème</sup>	4040				x	x	x	x	x	x	x	x

Tableau 23 : Résultat des qualités lié aux pas de temps pour l'essai N°8

Essai N°8	Temps		1h	2h	4h	6h	8h	10h	16h
	Flacons		2	2	1	1	1	1	2
	Masse en g	1324	210	210	120	140	198	168	278
	Extra								
	1 <sup>ère</sup>	0							
	2 <sup>ème</sup>	420	x	x					
	3 <sup>ème</sup>	904			x	x	x	x	x

Tableau 24 : Résultat global des qualités

	Extra	1 <sup>ère</sup>	2 <sup>ème</sup>	3 <sup>ème</sup>
Essai N°1	0	140	420	5470
Essai N°2	0	0	420	1418
Essai N°3	0	0	140	656
Essai N°4	0	700	980	4600
Essai N°5	0	0	140	1555
Essai N°6	0	140	700	5690
Essai N°7	0	680	420	4040
Essai N°8	0	0	420	904

#### **I.4. Résultats retraités**

##### **I.4.1. Recalcul de la masse d'huile pour 100 kg de fleurs**

Pour pouvoir étudier de façon comparable la performance des alambics et déterminer les effets des facteurs, la quantité d'huile essentielle est ramenée pour 100 kg de fleurs puis les quantités d'huile pour chaque 1/10<sup>ème</sup> du temps total seront recalculé (si la distillation a duré 16h le nouveau pas de temps sera 1/10<sup>ème</sup> du temps total soit 1,6h). D'où les résultats ci-dessous (dans le tableau 25 au tableau 29).

Tableau 25 : Résultats retraités pour du pas de temps 1 à 2

N° Essai	Pas de temps 1				Pas de temps 2			
	1/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité	2/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité
1	1	168	8,4%	0,937	2	336	16,9%	0,925
2	1	257	16,8%	0,929	2	420	27,4%	0,926
3	1	84	10,6%	0,928	2	308	38,7%	0,928
4	1	280	11,1%	0,948	2	672	26,8%	0,942
5	1	222	15,7%	0,926	5	545	38,6%	0,919
6	1	252	11,7%	0,939	2	653	30,4%	0,934
7	1	245	11,2%	0,944	2	413	18,8%	0,937
8	1	336	25,4%	0,9304	2	504	38,1%	0,927

Tableau 26 : Résultats retraités pour du pas de temps 3 à 4

N° Essai	Pas de temps 3				Pas de temps 4			
	3/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité	4/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité
1	3	649	32,6%	0,917	4	1007	50,6%	0,9135
2	3	513	33,5%	0,921	7	599	39,1%	0,919
3	3	476	59,8%	0,923	4	568	71,4%	0,913
4	3	1392	55,4%	0,928	4	1712	68,2%	0,918
5	3	638	45,2%	0,915	4	755	53,5%	0,9098
6	3	994	46,3%	0,919	4	1300	60,6%	0,911
7	3	756	34,5%	0,921	4	1224	55,8%	0,915
8	3	616	46,5%	0,925	4	719	54,3%	0,922

Tableau 27 : Résultats retraités pour du pas de temps 5 à 6

N° Essai	Pas de temps 1				Pas de temps 2			
	1/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité	2/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité
1	1	168	8,4%	0,937	2	336	16,9%	0,925
2	1	257	16,8%	0,929	2	420	27,4%	0,926
3	1	84	10,6%	0,928	2	308	38,7%	0,928
4	1	280	11,1%	0,948	2	672	26,8%	0,942
5	1	222	15,7%	0,926	5	545	38,6%	0,919
6	1	252	11,7%	0,939	2	653	30,4%	0,934
7	1	245	11,2%	0,944	2	413	18,8%	0,937
8	1	336	25,4%	0,9304	2	504	38,1%	0,927

Tableau 28 : Résultats retraités pour du pas de temps 7 à 8

N° Essai	Pas de temps 7				Pas de temps 8			
	7/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité	8/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité
1	7	1787	89,8%	0,917	8	1893	95,1%	0,922
2	7	1040	67,9%	0,909	8	1253	81,8%	0,9098
3	7	722	90,8%	0,919	8	750	94,3%	0,923
4	7	2352	93,6%	0,924	8	2432	96,8%	0,928
5	7	1273	90,1%	0,919	8	1320	93,5%	0,919
6	7	1987	92,5%	0,924	8	2047	95,3%	0,929
7	7	1896	86,5%	0,924	8	2029	92,6%	0,929
8	7	1118	84,4%	0,918	8	1204	90,9%	0,918

Tableau 29 : Résultats retraités pour du pas de temps 9 à 10

N° Essai	Pas de temps 9				Pas de temps 10			
	9/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité	10/10 <sup>ème</sup> du temps total	Masse HE en g pour 100 kg de fleur	% masse totale HE	Densité
1	9	1951	98,0%	0,925	10	1990	100%	0,9298
2	9	1413	92,3%	0,9128	10	1532	100%	0,9188
3	9	779	97,8%	0,924	10	796	100%	0,928
4	9	2486	99,0%	0,9268	10	2512	100%	0,9301
5	9	1350	95,6%	0,919	10	1413	100%	0,919
6	9	2105	98,0%	0,937	10	2147	100%	0,949
7	9	2120	96,7%	0,934	10	2192	100%	0,938
8	9	1275	96,3%	0,918	10	1324	100%	0,927

#### I.4.2. Résultats de la moyenne du plan

Maintenant en utilisant les chiffres des tableaux ci-dessus, la masse moyenne d'HE obtenue à chaque pas de temps ainsi que la courbe du % d'HE obtenue peuvent être calculées tout au long de la distillation suivant la formule de l'équation 12. Les résultats sont présentés au tableau 30.

Tableau 30 : Résultats de la moyenne de l'ensemble des résultats des différents essais

Pas de temps	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\bar{T}$	230	481	754	986	1229	1400	1522	1616	1685	1738
Moyenne % m	13,9%	29,5%	44,2%	56,7%	69,7%	79,6%	87,0%	92,5%	96,7%	100%

Le tableau ci-dessus se lit de la manière suivante :

Pour le pas de temps 1 quand le facteur A est sur le niveau 1 cela produit 33,23 g d'HE de moins que la moyenne (230 g : tableau 30). Pour le pas de temps 10 quand le facteur G est sur le niveau 1 cela produit 472,06 g d'HE de plus que la moyenne (1738 g : tableau 30).

Les meilleurs niveaux (ceux qui produisent le plus d'HE) sont en fond vert (facteurs A, C et G) et en fond bleu (facteurs B et F en tenant compte de leur interaction). Vu que l'interaction est très forte, parfois l'intérêt est de ne pas prendre le niveau max de B et le niveau max de F : par exemple pour le pas de temps 10 l'interaction niveau 3 est la meilleure, cela correspond à B au niveau 2 + F au niveau 1 (voir tableau 10), la somme B2 (-21,31) + F1 (71,52) + B2F1 (179,90) est la plus importante que l'on puisse obtenir (239,31 : tableau 33).

### **I.4.3. Résultats des effets des facteurs sur la masse d'HE**

En utilisant les tableaux du résultat retraité les calculs des effets des facteurs (A, B, C, F et G) ainsi que de l'interaction des facteurs B et F sur la masse d'HE obtenue à chaque pas de temps pourront être calculés.

Le modèle est défini par l'équation :

$$Y = M + A + B + C + BF + F + G \text{ (équation 16)}$$

Où M est la moyenne du plan.

Les résultats des effets de chaque facteur pour chaque niveau sont présentés dans le tableau 31 en appliquant la formule des *équations 13 et 14*.

Tableau 31 : Résultats des effets pour la masse d'huile

Pas de temps	Niveau	Effet de A	Effet de B	Effet de C	Effet de BF	Effet de F	Effet de G
1/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-33,23	-5,81	20,98	-35,56	21,03	5,81
	2	33,23	5,81	-20,98	23,94	-21,03	-5,81
	3				77,61		
	4				-65,99		
2/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-47,39	7,19	-63,19	-40,89	32,86	37,14
	2	47,39	-7,19	63,19	55,28	-32,86	-37,14
	3				106,61		
	4				-120,99		
3/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	3,21	-55,71	-120,79	-110,79	69,46	193,38
	2	-3,21	55,71	120,79	-0,63	-69,46	-193,38
	3				249,71		
	4				-138,29		
4/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-14,03	-70,28	-98,23	-104,69	62,69	325,14
	2	14,03	70,28	98,23	-35,86	-62,69	-325,14
	3				230,08		
	4				-89,53		
5/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-11,33	-58,92	-76,58	-54,33	105,67	432,33
	2	11,33	58,92	76,58	-63,50	-105,67	-432,33
	3				265,67		
	4				-147,83		
6/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-31,58	-27,67	-74,33	14,25	129,58	477,25
	2	31,58	27,67	74,33	-69,58	-129,58	-477,25
	3				244,92		
	4				-189,58		
7/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-46,57	-0,17	-61,77	8,17	110,57	483,50
	2	46,57	0,17	61,77	-8,50	-110,57	-483,50
	3				212,97		
	4				-212,63		
8/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-33,80	12,27	-21,20	-9,40	96,27	484,13
	2	33,80	-12,27	21,20	33,93	-96,27	-484,13
	3				201,93		
	4				-226,47		
9/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-27,59	19,93	5,01	-34,33	80,68	480,59
	2	27,59	-19,93	-5,01	74,18	-80,68	-480,59
	3				195,68		
	4				-235,53		
10/10 <sup>ème</sup> du temps total	1	-30,69	32,10	21,31	-36,85	71,52	472,06
	2	30,69	-32,10	-21,31	101,06	-71,52	-472,06
	3				179,90		
	4				-244,10		

#### I.4.4. Résultats des effets sur le qualité d'HE d'ylang

Les résultats des effets des facteurs sur la qualité présentés dans le tableau 32 sont obtenus en appliquant la formule de : l'équation 13 et de l'équation 14.

Tableau 32 : Résultats des effets pour le qualité d'huile

	Niveau	Effet de A	Effet de B	Effet de C	Effet de BF	Effet de F	Effet de G
Qualité Extra							
	1	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	2	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	3				0,00		
4				0,00			
Qualité 1 <sup>ère</sup>							
	1	0,83	-45,83	-0,83	-45,83	0,83	69,17
	2	-0,83	45,83	0,83	-45,83	-0,83	-69,17
	3				47,50		
4				44,17			
Qualité 2 <sup>ème</sup>							
	1	11,67	-11,67	-11,67	-58,33	11,67	58,33
	2	-11,67	11,67	11,67	35,00	-11,67	-58,33
	3				81,67		
4				-58,33			
Qualité 3 <sup>ème</sup>							
	1	-1,88	163,88	-27,87	156,96	30,21	636,13
	2	1,88	-163,88	27,88	170,79	-30,21	-636,13
	3				-96,54		
4				-231,21			

#### I.4.5. Résultat de l'interaction BF

Les calculs de l'interaction BF sont effectués au dernier pas de temps. Chaque combinaison est présentée dans le tableau 33 en appliquant la formule de l'équation 15.

Tableau 33 : Résultats de calcul d'interaction

Interaction BF		
Niveau	Combinaison	Interaction
1	1 1	126,77
2	1 2	81,65
3	2 1	239,31
4	2 2	-447,73

## II. INTERPRETATIONS

### II.1. Pour l'alambic en cuivre

L'alambic en cuivre fonctionne sous pression atmosphérique et ne présente chacun qu'une vanne pour contrôler le flux de vapeur. Le tableau 34 montre l'évaluation de cet alambic sur le rendement et la qualité de l'HE.

Tableau 34 : Evaluation du rendement et de la qualité pour l'alambic en cuivre

Essai N°	Rendement	Densité relative maximum	Qualité
2	meilleur	0,920	Mauvais
3	mauvais	0,928	Mauvais
5	bon	0,919	Mauvais
8	bon	0,927	Mauvais

Le dimensionnement de l'alambic en cuivre actuel présente des problèmes. Il y a déperdition de chaleur au niveau du chapiteau et du col de cygne ce qui cause la perte des éléments volatils qui constituent l'essence obtenu. Il ne comprend aucun instrument de mesure ou sonde pour réguler le flux de vapeur vu que la vanne ne suffit pas pour le contrôler.

Sachant que pour les derniers pas de temps, l'huile extraite appartient à la 3<sup>ème</sup> qualité, obtenue au bout de 6h. Ce qui serait une perte de temps et d'énergie si la distillation est réalisée totalement dans l'alambic cuivre. Pour cela, nous avons appliqué l'enchaînement dans l'alambic cuivre pendant 6h puis transfert dans l'alambic INOX pendant 5h.



Figure 26 : Déperdition de chaleur

## II.2. Pour l'alambic en INOX

Pour l'alambic en INOX, il fonctionne sous pression (consigne 1 à 2 bar) et présente chacun certains instruments comme des vannes, des sondes de pression, d'une soupape pour régler le flux de vapeur. Le tableau 34 montre l'évaluation de cet alambic sur le rendement et la qualité de l'HE.

Tableau 35 : Evaluation du rendement et de la qualité pour l'alambic en INOX

Essai N°	Rendement	Densité relative maximum	Qualité
1	mauvais	0,937	mauvais
4	meilleur	0,944	mauvais
6	bon	0,939	bon
7	bon	0.948	mauvais

L'alambic en INOX comprend divers équipements qui permettent de contrôler l'instabilité du flux de vapeur. Les résultats montrent que la vanne du réglage du débit d'eau du condenseur devrait être 100% ouvert.

### **II.3. Effet des facteurs sur le rendement**

Puisqu'il s'agit d'un critère à maximiser, les valeurs des effets le plus grand sont les plus important. Pour avoir un meilleur rendement, les résultats des effets montrent que :

- Le débit d'eau doit être réglé sur le niveau 2 minimum
- On extrait plus que l'on attend pour les temps de stockage
- Plus on met beaucoup d'eau proportionnellement à la quantité de fleurs, plus on extrait beaucoup.

### **II.4. Effet des facteurs sur la qualité**

D'une manière générale, l'HE d'ylang dispose les quatre classes pour avoir de bonne qualité. En effet, les résultats des effets montrent que :

- Tous les facteurs contrôlés n'ont pas d'influence remarquable sur la qualité Extra
- Le débit d'eau reste au réglage maximum
- Il faut beaucoup de fleurs et un temps de stockage qui ne dure pas longtemps
- Plus on met d'eau comparativement à la quantité de fleur mieux on obtient les meilleures qualités.

## II.5. Interaction BF

Comme tous les facteurs contrôlés, il s'agit d'un critère à maximiser donc la valeur maximum pour chaque niveau est importante. Le tableau 36 montre l'évaluation de l'interaction pour chaque niveau.

Tableau 36 : Evaluation de l'interaction BF

Niveau	Combinaison	Interaction	Influence
1	1 1	126,77	Forte
2	1 2	81,65	Moyen
3	2 1	239,31	Très forte
4	2 2	-447,73	Faible

## II.6. Essai de validation

Cet essai confirme bien que le réglage du débit d'eau au niveau du condenseur devrait être ouvert à 100%. Le temps de stockage 0h montre une légère augmentation de la densité, ce qui est proche de la qualité E.

## III. RECOMMANDATIONS

Cette étude permette de voir à la fois le rendement, la qualité, et également la performance des alambics puis l'effet des facteurs contrôlés. Dans ce dernier cas, nous avons vu qu'on n'extrait pas beaucoup d'huile d'ylang à partir de 7<sup>ème</sup> pas de temps par rapport à l'alambic INOX. Nous avons directement appliqué le fait que l'alambic cuivre fonctionne en moyenne 6h de temps dépendant de la quantité de fleurs. Puis on transfère dans l'alambic en INOX pendant 5h de temps.

Mode opératoire d'extraction

1. On a une matière première (fleurs) dont la qualité varie d'une saison à l'autre :

**Recommandation 1** : faire un plan d'expérience par saison (variabilité fleurs fait-elle évoluer la recette d'extraction et ou le rendement d'extraction)

2. Ces fleurs sont cueillies sur une période  $\approx 8$  heures (donc d'un âge moyen de 4 heures) et peuvent soit être utilisées dès leur arrivée soit après un temps de stockage de plusieurs heures :

**Recommandation 2** : faire un plan d'expérience avec ce facteur sur 4 niveaux 8h, 16h, 24h et 32h (recherche d'un optimum)

3. Ces fleurs sont mises dans 2 types d'alambic (inox et cuivre) de capacités maximales différentes 500 kg pour l'inox et 200 kg pour le cuivre. Mais ces alambics ne sont pas chargés au maximum, nous avons testé 50 % et 60% de la charge maximale :

**Recommandation 3** : faire un plan d'expérience avec ce facteur sur 4 niveaux 30%, 40%, 50% et 60% (recherche d'un optimum)

4. On complète le chargement de fleurs par une certaine quantité d'eau, nous avons testé 40 % et 60% de la charge de fleurs :

**Recommandation 4** : faire un plan d'expérience avec ce facteur sur 4 niveaux 50%, 60%, 70% et 80% (recherche d'un optimum)

5. On ferme l'alambic et on atteint, avec un chauffage centralisé (dont on ne peut pas mesurer la quantité de Calories apportées à l'alambic), une pression interne de 5 bars (peut-on la faire varier et sur quelle plage) :

**Recommandation 5** : faire un plan d'expérience sur 2 niveaux 5 bars et 3 bars (quantification de l'effet de ce nouveau facteur), noter le temps de mise en pression.

6. On fait passer un certain débit d'eau autour des vapeurs pour les condenser (débit maximal  $2 \text{ L}\cdot\text{s}^{-1}$  pour l'inox et  $0,91 \text{ L}\cdot\text{s}^{-1}$  pour le cuivre), nous avons testé 100 % et 70% du débit nominal, nous resterons sur le débit maximal (ce facteur n'est plus à tester) ;

7. On sépare l'eau de l'huile dans le vase de Florentin et dès que la quantité d'huile atteint les 140 mL si, on mesure de façon précise la quantité d'huile et l'heure de la mesure (donc le temps depuis le début de la mise en chauffe), on note le numéro d'ordre du flacon de 1 à n pour ultérieurement contrôler la densité et d'autres caractéristiques on peut attribuer chaque flacon à une qualité d'huile essentielle (E, 1<sup>ère</sup>, 2<sup>ème</sup> ou 3<sup>ème</sup>) :

**Recommandation 6** : mesurer aussi la quantité d'eau car la quantité d'eau cumulée sera un indicateur de fin d'extraction (si la quantité d'eau est supérieure à celle mise initialement c'est qu'on commence à « dessécher » les fleurs ; a-t-on déjà pesé ce qui restait dans un alambic après une extraction ? masse inférieure à la masse initiale de fleurs ?)

8. On fait en continue les mesures en les reportant dans un tableau de façon à mesurer la quantité d'huile extraite sur la dernière heure si celle-ci est inférieure à 1% de la quantité totale d'huile extraite, c'est l'indicateur de l'arrêt prochain de l'extraction (par sécurité on peut faire une heure de plus pour confirmer) :

**Recommandation 7** : construire un tableau contenant les % par tranche d'heure et qui, une fois l'extraction arrêtée, calculera automatiquement, sur la base du temps de fin d'extraction optimisé = dernière tranche < 1%, la quantité d'huile pour chaque  $1/10^{\text{ème}}$  du temps total.

On n'a pas répété aucun des essais pour voir s'il y a une dispersion des résultats :

**Recommandation 8** : répéter entre 7 et 10 fois l'essai le meilleur et l'essai le pire, estimer à la fin de chaque répétition l'intervalle de variation avec un risque de 5% (ou à  $\pm 2$  écart-type), en dessous de 7 répétitions on ne peut pas utiliser l'écart-type car l'indicateur est non fiable. On compare cet intervalle de confiance avec l'effet calculé de chacun des facteurs. Si cet intervalle est inférieur à l'effet le plus faible de tous les facteurs on n'aura pas à répéter les essais ; dans le cas contraire les résultats du premier plan sont entachés d'un fort doute.

## CONCLUSION

---

Cette étude prend compte de la performance des alambics, l'optimisation du rendement, de la qualité et l'énergie. Pour les réglages, l'essai N°4 est meilleur pour l'alambic INOX et l'essai N°2 meilleur pour l'alambic cuivre. L'étude des effets de facteur montre que d'autres facteurs peuvent avoir des influences significatives pour avoir le maximum pour obtenir les quatre classes de qualité puis le débit d'eau du condenseur doit être réglé au maximum pour avoir de meilleur rendement. Sur la performance des alambics, nous avons vu qu'on n'extrait pas beaucoup au bout de 6<sup>ème</sup> pas de temps de l'alambic cuivre. Pour ce dernier, les opérateurs et techniciens ont appliqué après cette étude, l'enchaînement dans l'alambic cuivre pendant 6h puis transfert vers l'alambic INOX pendant 5h pour un gain de temps et d'énergie.

Dans le but d'obtenir l'optimum et d'améliorer la production, voici les études qu'il faut encore réaliser :

1. Construire un nouveau plan d'expérience avec 3 facteurs à 4 niveaux (vieillessement fleurs, quantité de fleur, quantité d'eau) et 2 facteurs à 2 niveaux (alambic et pression ou température), une matrice L<sub>16</sub> ; le calcul de l'interaction entre les quantités d'eau et de fleur ne sera plus possible mais plus on met d'eau comparativement à la quantité de fleur mieux on extrait) ; faire ce plan lors de la meilleure saison (celle où l'on obtient un peu de qualité E).

Type : **L16(6fact \* 2 niv + 3 fact \* 4 niv)**

Essai N°	Facteurs contrôlés								
	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	1	2	2	2	2	2
3	1	1	1	2	1	2	3	3	3
4	1	1	1	2	2	1	4	4	4
5	1	2	2	1	1	1	2	3	4
6	1	2	2	1	2	2	1	4	3
7	1	2	2	2	1	2	4	1	2
8	1	2	2	2	2	1	3	2	1
9	2	1	2	1	1	1	3	4	2
10	2	1	2	1	2	2	4	3	1
11	2	1	2	2	1	2	1	2	4
12	2	1	2	2	2	1	2	1	3
13	2	2	1	1	1	1	4	2	3
14	2	2	1	1	2	2	3	1	4
15	2	2	1	2	1	2	2	4	1
16	2	2	1	2	2	1	1	3	2

1. Faire des essais de répétabilité de l'essai N°1 que l'on aura construit pour être théoriquement le meilleur (en choisissant les valeurs des niveaux d'après la précédente étude) puis de l'essai le pire (après avoir fini le plan).
2. Construire le modèle de compréhension : détection des optimums.
3. Eventuellement faire entre 5 et 10 répétitions de chaque essai (entre 80 et 160 au total) c'est-à-dire, détecter les configurations de réglage qui sont les plus répétitives.
4. Refaire ce plan sur la saison la pire (avec ou sans répétitions selon les points 3 et 4) donc voir s'il faut changer les réglages selon la saison.
5. Refaire ce plan pour chacune des  $\frac{1}{2}$  saisons si le point 5 conduit à des réglages différents.

## BIBLIOGRAPHIE

---

- [1] Guenther E., « The essential oils. » Vol.5. New York, USA: Van Nostrand Company Inc. 1952.
- [2] PAFR (Projet d'Appui aux Filières de Rentes), « Perspectives d'avenir de l'ylang-ylang aux Comores selon les applications dans la parfumerie » rapport final Moroni, RFIC : PAFR. 1998.
- [3] Florence J., « Flore de Polynésie française » Vol.2. Paris : IRD éditions, 2004.
- [4] Ainoudine S., « L'économie des plantations aux Comores des 63 rigins à nos jours » Thèse de doctorat: Université de Dakar (Sénégal), 1983.
- [5] Manner H.I. & Elevitch C.R., « *Cananga odorata* (ylang-ylang) » Species profiles for Pacific Island agroforestry, 2006.
- [6] Cronquist A., « The evolution and classification of flowering plants » Bronx, New York, USA: New York Botanical Garden, 1988.
- [7] Judd W.S., Campbell C.S., Kellogg E.A. & Stevens P. « Botanique systématique : une perspective phylogénétique » Bruxelles : De Boeck Université, 2002.
- [8] Spichiger R.E., Savolainen V.V., Figeat M. & Jeanmonod D. « Botanique systématique des plantes à fleurs : une approche phylogénétique nouvelle des angiospermes des régions tempérées et tropicales » Lausanne, Suisse : Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2004.
- [9] AFNOR (Association Française de Normalisation), « Norme française NF ISO 3063 : huile essentielle d'ylang-ylang [*Cananga odorata* (Lamarck) J.D. Hooker et Thomson forma genuina] » Paris : AFNOR, 2005.
- [10] Council of Europe, « Natural source of flavorings » Vol.2. Brussels: Council of Europe Publishing, 2007.
- [11] Ziegler H., Flavourings: « production, composition, applications, regulations » Berlin, Germany: Wiley-VCH, 2007.
- [12] Ben Mohadji F., « Manuel de vulgarisation : techniques culturales. Cultures de rente et épices » Grande Comore : Maison des épices des Comores, 2004.
- [13] Chalot C., « La culture des plantes à parfum dans les colonies françaises : ylang-ylang, géranium rosat, lemon-grass, citronnelle, vetiver, patchouli, bergamotte » Paris: Bibliothèque de l'Institut National d'Agronomie Coloniale, 1928.
- [14] Brulé Ch. & Pecout W., « L'ylang-ylang : un parfum subtil » Grasse, France : Arco-Charbot ; Paris : V.F. aromatique, 1995.

- [15] AFNOR (Association Française de Normalisation), « Recueil de normes : les huiles essentielles. Monographies relatives aux huiles essentielles (H à Y) » Tome 2. Paris AFNOR, 2000.
- [16] Anton R. & Lobstein A., « Plantes aromatiques, épices, aromates, condiments et huiles essentielles » Paris : Tec & Doc Lavoisier, 2005.
- [17] Wickens G.E., « Economic botany: principles and practices » Dordrecht, The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2001.
- [18] Hopkins W.G., « Physiologie végétale Bruxelles » De Boeck Université, 2003.
- [19] AFNOR (Association Française de Normalisation), « Recueil de normes : les huiles essentielles. Échantillonnage et méthodes d'analyse » Tome 1. Paris : AFNOR, 2000.
- [20] Rolet A., « Les essences et les parfums » Paris : ConnaissanceetMémoires, 2003.
- [21] Ernest Sorel « LA DISTILLATION » Encyclopédie des aides mémoire, édition Masson, Paris, N°104.
- [22] Carey Meritt « Process steams systems », A pratical guide for operators, maintainers and designers, 2016.
- [23] Hamidou Mahamodou « L'ylang-ylang et Nosy-be », mémoire de fin d'études : Université de Madagascar, 1974.
- [24] Razanamparany Celestin Fidimirina « LA PRODUCTION D'YLANG-YLANG : Comparaison technique et économique du procédé artisanal et du procédé industriel », mémoire de fin d'études : Université de Madagascar, 1986.
- [25] Jacques Goupy • Lee Creighton « Introduction aux plans d'expériences », 3<sup>ème</sup> édition Dunod 2001, 2006.
- [26] Pierre Dagnelie « Principe d'expérimentation : Planification des expériences et analyse de leurs résultats », Les presses agronomiques de Gembloux, 2012.
- [27] Jacques Goupy « Les plans d'expériences », revue MODULAD, 2006.
- [28] Frédéric Gillon « Modélisation et optimisation par plan d'expériences d'un moteur à commutations électroniques », thèse de Doctorat : Université des sciences et technologies de Lille, 1997.

## WEBOGRAPHIE

---

- [W1] Cours GC/ combustion-chaleur  
<http://www.azprocede.fr> consulté le 20 Décembre 2015
- [W2] <http://www.sppm-nosybe.com/> Consulté le 10 Novembre 2015
- [W3] Pdf cours-complet-plan-experience-forme-litterale  
<http://www.plan-experiences-alexis.com/> consulté le 15 Décembre 2015

## **ANNEXE**

---

ANNEXE 1 : Norme AFNOR de la densité de l'huile essentielle d'ylang

ANNEXE 2 : Classement des qualités d'huile essentielle d'ylang ISO 3063 (source AFNOR 2005)

ANNEXE 3 : Matrice d'expériences  $L_4$  (3 facteurs à 2 niveaux)

ANNEXE 4 : Matrice d'expériences  $L_8$  (7 facteurs à 2 niveaux)

ANNEXE 5 : Formule de calcul du ratio Signal / Bruit

## ANNEXE 1 : NORME AFNOR DE LA DENSITE DE L'HUILE ESSENTIELLE D'YLANG

Dans la norme AFNOR sur l'huile essentielle d'ylang, lorsque l'on parle de la densité, on fait référence à la **densité relative de l'huile à la température de 20°C**

Température de l'huile mesurée en °C avec un thermomètre		Densité de l'huile mesurée avec le densimètre "plongeur"		Masse volumique de l'eau à 20°C (prise dans une table)		Facteur correctif 0,00073 par °C (source Guenther)		NORMES		DEGRE DE DIFFERENCE	
Sur le terrain		Calcul et facteur correctif pour arriver à une densité relative à 20°C									
T°C de l'huile	Densité mesurée à T°C ambiante au densimètre	Masse volumique de l'eau à 20°C	Densité relative à T° ambiante	Facteur correctif (soit 0,00073 par degré °C)	Densité relative à 20°C						
20	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0	=	0,954				2
21	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0007	=	0,954				2
22	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0015	=	0,955				3
23	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0022	=	0,956				4
24	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0029	=	0,957				5
25	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0037	=	0,957				5
26	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0044	=	0,958				6
27	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0051	=	0,959				7
28	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0058	=	0,960				8
29	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0066	=	0,960				8
30	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0073	=	0,961				9
31	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0080	=	0,962				10
32	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0088	=	0,962				10
33	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0095	=	0,963				11
34	0,952	divisé par 0,99820	= 0,954	+	0,0102	=	0,964				12

Mode d'emploi :

- Mesurer la température de l'huile Mesurer la densité au densimètre (plongeur)
- Reporter la densité mesurée en face de la température correspondante et suivre la formule (la ligne).

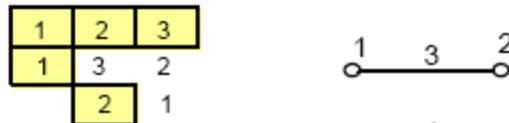
## ANNEXE 2 : CLASSEMENT DES QUALITES D'HUILE ESSENTIELLE D'YLANG ISO 3063 (source AFNOR 2005)

Densité	0,906	0,925	0,938	0,945	0,955	0,96	0,97	0,976	0,99	
Extra S										
Extra										
1ere										
2eme										
3eme										

**ANNEXE 3 : MATRICE D'EXPERIENCES L<sub>4</sub> (3 facteurs à 2 niveaux)**

N° Essai	Facteurs contrôlés		
	1	2	3
	A	B	C
1	1	1	1
2	1	2	2
3	2	1	2
4	2	2	1

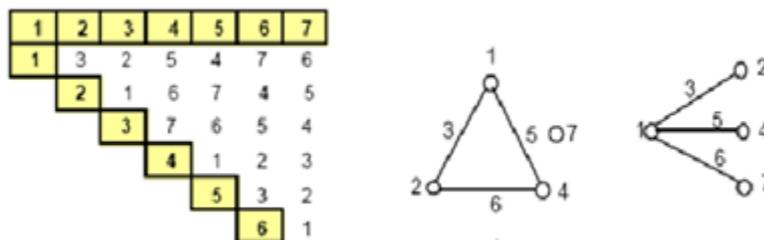
Table triangulaire et graphe linéaire L<sub>4</sub>



**ANNEXE 4 : MATRICE D'EXPERIENCES L<sub>8</sub> (7 facteurs à 2 niveaux)**

N° Essai	Facteurs contrôlés						
	1	2	3	4	5	6	7
	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

Table triangulaire et graphe linéaire L<sub>8</sub>



## ANNEXE 5 : FORMULE DE CALCUL DU RATIO SIGNAL / BRUIT

- **Ratio signal / bruit dans le cas d'un critère ciblé**

*avec valeurs toutes positives :*

$$\frac{S}{N} \text{ (db)} = 10 \log \left[ \left( \frac{\bar{y}}{s} \right)^2 - \frac{1}{n} \right]$$

*avec valeurs positives et négatives :*

$$\frac{S}{N} \text{ (db)} = -10 \log (s^2)$$

- **Ratio signal / bruit dans le cas d'un critère à minimiser**

$$\frac{S}{N} \text{ (db)} = -10 \log [s^2 + (\bar{y})^2]$$

- **Ratio signal / bruit dans le cas d'un critère à maximiser**

$$\frac{S}{N} \text{ (db)} = 10 \log [(\bar{y})^2] - 10 \log \left[ 1 + 3 \left( \frac{s}{\bar{y}} \right)^2 \right]$$

avec :

$\bar{y}$  = moyenne arithmétique des valeurs mesurées

s = écart-type des valeurs mesurées

n = nombre de mesures effectuées

**Titre :** Optimisation du procédé d'hydrodistillation des fleurs d'ylang-ylang par plan d'expériences – application de la méthode Taguchi – au sein de la société SPPM

**Auteur :** Christian MOHAMADY

**Adresse :** Logt 423 C Cité Universitaire Ambatomaro

**Contact :** +261349012492 / +261325108166 / mohamadychristian@gmail.com

**Nombre de page :** 65

### Résumé

L'objectif de ce travail a été d'optimiser le rendement, la qualité et d'étudier la performance des alambics d'hydrodistillation des fleurs d'ylang-ylang. Pour y parvenir, une étude bibliographique a été réalisée au préalable sur l'ylang-ylang, la production d'huile d'ylang et les plans d'expériences. Puis plusieurs paramètres influençant la qualité et le rendement ont été établis. Les facteurs débit d'eau au niveau du condenseur, quantité et temps de stockage des fleurs, quantité d'eau dans la cuve et types d'alambic ont été pris en compte. L'étude a été effectuée en utilisant la matrice de Taguchi de type  $L_8$  (7 facteurs et 2 niveaux). Elle permet la modélisation des influences de chaque paramètre sur les réponses. Cette démarche permet aussi d'étudier les interactions entre les facteurs existant, mais seules les interactions jugées très influençants, tels que la quantité de fleurs et la quantité d'eau ont été étudiées. Le rendement, le classement selon la cinétique d'extraction et la performance des alambics ont été déterminés. Pour comparer la performance des alambics et déterminer les effets des facteurs, la quantité d'huile essentielle ramenée pour 100 kg de fleurs a été prise en compte. Les quantités d'huile recueillies par intervalle du  $1/10^{\text{ème}}$  du temps de l'expérience et les effets des facteurs ont été ensuite recalculés. Les résultats ont montré que le débit d'eau du condenseur est à réglé au maximum, la masse d'eau dans la cuve doit être égale à celle de la quantité des fleurs. L'alambic en inox est le plus performant. Concernant l'alambic en cuivre, le transfert dans l'alambic en inox après 6 h de distillation est préconisé.

**Mots clés :** ylang-ylang, hydrodistillation, huile essentielle, alambics, plans d'expériences

### Abstract

The purpose of this work is to optimize the efficiency and the quality of the steam distillation of ylang-ylang flowers, and to study the performance of the process. To achieve this, a literature review was first done on ylang-ylang, its essential oil and on experimental design. Then, several parameters influencing the quality and the yield were established. The water flow upon the condenser, the flower quantity, the duration of their storage before distillation and the water quantity inside the alambic were the factors studied. The Taguchi matrix  $L_8$  type (7 factors and 2 levels) was chosen as a tool for the study. The Taguchi method allows the modeling of the influence of each parameter on the responses. This method allows also to study the interactions between the existing factors. However, only the interactions between the most influential factors, such as the flowers quantity and the water quantity were taken into account. The yield and the kinetics of extraction were determined. The performances of the alambics were also evaluated. In order to compare the effects of different factors, the amount of essential oil per 100 kg flowers were considered and the quantities of oil for each  $1 / 10^{\text{th}}$  total time were recalculated accordingly. The results show that maximum water flow should be used for the condenser. The amount of flowers and the quantity of water used for distillation must be equal. The apparatus made with stainless steel is more efficient. If the copper apparatus is used, a transfer into the stainless steel apparatus should be made after 6 hours of distillation.

**Keywords:** ylang-ylang, distillation, essential oil, alambic, Taguchi design of experiment

**Encadrant:** Dr Helga RIM FARASOA