

Modélisation de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de *Cymbopogon nardus* acclimatée sur le plateau des Cataractes au Congo-Brazzaville

Thomas SILOU^{1,2*}, Andeouene Célestin BAOU^{1,2}, Christian F. BOPOUNDZA^{1,2},
Bob Wilfrid LOUMOUAMOU^{1,2} et Herman MANISSA²

¹Formation Doctorale T2A, Equipe Chimie et Technologie Alimentaires (CTA), Faculté des Sciences et Techniques (UMNG) BP 69, Congo

²Groupe Modélisation & Optimisation (MOEM), Bassin du Congo, Ecole Supérieure de Technologie des Cataractes (EPrES) BP 389 Brazzaville, Congo

(Reçu le 20 Mars 2024 ; Accepté le 11 Mai 2024)

* Correspondance, courriel : thomasilou207@gmail.com

Résumé

L'optimisation de la production d'une huile essentielle passe par la modélisation cinétique de son extraction. Le présent travail se propose de déterminer graphiquement des paramètres macroscopiques des modèles empiriques utilisables dans la modélisation cinétique de l'extraction de l'huile essentielle de *C. nardus*. Les huiles essentielles étudiées ont été extraites par vapo-hydrodistillation et ont été analysées par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse. La modélisation a été conduite selon l'approche phénoménologique qui distingue deux étapes : une étape rapide caractérisée par la constante de vitesse k_1 et une deuxième étape de diffusion de soluté dans la matrice végétale avant son élution (lavage) par le solvant, caractérisée par k_2 . L'étude a été menée au laboratoire et en atelier pilote sur quatre modèles empiriques : Sovova-Milojevic, Peleg, Monod et Langmuir. Au laboratoire, les résultats expérimentaux valident le modèle du pseudo premier de Sovova-Milojevic ($R^2 = 0,981 - 0,998$), Peleg ($R^2 = 0,984 - 0,993$), Langmuir ($R^2 = 0,996$) et Monod ($R^2 = 0,996$), à l'échelle pilote les modèles de Peleg ($R^2 = 0,9853$) Monod et Langmuir ($R^2 = 0,989$). La vapo-hydrodistillation de *C. nardus* se passe en deux étapes (lavage et diffusion) au laboratoire et en atelier pilote. Au laboratoire les résultats expérimentaux valident les quatre modèles testés ; à l'échelle pilote le modèle de Sovova-Milojevic n'est pas validé. Ce constat suggère des mécanismes légèrement différents pour les deux échelles, différence probablement due à l'effet d'échelle.

Mots-clés : modélisation cinétique, huiles essentielles, *Cymbopogon nardus*, Congo-Brazzaville.

Abstract

Kinetic modeling of essential oil extraction from *Cymbopogon nardus* acclimatized on “Plateau des Cataractes” in Congo-Brazzaville

Optimizing the production of an essential oil requires kinetic modeling of its extraction. The present study aims to determine graphically macroscopic parameters of empirical models usable in kinetic modeling of *C. nardus* essential oil extraction. The essential oils studied were extracted by stream -hydrodistillation and

were analyzed by gas chromatography coupled with mass spectrometry. The modeling was carried out according to the phenomenological approach by two stages: a rapid washing stage characterized by the rate constant k_1 and a second stage of solute diffusion in the plant matrix before its elution (washing) by the solvent, characterized by k_2 . The study was carried out in the laboratory and in a pilot scale on four empirical models: Sovova-Milojevic, Peleg, Monod and Langmuir. In the laboratory, the experimental results fit Sovova-Milojevic model ($R^2 = 0.981 - 0.998$), Peleg model ($R^2 = 0.984 - 0.993$), Langmuir model ($R^2 = 0.996$) and Monod model ($R^2 = 0.996$), on the pilot scale, Peleg ($R^2 = 0.9853$), Monod and Langmuir models ($R^2 = 0.989$) fitted experimental results. The stream-hydrodistillation mechanism of *C. nardus* essential oil extraction occurs in two stages (washing and diffusion) in the laboratory and pilot scales. In the pilot scale Sovova-Milojevic model was not fitted. This observation suggests a slight difference in mechanism for the two scales, difference probably due to the scale effect.

Keywords : Kinetic modeling, essential oils, *Cymbopogon nardus*, Congo-Brazzaville.

1. Introduction

L'optimisation de l'extraction des produits naturels telles que les huiles essentielles dépend très largement de la connaissance des phénomènes fondamentaux mis en jeu au cours de cette opération, notamment celle de la façon dont cette huile se libère de la matrice végétale, sous l'effet de la chaleur. On utilise généralement 3 techniques pour extraire à l'eau des huiles essentielles à partir des plantes aromatiques. Si le matériel végétal baigne totalement dans l'eau de distillation, c'est la distillation à l'eau, souvent appelée hydrodistillation au sens strict (HD). Si la vapeur d'eau produite sous pression à l'extérieur du distillateur (ou in situ avec une grille de séparation entre le matériel végétal et l'eau de distillation) traverse le matériel végétal, c'est la vapo-distillation (VD). Si le matériel végétal baigne partiellement dans l'eau de distillation, avec une coexistence de l'eau à l'état liquide et à l'état vapeur dans le distillateur, c'est la vapo-hydrodistillation (VHD) [1]. Les huiles essentielles peuvent être synthétisées et peuvent s'accumuler dans différents organes de la plante, notamment, les feuilles, les fleurs, les graines, les écorces, les racines dans des structures histologiques spécialisées souvent localisées sur ou à proximité de la surface de la plante sous forme : de cellule à huile essentielle, comme chez les Zingiberaceae ; de poils sécrétaires, comme chez les Lauraceae ; des poches sécrétaires, comme chez les Myrtaceae ; des canaux sécrétaires, comme chez les Asteraceae [2]. Différents modèles ont été imaginés, dans la littérature, pour tenter d'expliquer le mécanisme de libération de l'huile essentielle de la matrice végétale au cours de l'hydrodistillation. Milojevic *et al.*, d'une part et Chan *et al.*, d'autre part, dans deux remarquables mises au point sur ces différents modèles, ont constaté une activité très flexible qui va des modèles les plus simples à des modèles extrêmement complexes, s'appuyant aussi bien sur des lois naturelles que sur l'intuition empirique [1,3]. Une très grande variété d'espèces végétales ont été étudiées et parmi les plus courantes, on trouve : *Lavanda officinalis* [4], *Salvia officinalis* [5], *Thymus vulgaris* [6], *Apium graveolens* [7], *Ocimum basilicum* [8], *Mentha piperita* [9], *Eucalyptus grandis* [10], *Eucalyptus cinerea* [11]. S'agissant du genre *Cymbopogon*, qui nous intéresse dans ce travail, nous avons identifié : deux études relatives à l'extraction de l'huile essentielle de *Cymbopogon winterianus* : l'une due à Cassel *et al.* qui utilise un modèle diffusionnel basé sur la seconde loi de Fick [12], l'autre due à Farhana *et al.* qui testent plusieurs modèles plus ou moins complexes [13] et, quatre études sur le citronnier : *Cymbopogon spp.* [14, 15], *Cymbopogon flexuosus* [16], *Cymbopogon citratus* [17]. La plupart de modèles proposés se fondent sur la thermodynamique de partition solide-liquide, avec ou sans résistance au transfert de masse vers l'extérieur, et la cinétique de désorption de huiles essentielles de la matrice végétale [16]. Au cours de l'hydrodistillation, l'eau chaude à l'état liquide ou gazeux libère l'huile essentielle des structures dans lesquelles cette dernière a été formée; le mélange d'eau et d'huile libérée, formé à l'état

vapeur, quitte la matrice végétale et passe dans un condensateur pour donner un distillat (eau + huile) à l'état liquide. L'huile essentielle extraite, constituée principalement des hydrocarbures, des alcools, des aldéhydes et des cétones terpéniques, est très peu soluble dans l'eau ; elle est récupérée par décantation. L'extraction se déroule en deux étapes élémentaires : désorption par diffusion de l'huile essentielle de la matrice végétale et élution de l'huile essentielle à partir de la matrice vers l'extérieur à l'image de l'élution frontale en chromatographie [16, 18] ; extraction par simple lavage des huiles libérées par les cellules brisées au cours des opérations préliminaires suivie d'une extraction après diffusion de l'huile du solide vers le liquide [1, 19]. Selon le contexte (laboratoire, pilote) et quel que soit le procédé (désorption/élution, lavage/diffusion) l'une ou l'autre étape est limitante pour l'opération globale d'extraction. Par ailleurs, les principaux facteurs qui influent sur le rendement de l'extraction sont : le degré de division de la matière végétale, le rapport (matériel végétal) / eau dans le distillateur, le débit d'écoulement du distillat [19, 20]. En vue d'optimiser la production de l'huile essentielle de *C. nardus*, nous nous proposons d'approfondir le mécanisme de l'extraction de l'huile de cette espèce acclimatée sur le plateau des Cataractes.

2. Matériel et méthodes

2-1. Matériel végétal

Cette étude a été réalisée sur le plateau des Cataractes dans le district de Louingui au Congo-Brazzaville avec 3 échantillons de *Cymbopogon nardus* récoltés sur 2 site : Loukoko (CN/Lkk) et Nkama (CN/Nkm B2, CN/Nkm B3) [21].

2-2. Extraction de l'huile essentielle

2-2-1. Au laboratoire

Des échantillons de 200 g de matière végétale séchée à l'ombre pendant 3 jours et coupée en morceaux 3 cm ont été soumis à la vapo-hydrodistillation avec 2,5 litres d'eau pendant 150 minutes et la quantité d'huile essentielle extraite a été déterminée toutes les 10 minutes de 0 à 60 min et toutes les 30 min jusqu'à 150 minutes (**Figure 1a**). L'huile essentielle, récupérée par décantation, a été séchée avec du sulfate de sodium et pesée. Le rendement de l'extraction est donné par la **Relation** :

$$Y(\%) = (m_2/m_1)100 \quad (1)$$

avec, m_1 = masse de l'échantillon et m_2 = masse de l'huile essentielle obtenue.

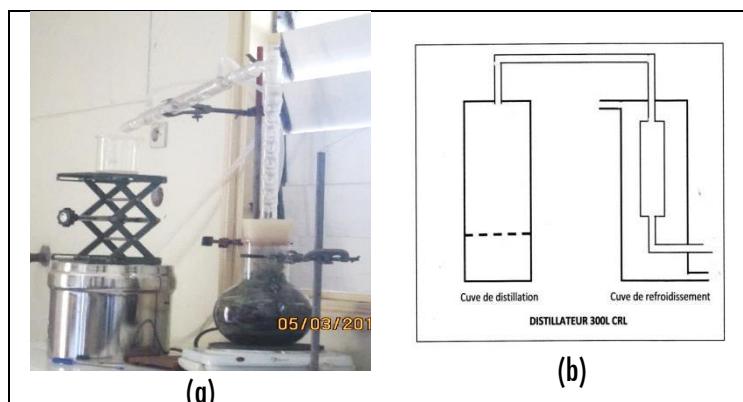


Figure 1 : (a) Dispositif d'extraction en vapo-hydrodistillation d'huile essentielle au laboratoire, (b) Schéma du distillateur pilote cylindrique 300 L- ESTc

2-2-2. En station pilote

L'extraction artisanale pilote se fait dans un distillateur de 300 litres. Le matériel végétal (30 kg) baigne partiellement dans l'eau de distillation (80 L) dans un même récipient (vapo-hydrodistillation). Le réfrigérant est constitué d'un tuyau de 2 cm de diamètre interne, muni d'une chambre de détente et traversant un réservoir 300 L, remplie d'eau qui circule à contre-courant (*Figure 1b*). L'huile essentielle, recueillie par décantation, est séchée avec du sulfate de sodium. Le rendement de l'extraction est donné par la *Relation*:

$$Y(\%) = (m_2/m_1)100 \quad (2)$$

avec m_1 = masse de l'échantillon et m_2 = masse de l'huile essentielle obtenue.

2-3. Analyses chromatographiques

2-3-1. Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG)

L'analyse quantitative de l'huile essentielle est réalisée sur un chromatographe en phase gazeuse Agilent, modèle 6890, équipé d'une colonne DB5 (20m x 0,18mm x 0,18µm). La température du four est de 50°C pendant 3,2 minutes puis augmente jusqu'à 300°C à la vitesse de 10°C par minute, celle de l'injecteur est de 280°C. Cet appareil est équipé d'un DéTECTEUR à Ionisation de Flamme (FID) dihydrogène (40 ml/min) / air (450 ml/min). Le débit du gaz vecteur (dihydrogène) est de 1 ml/minute.

2-3-2. Couplage CPG/Spectrométrie de Masse (SM)

L'analyse qualitative est réalisée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Agilent, modèle 7890 couplé à un spectrophotomètre de masse Agilent, modèle 5975, équipé d'une colonne DB5 (20 m x 0,18 mm x 0,18 µm). La température du four est de 50°C et reste constante pendant 3,2 minutes puis augmente jusqu'à 300°C à la vitesse de 8°C par minute, celle de l'injecteur est de 280°C. L'ionisation est faite par impact électronique à 70 eV. Le débit de gaz vecteur (hélium) est réglé à 0,9 ml/minute. L'acquisition de masse a été faite à l'aide d'un scan de masse de m/z : 33-450 uma. L'identification des composés a été réalisée par comparaison de leurs spectres de masse et de leurs indices de rétention (IR) avec ceux des banques de données [22 - 24] et ceux du laboratoire LEXVA analytique.

2-4. Modélisation de l'extraction des huiles essentielles

La modélisation de l'extraction des huiles essentielles fait généralement intervenir le formalisme de la cinétique simple d'ordre 1 ou 2 [25] traduite mathématique par :

$$\frac{dC}{dt} = kC^n \quad (3)$$

avec, C la concentration ou plus généralement la quantité de matière (q), k , la constante cinétique et n l'ordre.

Le **Tableau 1** donne les caractéristiques cinétiques des processus simples d'ordres 1 et 2 [26, 27]

Tableau 1 : Caractérisques cinétiques des processus d'ordre 1 et 2

Ordre	1	2
Expressions de la vitesse	$dC/dt = kC^1$	$dC/dt = kC^2$
Équations intégrées	$\ln C = -kt + \ln C_0$	$1/C = kt + 1/C_0$ $t/C = (1/kC_\infty^2) + (1/C_\infty)t$
Temps de demi-vie	$t_{1/2} = 0.693/k$	$t_{1/2} = 1/kC_0$
Unités de k ($C^{1-n} t^{-1}$)	$M^0 t^{-1}$	$M^{-1} t^{-1}$

Ce sont les équations intégrées du **Tableau 1** qui sont utilisées dans la validation des hypothèses de modélisation de l'extraction des huiles essentielles. Mais la réalité est beaucoup plus complexe et certains résultats expérimentaux ne suivent pas ces lois cinétiques simples. On utilise, dans ces cas, généralement des modèles empiriques et notamment ceux qui se fondent sur l'approche phénoménologique et qui partent de l'équation générale d'une extraction en deux étapes (lavage et diffusion) [19] :

$$\frac{q_t}{q_\infty} = f e^{(-k_1 t)} + (1-f) e^{(-k_2 t)} \quad (4)$$

avec, q_∞ : la quantité d'huile à $t = \infty$, f : la fraction de l'extraction réalisée par élution et $1-f$: la fraction extraite par diffusion, k_1 et k_2 des constantes cinétiques, paramètres du modèle. C'est le modèle de Sovova. Une résolution numérique permet de tirer f , k_1 et k_2 .

A partir de cette équation générale, Milojevic *et al.* proposent un modèle sur la base de deux hypothèses[1] : Lorsque l'élution (lavage) à partir des cellules brisées est très rapide (instantanée) par rapport à la diffusion à l'intérieur de la particule dans les cellules restées intactes, k_1 tend vers l'infini et l'**Équation (4)** devient **Équation (5)**:

$$\frac{q_t}{q_\infty} = 1 - (1-f) e^{k_2 t} \quad (5)$$

Lorsque l'extraction par lavage est inexistante ($f=0$), l'**Équation (5)** devient **Équation (6)**

$$\frac{q_t}{q_\infty} = 1 - e^{k_2 t} \quad (6)$$

On reconnaît l'équation d'une cinétique de pseudo premier ordre 1 et k_2 peut être déterminée graphiquement en utilisant la forme linéarisée de l'**Équation (7)**:

$$\ln [1/(1-y)] = kt \quad (7)$$

avec, $y = q_t/q_\infty$

Par ailleurs et sur la base de l'allure asymptotique de $Y_t = f(t)$, plusieurs chercheurs ont proposé des modèles de l'extraction des huiles essentielles se référant aux modèles existants qui expliquent ce comportement asymptotique pour d'autres phénomènes connus : sorption, adsorption, enzymologie, etc. Farhana *et al.* ont adapté avec succès à l'extraction de l'huile essentielle de *Cymbopogon winterianus* [13], le modèle de [28] inspiré par le modèle de [29] :

$$C_t = C_0 + 1/(K_1 + K_2)t \quad (8)$$

qui conduit à la forme linéarisée suivante :

$$t/y = K_1 + K_2 t \quad (9)$$

avec, C_t : la masse d'huile essentielle extraite à l'instant t ; C_0 : la masse HE dans l'échantillon ; K_1 : constante cinétique de Peleg et K_2 constante de capacité d'extraction de Peleg, $y : C_t/C_0$

La constante cinétique d'hydrodistillation k est donnée par l'expression suivante [30] :

$$k = K_2/K_1 \quad (10)$$

Dans la simulation de l'extraction de l'huile essentielle de *Eucalyptus cinerae*, Babu and Singh *et al.* s'appuient sur le modèle des isothermes d'adsorption des gaz de Langmuir, modèle décrit par l'Équation suivante [11] :

$$\begin{aligned} Y_t &= Y_\infty t/(b+t) \\ 1/Y_t &= (b/Y_{\max})(1/t) + 1/Y_{\max} \end{aligned} \quad (11)$$

avec, Y_t = rendement à l'instant t , Y_∞ = le rendement à t_∞ , b/Y_∞ = la pente de la courbe aux instants initiaux. On constate qu'aux instants initiaux ($t < b$) l'augmentation du rendement est directement proportionnelle à la durée de l'extraction t .

Mejri *et al.*, se réfèrent au modèle de Monod, inspiré de la cinétique enzymatique pour simuler l'extraction de l'huile essentielle de *Ruta chalepensis* en utilisant une loi cinétique michaelienne [31] :

$$\begin{aligned} Y_t &= Y_{\max}t/(K_m + t) \\ 1/Y_t &= (K_m/Y_{\max})(1/t) + (1/Y_{\max}) \end{aligned} \quad (12)$$

avec, Y_t : rendement à l'instant ; Y_{\max} , le rendement au temps t_∞ et Y_{\max}/K_m : pente de la droite.

2-5. Traitements statistiques

La statistique descriptive et les représentations graphiques ont été réalisées sur Excel 2010 de Microsoft. Les modèles ont été validés graphiquement par de droite de régression ayant un coefficient de détermination $R^2 > 0.90$.

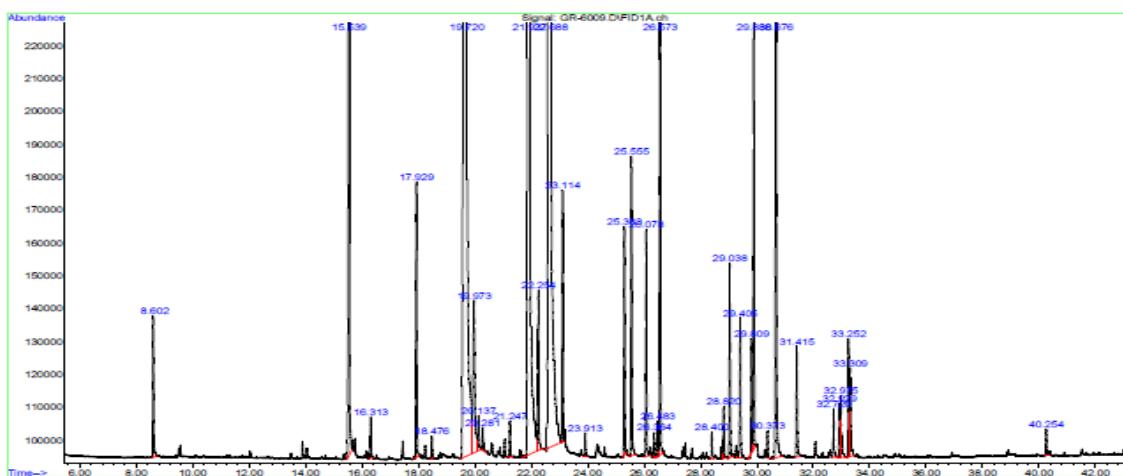
3. Résultats et discussion

3-1. Caractérisation de l'huile essentielle de *C. nardus* produite sur le plateau des Cataractes

L'analyse chromatographique des échantillons CN/Lkk et CN/Nkm B2 a permis d'identifier 32 constituants représentant 99,92 % et 99,47 % des huiles essentielles analysées ; tous les constituants ont été identifiés sauf 3, qui du reste ne sont présents qu'à l'état de traces (**Tableau 2, Figure 2**). Trois composés largement majoritaires avec des teneurs individuelles variant entre 11 et 48 % et 3 constituants mineurs avec des teneurs individuelles variant de 1 à 3 % constituent plus de 90 % de l'huile essentielle totale. Le chemotype de *C. nardus* type java acclimaté à Loukoko est très proche de celui de *C. winterianus* d'Inde [32, 33].

Tableau 2 : Composition chimique des huiles essentielles des échantillons de *C. nardus* étudiées

N°	RIc	RLit	Constituants	CN/Lkk	CN/Nkm B2
1	1028	1024	Limonène	3,07	2,76
2	1100	1004	Mentha-1(7),8-diène	0,53	0,50
3	1150	1145	Isopuléadol	0,89	1,05
4	1156	1154	Citronellal	43,70	44,29
5	1160	-	iso Isopuléadol	0,59	0,52
6	1171	-	néo-isol Isopuléadol	-	0,11
7	1229	1228	Citronellol	10,55	11,38
8	1240	1235	Néral	0,44	0,45
9	1254	1255	Géraniol	23,00	22,98
10	1261	-	NI	0,31	0,31
11	1270	1264	Géranial	0,60	0,54
12	1343	-	NI	0,20	0,20
13	1349	1350	Acétate de citronellyle	1,76	1,33
14	1353	1356	Eugénol	0,90	0,69
15	1378	1379	Acétate de geranyle	2,42	1,50
16	1381	-	NI	0,12	0,12
17	1383	1387	β -Bourbonène	0,12	0,10
18	1389	1389	β -Elémène	1,51	1,52
19	1456	1452	α -Humulène	0,07	0,08
20	1475	1478	γ -Humulène	0,14	0,15
21	1481	1484	Germacrène-D	1,48	1,30
22	1498	-	β -Cadinène	0,43	0,44
23	1508	1508	Germacrène-A	0,29	0,29
24	1513	1513	γ -Cadinène	0,33	0,30
25	1518	1522	δ -Cadinène	1,56	1,58
26	1537	1537	α -Cadinène	0,08	0,08
27	1550	1549	Elémol	2,70	2,71
28	1578	1630	γ -Eudesmol	0,54	0,59
29	1634	1638	épi α -cadinol	0,23	0,24
30	1646	1644	α -Murolol	0,35	0,40
31	1658	1652	α -Eudesmol	0,88	0,84
32	1676	-	NI	0,13	0,12
Total				99,92	99,47

**Figure 2 :** Chromatogramme type de l'huile essentielle de *C. nardus* produite sur le plateau des Cataractes au Campus Rural de Loukoko (CN/Lkk)

3-2. Cinétique de l'extraction de l'huile essentielle de *C. nardus* au laboratoire

Les résultats obtenus pour 3 échantillons étudiés sont reportés dans le **Tableau 3** et représentés sur la **Figure 3**.

Tableau 3 : *Cinétiques d'extraction en vapo- hydrodistillation au laboratoire d'huile essentielle de C. nardus*

Temps t (min)	10	20	30	40	50	60	90	120	150
Y _t % (CN/Lkk)*	0,44	0,96	1,25	1,40	1,51	1,65	1,94	2,18	2,30**
Y _t % (CN/Nkm) B2*	0,51	0,96	1,34	1,55	1,70	1,84	2,16	2,44	2,50**
Y _t % (CN/Nkm) B3*	0,53	1,03	1,45	1,66	1,83	1,95	2,23	2,49	2,59**

* en g HE/100 g d'échantillon ; ** Y_{∞} (en première approximation).

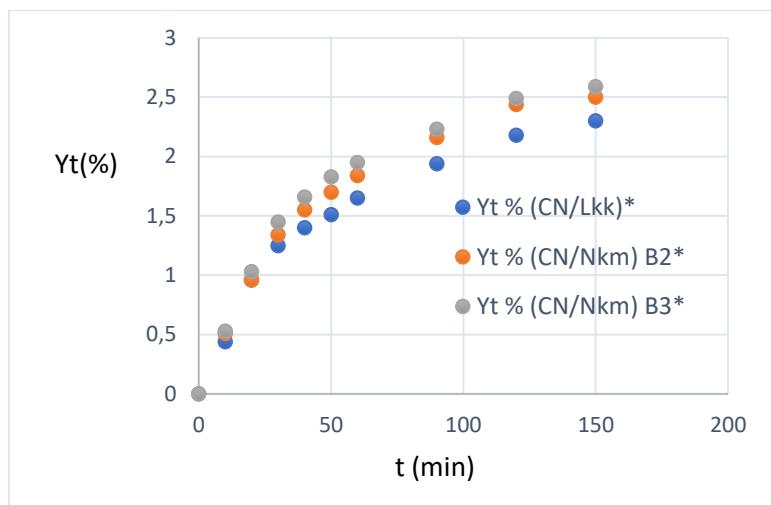


Figure 3 : *Cinétiques d'extraction au laboratoire des huiles essentielles de C. nardus [Y_t = f(t)]*

Les courbes de la **Figure 3** présentent 2 phases : (i) une première phase d'augmentation rapide et régulière de la quantité d'huile essentielle extraite, suivie, (ii) d'une deuxième phase de ralentissement du processus pour tendre progressivement vers la quantité maximale d'huile essentielle extractible.

3-3. Essai de modélisation de l'extraction par vapo-hydrodistillation, à l'échelle du laboratoire, de l'huile essentielle de *Cymbopogon nardus* acclimatée sur le plateau des Cataractes

La courbe $Y_t = f(t)$ de la **Figure 4** présente une rupture de pente après 40 min de distillation traduisant, comme en cinétique formelle, un changement de mécanisme au cours de l'extraction. Ce constat valide un processus en deux étapes [1, 14, 34] : une première étape d'extraction par lavage et une deuxième étape d'extraction intervenant après la diffusion du soluté dans la matrice végétale [35, 36].

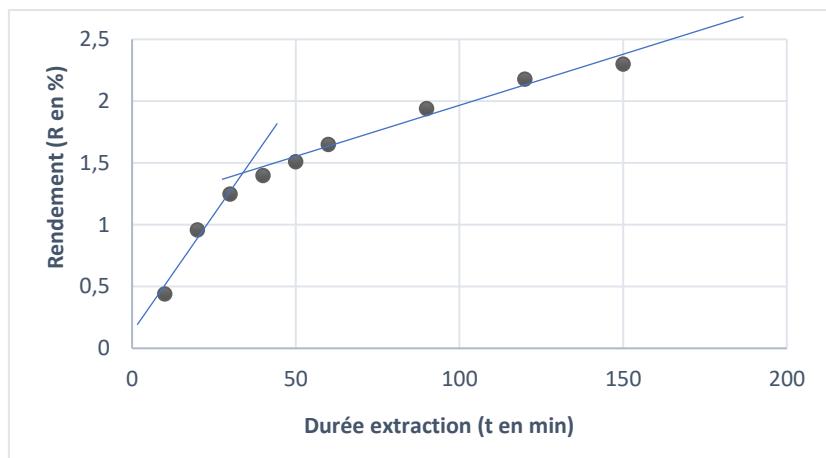


Figure 4 : Courbe d'extraction de l'huile essentielle par vapo-hydrodistillation

L'approximation de Xavier et al, permet de calculer k_1 la constante d'ordre 1 de vitesse de l'étape de lavage [37], celle Stanejovic et al. permet de calculer k_2 , constante d'ordre 1 de l'étape de diffusion [38] (pentes des droites de la **Figure 4, Tableau 4**).

Tableau 4 : Constantes cinétiques des étapes de lavage et de diffusion du procédé d'extraction de l'huile essentielle de *C. nardus*

Echantillons	Lavage k_1 (min^{-1})	Diffusion k_2 (min^{-1})	Rapport k_1/k_2
<i>C. nardus</i> (CN/Lkk)	0,0405	0,0098	4
<i>C. nardus</i> (CN/Nkm B2)	0,0350	0,0105	3
<i>C. nardus</i> (CN/Nkm B3)	0,0381	0,0093	4

L'étape de lavage se déroule 3 à 4 fois plus vite que l'étape de diffusion. Ce qui correspond à un faible niveau de destruction des cellules au cours des opérations préliminaires. Nous avons commencé par tester le modèle pseudo premier ordre de Milojevic qui est le cas le plus simple et le plus rencontrés dans la littérature [25].

3-3-1. Test du modèle du premier ordre.

Un modèle cinétique du 1er ordre obéit à l'**Équation** $\ln(1/(1-y)) = kt$ et conduit à une droite de pente k , la constante cinétique. La **Figure 5 (Tableau 5)** présente, pour les 3 échantillons étudiés, des droites de régressions quasi parfaites avec des coefficients de détermination $R^2 > 0,98$, les 90 premières minutes de distillation. Ces coefficients baissent à 0,94-0,97 lorsque l'on poursuit l'extraction jusqu'à 120 minutes. Les résultats obtenus valident, avec une très grande probabilité le modèle du pseudo premier ordre de Milojevic, qui postule l'absence une étape de lavage. Les pentes de droites de régression fournissent les valeurs des constantes cinétiques : $0,022 - 0,027 \text{ min}^{-1}$.

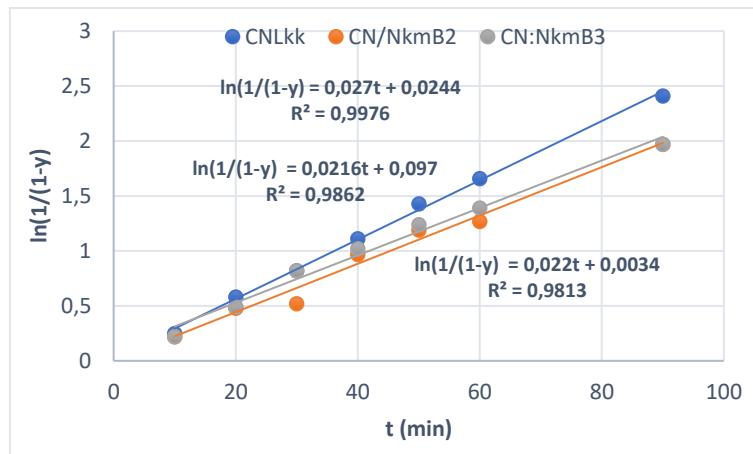


Figure 5 : Droites de validation du modèle du pseudo premier ordre de Milojevic pour *C. nardus* acclimatée sur le plateau des Cataractes

Tableau 5 : Données pour les tests de modèles explicatifs du mécanisme d'extraction au Laboratoire de l'huile essentielle des échantillons de *Cymbopogon nardus*

<i>C. nardus</i> (CN/Lkk)									
t (min)	10	20	30	40	50	60	90	120	150
1/t	0,1	0,05	0,033	0,025	0,020	0,017	0,011	0,008	0,007
Y _t (g /100 g)	0,44	0,96	1,25	1,40	1,51	1,65	1,94	2,18	2,30
y = m _t /m _∞	0,19	0,42	0,54	0,61	0,66	0,72	0,84	0,95	1,00
1/Y _t	2,27	1,04	0,80	0,71	0,66	0,61	0,52	0,46	0,43
1/y	5,26	2,38	1,85	1,64	1,52	1,39	1,19	1,05	1,00
t/y	52,63	47,62	55,56	65,56	75,76	83,33	107,14	126,32	150,00
ln (1/(1-y))	0,25	0,58	0,82	1,11	1,43	1,66	2,41	4,61	-
(1/Y _t)=f(1/t) *	$1/Y_t = 13,73t + 0,36 ; R^2 = 0,993$								
(t/y)=f(t) **	$(t/y) = 0,75t + 37,47 ; R^2 = 0,989$								
<i>C. nardus</i> (CN/Nkm B2)									
t (min)	10	20	30	40	50	60	90	120	150
1/t	0,1	0,05	0,033	0,025	0,020	0,017	0,011	0,008	0,007
Y _t (g /100 g)	0,51	0,96	1,34	1,55	1,70	1,84	2,16	2,44	2,50
y = m _t /m _∞	0,20	0,39	0,54	0,62	0,68	0,73	0,86	0,97	1,00
1/Y _t	1,96	1,05	0,75	0,65	0,59	0,54	0,46	0,41	0,40
1/y	5,00	2,56	1,85	1,61	1,47	1,34	1,16	1,03	1,00
t/y	50,00	51,23	55,56	64,52	73,53	89,50	104,65	137,71	150,00
ln (1/(1-y))	0,22	0,48	0,52	0,97	1,19	1,27	1,97	3,50	-
(1/Y _t)=f(1/t) *	$1/Y_t = 16,71t + 0,254 ; R^2 = 0,996$								
(t/y)=f(t) **	$(t/y) = 0,78x + 36,79 ; R^2 = 0,984$								
<i>C. nardus</i> (CN/Nkm B3)									
t (min)	10	20	30	40	50	60	90	120	150
1/t	0,1	0,05	0,033	0,025	0,020	0,017	0,011	0,008	0,007
Y _t (g /100 g)	0,53	1,03	1,45	1,66	1,83	1,95	2,23	2,49	2,59
y = m _t /m _∞	0,20	0,40	0,56	0,64	0,71	0,75	0,86	0,96	1,00
1/Y _t	1,89	0,97	0,69	0,60	0,55	0,51	0,45	0,40	0,39
1/y	5,00	2,50	1,79	1,56	1,41	1,33	1,16	1,04	1,00
t/y	50,00	50,00	53,57	62,50	70,42	80,00	104,65	125	150,00
ln (1/(1-y))	0,22	0,49	0,82	1,02	1,24	1,39	1,97	3,22	-
(1/Y _t)=f(1/t) *	$1/Y_t = 16,00t + 0,235 ; R^2 = 0,990$								
(t/y)=f(t) **	$(t/y) = 0,76 + 35,08t ; R^2 = 0,991$								

m_t = masse d'huile essentielle extrait à l'instant t ; m_∞ = masse d'huile essentielle extraite à l'instant t_∞ (fin extraction); $y_t = m_t/m_\infty = 0,20 = 20\% = 20\text{ g}/100\text{ g}$, * validation modèles Langmuir et Monod; ** validation modèle Peleg.

Amenaghawon *et al.* trouvent une droite et évaluent k à $0,045 \text{ min}^{-1}$, pour la distillation à la vapeur d'eau de 100 g lemongrass (*Cymbopogon ssp.*) qu'il considèrent comme la constante cinétique de pseudo 1^{er} ordre correspondant à l'étape de vaporisation des huiles essentielles dans la matrice végétale au cours du procédé d'extraction [15]. De même Thanh *et al.* valident ce modèle avec un coefficient de détermination $R^2 = 0,9426$ et une constante cinétique $k = 0,024 \text{ min}^{-1}$ pour la distillation à la vapeur d'eau de 9,5 kg de lemongrass, traduisant, selon eux, la vaporisation de l'huile essentielle dans la matrice végétale [17] alors que Milojevic obtient des valeurs de $k = 0,069 - 0,090 \text{ min}^{-1}$ pour *C. citratus*, au laboratoire [1]. Mejri *et al.* travaillant sur l'hydrodistillation de 50 g de *Ruta chalepenis* trouvent pour une cinétique du 1^{er} ordre : une constante cinétique de $k = 0,0266 \text{ min}^{-1}$ et un coefficient de détermination $R^2 = 0,89$ qu'ils jugent non satisfaisant [14]. Par ailleurs, on est frappé par la très bonne corrélation linéaire que donne la fonction inverse : $1/Y_t = f(1/t)$, pour l'ensemble des échantillons étudiés (**Tableau 5, Figure 6**).

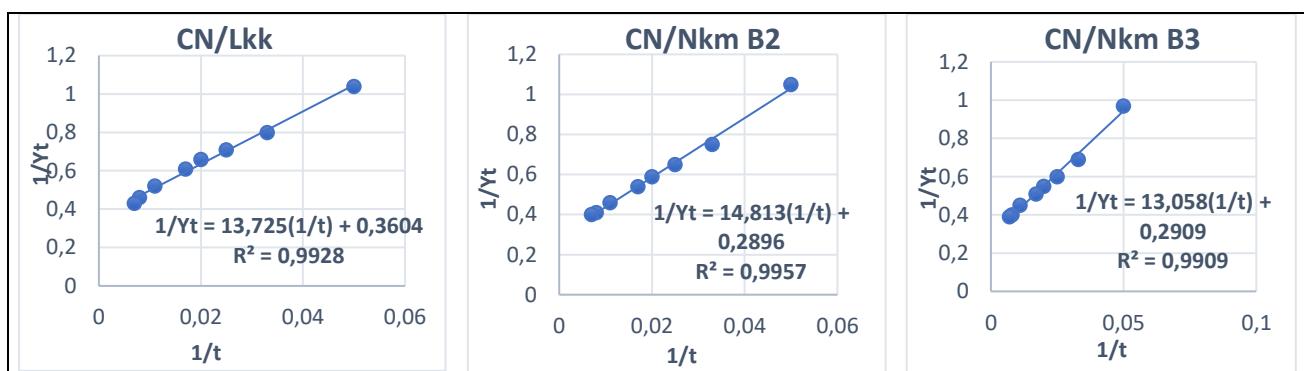


Figure 6 : Droite de corrélation $(1/Y_t) = f(1/t)$ pour les échantillons CN/Lkk, CN/Nkm B2, CN/Nkm B3

Ce constat nous a orienté vers le test des modèles de sorption de l'humidité de Peleg, des isothermes d'adsorption des gaz de Langmuir, le modèle enzymatique et de Monod et conduisant à des inverses de courbe d'extraction.

3-3-2. Test du modèle de Peleg

On postule une évolution de la vitesse du phénomène qui suit une loi de type :

$$C_t = C_0 \pm t/(K_1 + K_2 t) \quad (13)$$

avec, \pm : sorption, adsorption (+) et désorption, (-) ; C_t : concentration ou masse HE extraite à l'instant t ; C_∞ : concentration ou masse de HE extraite à t_∞ ; $C_0 = 0$: la masse HE extraite à $t = 0$; K_1 : constante cinétique d'extraction ordre 1, K_2 constante capacité d'extraction reliée à l'équilibre en fin de processus [38]. Si l'on pose : $y = (C_t - C_0)/(C_\infty - C_0)$ on déduire $y = C_t/C_\infty$ et finalement on peut écrire l'**Équation de départ** sous sa forme linéarisée suivante :

$$t/y = K_1 + K_2 t \quad (14)$$

C'est cette dernière équation qui est utilisée pour tester le modèle ; $t/y = f(t)$ est une droite de pente $= K_2$, constante de capacité de Peleg en concentration⁻¹, d'ordonnée à l'origine $= K_1$ constante cinétique de Peleg en $t \cdot \text{C}^{-1}$. Les courbes (**Figure 7**) construites sur les données du **Tableau 5** conduisent à des droites ($R^2 = 0,989$; $0,984$ et $0,991$) et de pente K_1 ($0,75$; $0,78$ et $0,76 \text{ min. \%}^{-1}$) et la constante de Peleg K_2 ($37,47$; $36,79$ et $35,08 \text{ \%}^{-1}$). De ces constantes on déduit la constante cinétique de vapo hydrodistillation $k = K_2/K_1$ ($0,0200$; $0,0212$ et $0,0215 \text{ min}^{-1}$). Les 3 échantillons étudiés valident le modèle de Peleg. On déduit les temps de demi-vie suivants $t_{1/2}$: 32 - 35 min. On peut ainsi estimer la durée de l'extraction à $5t_{1/2} = 175$ min.

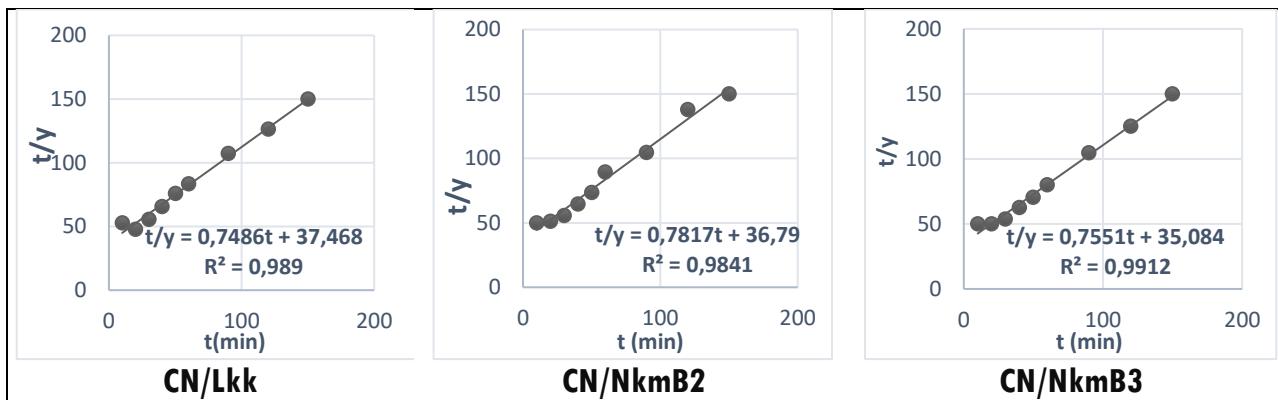


Figure 7 : Courbes $t/y = f(t)$ du modèle Peleg pour l'extraction par vapo-hydodistillation au laboratoire de *C. nardus* de Nkama

3-3-3. Test du modèle de Langmuir

Les courbes $1/Y_t = f(1/t)$ donnent des droites avec un coefficient de détermination de 0,993 pour CN/Lkk ; de 0,996 pour CN/Nkm B2 et de 0,990 pour CN/Nkm B3, validant ainsi les modèles de Langmuir pour les résultats sur les 3 échantillons de *C. nardus*. Les pentes b/Y_{max} de ces droites sont respectivement de $13,73 \text{ min}^{-1}$, $14,81 \text{ min}^{-1}$ et $13,06 \text{ min}^{-1}$ et les ordonnées à l'origine conduisent à Y_{max} de : 2,78 ; 3,44 et 3,45 % (**Tableau 5**). Ces résultats, qui concordent entre eux, ont des valeurs légèrement inférieures à celles obtenues par Babu et Singh sur *Eucalyptus cinerea* mais restent dans le même ordre de grandeur avec une pente b/Y_{max} de $25,51 \text{ min}^{-1}$ et une ordonnée à l'origine Y_{max} de 3,4 % [11].

3-3-4. Test du modèle de Monod

Ce modèle est également validé par la droite $1/Y_t = f(1/t)$. Les résultats obtenus sur *C. nardus* acclimatée sur le plateau des Cataractes (**Tableau 6**) concordent entre eux et sont du même ordre de grandeurs que ceux obtenus par Mejri *et al.* sur *Ruta chalepensis* [31].

Tableau 6 : Valeurs des paramètres du modèle de Monod pour l'extraction de l'huile essentielle de *C. nardus*

Echantillons	$1/Y_{max}$	Y_{max}	K_m/Y_{max}	K_m	R^2	*Taux d'extraction
<i>C. nardus</i> (CN/Lkk)	0,36	2,78	13,73	30,17	0,993	83
<i>C. nardus</i> (CN/Nkm B2)	0,25	3,44	14,81	50,95	0,996	73
<i>C. nardus</i> (CN/Nkm B3)	0,24	3,45	13,06	45,06	0,990	75
<i>Ruta chalepensis</i> **	-	7,69	10,40	80,28	0,99	-

*Taux d'extraction (%) = $(Y_{150}/Y_{max})100$; **Moyenne sur 6 échantillons [30]

Ce traitement graphique qui nous permet de confirmer l'extraction en deux étapes nous permet également d'évaluer le rendement maximum d'extraction et ainsi estimer le taux d'extraction de procédé.

3-4. Modélisation de la cinétique d'extraction de l'huile essentielle de *C. nardus* par vapo-hydrodistillation à l'échelle pilote

3-4-1. Données cinétiques

Nous avons suivi, avec un distillateur pilote, pendant 6 h, l'extraction par vapo-hydrodistillation de l'huile essentielle à partir de 30 kg de feuilles de *C. nardus* acclimatée sur le plateau des Cataractes. Les résultats obtenus, ainsi que les grandeurs utilisées dans les tests des modèles ont été regroupés dans le **Tableau 7**.

Tableau 7 : Résultats de la cinétique d'extraction à l'échelle pilote de l'huile essentielle des échantillons *C. nardus* du bloc 3 (CN/Nkm B3) du champ expérimental de Nkama

Temps : t(h)	1	2	3	4	5	6
1/t	1	0,5	0,33	0,25	0,20	0,1
Y_t (% , mL/100g)	1,00	1,43	1,73	2,02	2,23	2,25
$1/Y_t$	1,00	0,70	0,58	0,50	0,45	0,44
$y = Y_t / Y_{\max}$	0,44	0,64	0,77	0,90	0,99	1,00
$1-y$	0,56	0,36	0,23	0,10	0,01	0,00
$1/(1-y)$	1,79	2,78	4,35	10,00	100,00	-
$\ln(1/(1-y))$	0,58	1,02	1,47	2,30	4,61	-
$1/y$	2,27	1,56	1,30	1,11	1,02	1,00
t/y	2,26	3,13	3,90	4,44	5,05	6,29

$Y_{\max} = 2,25$ (en première approximation).

La courbe d'extraction de la **Figure 8** présente bien un début de palier qui peut être considéré comme la limite d'extraction de l'appareil. On assimile cette limite au rendement pratique d'extraction au temps infini (t_∞). Ce rendement expérimental, évalué par extrapolation est de 2,25mL/100g et se note Y_{\max} .

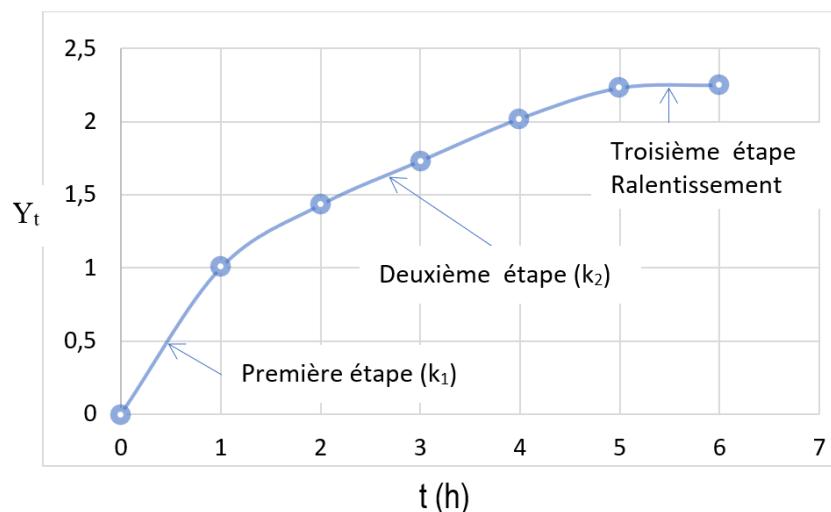


Figure 8 : Courbe, $Y_t = f(t)$ d'hydrodistillation de feuille de *C. nardus* (CN/Nkm B3) sur distillateur pilote ESTc (300 L)

On distingue également les deux étapes du processus d'extraction avec la rupture de pente après 1 h de distillation. Nous retrouvons là, le comportement déjà observé à l'échelle du laboratoire. Par contre les résultats obtenus ne valident pas le modèle que pseudo premier ordre de Milojevic.

3-4-2. Test du modèle de Peleg

Les données du **Tableau 8** qui conduisent à la **Figure 9** montrent que $t/y = K_1 + K_2 t$, est une droite ($R^2 = 0,9853$) de pente $k_1 = 0,76 \text{ h.}\%^{-1}$ et d'ordonnée à l'origine $K_2 = (t/y)_0 = 1,53 \%\text{}$. On déduit la constante cinétique de vapo hydrodistillation $k = K_2/K_1 = 2,01 \text{ h}^{-1}$ et $t_{1/2} = 0.693/2.01 \text{ h} = 0.35 \text{ h}$. On peut estimer la durée de l'extraction à 5 $t_{1/2} = 1.72 \text{ h}$.

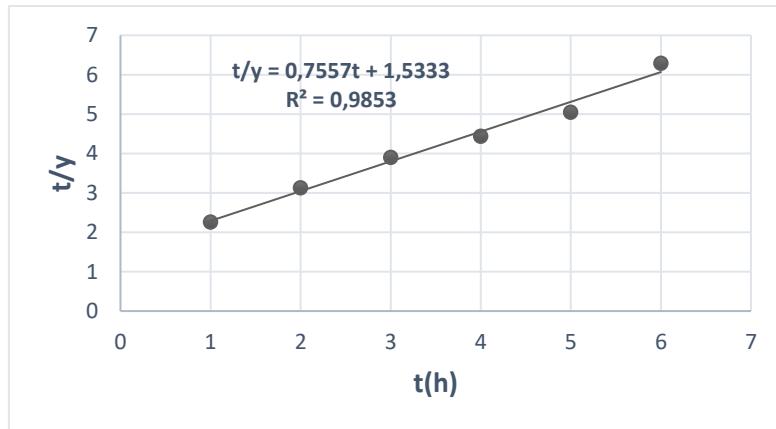


Figure 9 : Courbe, $t/y = f(t)$ d'hydrodistillation de feuille de *C. nardus* sur distillateur pilote ESTc (300 L)

3-4-3. Tests des modèles de Monod et de Langmuir

Ces 2 modèles conduisent à des inverses linéarisés de même type :

$1/Y_t = (K_m/Y_{\max}) \cdot (1/t) + (1/Y_{\max})$ et $1/Y_t = (b/Y)(1/t) + 1/Y$ et donc à une même représentation des résultats expérimentaux (**Tableau 8, Figure 10**).

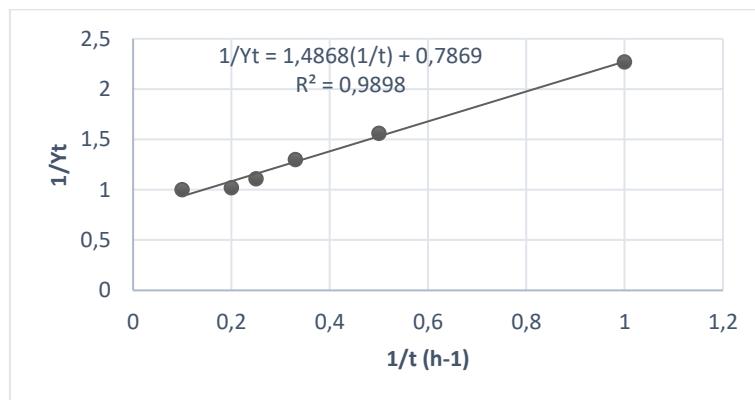


Figure 10 : Courbe, $1/Y_t = f(1/t)$ d'hydrodistillation de feuille de *C. nardus* sur distillateur pilote ESTc (300 L)

La **Figure 10** indique que $1/Y_t = f(1/t)$ est une droite : l'extraction à l'échelle pilote de l'huile essentielle de *C. nardus* se passe selon le modèle de Monod avec $R^2 = 0,989$ conduisant par son ordonnée à l'origine $1/Y_{\max} = 0,3524$ conduit à $Y_{\max} = 1/0,3524 = 2,84 \%$, qui représente le rendement en huile essentielle extraite au temps infini (t_∞) ; sa constante cinétique est $K_m = 1,86 \text{ h}^{-1}$. Sachant que le rendement maximal expérimental obtenu est de 2,25 %, le taux d'extraction du distillateur est de $(2,25/2,84)100 = 79,2 \%$. Avec le modèle de Langmuir, $1/Y_t = (b/Y_{\max})(1/t) + 1/Y_{\max}$ conduit à une droite ($R^2 = 0,989$) de pente $b/Y_{\max} = 1,86 \text{ h}^{-1}$ et d'ordonnée à l'origine $1/Y_{\max} = 0,35$ soit $Y_{\max} = 2,84 \%$ (taux d'extraction : $(2,25/2,84)100 = 79,2 \%$). Ces valeurs constituent une très bonne performance pour une extraction, à l'échelle artisanale et en milieu paysan.

4. Conclusion

L'extraction de *C. nardus* par vapo-hydrodistillation a été réalisée aussi bien au laboratoire avec un ballon de 5 L contenant 200 g de matière végétale et 2,5 L d'eau qu'en atelier pilote sur un distillateur de type artisanal d'une capacité de 300 L, contenant 30 kg de matière végétale et 80 L d'eau. Au laboratoire la courbe de variation du rendement en huile essentielle extraite en fonction du temps permet de distinguer deux périodes : l'accumulation régulière de l'huile essentielle extraite, suivie d'un ralentissement asymptotique qui conduit à la fin du processus. La période d'augmentation régulière de la quantité d'huile essentielle extraite se décompose en 2 segments de droite de pentes différentes. Cette rupture de pente accrédite l'hypothèse d'un mécanisme en deux étapes correspondant respectivement, selon un certain nombre d'auteurs au lavage de l'huile essentielle dans les cellules brisées au cours de l'extraction et à la diffusion moléculaire de l'huile essentielle à partir des cellules restées intactes, selon l'approche phénoménologique. Alors qu'au laboratoire le mécanisme le plus plausible pour décrire l'extraction de *C. nardus* acclimatée sur le plateau des Cataractes au Congo-Brazzaville est le modèle du pseudo premier ordre, en extraction à l'échelle pilote, ce sont les modèles de Peleg, de Langmuir et de Monod qui sous-tendent les mécanismes les plus probables.

Remerciements

Les auteurs remercient l'Ecole Supérieure de technologie des Cataractes (ESTc) pour la mise à disposition du matériel végétal et de la logistique d'extraction.

Références

- [1] - S. Z. MILOJEVIC, D.B. RADOSAVLJEVIC, V. P. PAVICEVIC, S. PEJANOV et V. B. VELJKOVIC, Modeling the kinetics of essential oils from plant materials, *Hem. Ind.*, (2013) 843 - 850
- [2] - K. P. SVOBODA, Secretory structures of Aromatic and medicinal plant, Microscopix Publications. Powys, UK.4, (2000)
- [3] - C. H. CHAN, R. YUSOFF, G. C. NGOH, Modeling and kinetics study of conventional and assisted batch solvent extraction, *Chemical Engineering Research and Design*, 92 (2014) 1169 - 1186
- [4] - L. STANOJEVIC, M STANKOVI, M. CAKIC, L. NIKOLIC, D. ILIC et RADULOVIC, The effect of hydrodistillation techniques on yeild, kinetics, composition and anti microbial activity of essential from flowers of *Lavandula officinal L*, *Hem. Ind.*, 65 (2011) 455 - 463
- [5] - D. VELICKOVIC, M. RISIC, D. STOJILKOVIC, Kinetics for obtaining the essential oil by different technical procedures from flowers, leaves stems of sage (*Salvia officinalis*). *Lek. Sirov.*, (2001) 67 - 72
- [6] - M. T. GOLMAKANI et K. REZAEL, Comparison of microwaves assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris*, *J. Food Chem.*, 109 (2008) 925 - 930
- [7] - H. B. SOWBHAGYA, S. R. SAMPATHU et N. KRISHNAMURTHY, Evaluation of size reduction on the yield of celery seed oils, *J. Food Eng.*, 80 (2007) 1255 - 1260
- [8] - E. CASSEL, R. M. F. VARGAS, N. MARTINEZ, D. LORENZO et E. DELLACASSA, Steam distillation modeling for essential oil extraction process, *Industrial Crops Products*, 29 (2009) 171 - 176
- [9] - D. C. AMMANN HINZ, R. S. ADDLEMEN, C. M. WAI et B. W. WENCLAWIAK, Super heated water extraction, steam distillation and SFE of pipermint oil Fresenius, *J. Anal. Chem.*, 364 (1999) 650 - 653

- [10] - J. KABUBA, Development of mathematical model extraction for extraction process of essential oils from Eucalyptus leaves; *International Conference on Chemical Mining and Metallurgical Engineering* (CMME 2013). November 27-28 Johannesburg South Africa, (2013)
- [11] - G. D. K. BABU et B. SINGH, Simulation of *Eucalyptus cinerea* oil distillation : A study on optimization of 1,8- cineole production. *Biochem. Eng. J.*, 44 (2009) 226 - 231
- [12] - E. CASSEL and R. M. F. VERGAS, Experiments and modeling of the the *Cymbopogon winterianus* essential oil extraction by steam distillation, *Journal of the Mexican Chemical Society*, 50 (3) (2006) 126 - 129
- [13] - E. N. FARHANA, N. A. LUTFI, F. M. ATAN, N. A. RAHMAN, S. F. SALLEH et N. A. WAHAB, Study on distillation. *Journal of Applied Sciences & Process Engineering*, 31 (2016) 1 - 16
- [14] - V. K. KOUL B. M. GANDOTRA, S. KOUL, S. GHOSH, C. L. TIKOO et A. K. GUPTA, Steam distillation of lemon grass (*Cymbopogon* spp.). *Indian Journal of Chemical Technology*, 11 (2004) 135 - 139
- [15] - N. A. AMENAGHAWON, K. E. OKHUELEIGBE, S. E. OGBEIDE and C. O. OKIEIMEN, Modelling the kinetics of steam distillation of essential oils from lemon grass (*Cymbopogon* spp) *International Journal of Applied Science and Engineering*, 12 (2) (2014) 107 - 115
- [16] - M. A. DESAI, J. PARIKH et A. K. DE, Modelling and optimization studies on extraction of lemongrass oil from *Cymbopogon flexuosus* (Steud.) Wats. *Chemical Engineering Research and Design*, 92 (2014) 793 - 803
- [17] - N. D. B. THANH, T. H. DUC et N. T. DUNG. Kinetics and modeling of oil extraction from Vietnam lemongrass by steam distillation *Vietnam Journal of Science and Technology*, 55 (5A) (2017) 58 - 65
- [18] - A. KUBATOVA, B. JANSEN, J. F. VAUDOISOT et S. B. HAWTHORNE, Thermodynamic and kinetic models for the extraction of the essential oils from savory and polycyclic hydrocarbons from soil with hot (subcritical) water and super critical CO₂. *Chromatogr. J. A*, 975 (2002) 175 - 188
- [19] - H. SOVOVA et S. A. ALEKSOVSKI, Mathematical model for hydrodistillation of essential oils. *Flavour and Fragrance Journal*, 21: 881 - 889
- [20] - S. Z. MILOJEVIC, T. D. STOJANOVIC, R. PALIV, M. L. LAZIC and V. B. VELJKOVIC, Kinetics of distillation of essential oil from comminuted ripe Jupiter (*Juniperus communis* L.) berries, *Biochemical Engineering Journal*, 39 (2008) 547 - 553
- [21] - C. BAOU ANDEOUENE, H. MANISSA, T. SILOU et J. C. CHALCHAT, Pilot scale modeling of biomass and essential oil production from *Cymbopogon nardus* (L.) Rendle acclimatized on the "Plateau des Cataractes" in Congo-Brazzaville *J. Mater. Environ. Sci.*, 11 (8) (2020) 1315 - 1331
- [22] - R. P. ADAMS, Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectroscopy ; Allured Publishing Corporation, Carol Stream, IL , USA, (1995)
- [23] - NIST National Institute of Standards and Technology, PC version 1.7 of the NIST/EPA/NIH *Mass Spectra library*, Perking-Elmer Norwalk, CT, NIS Chemistry WebBook NIST Standard, (1999)
- [24] - W. A. KÖNIG, D. H. HOCHMUTH and D. JOULAIN, *Terpenoids and Related Constituents of Essential Oils*. Library of MassFinder 2.1. University of Hamburg, Institute of Organic Chemistry : Hamburg, Germany, (2001)
- [25] - I. A. A. MEZIANE, N. BALI, N. B. BELBLIDIA, N. ABATZOGLOU et E-H. BENYOUSSEF, The first-order model in the simulation of essential oil extraction kinetics, *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*, (2019), doi: <https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2019.100226>
- [26] - N. S. PUNEKA, Enzymes: Catalysis, Kinetics and Mechanisms Springer Nature Singapore Pte Ltd., (2018) <https://doi.org/10.1007/978-981-13-0785-0>
- [27] - S. SEPIDAR, Z. A. ZURINA, Y. ROBIAH and M. AZHARI, Extraction of oil from Jatropha seeds-optimization and kinetics, *American Journal of Applied Sciences*, 6 (7) (2009) 1390 - 1395
- [28] - A. BUCIC KOJIC, P. MIRELA, T. SRECKO, B. MATE and V. DARKO, Study of solid-liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds. *Journal of Food Engineering*, 81 (2007) 236 - 242
- [29] - M. PELEG, An Empirical model for description of moisture sorption curves, *Journal of Food Science*, 53 (4) (1988) 1216 - 1219

- [30] - T. Y. PENG, M. M. DON et M. A. TAHREL, Optimisation and kinetics studies on the extraction of essential oil from *Zingiber cassumunar*, *Journal of physical Science*, 23 (1) (2012) 65 - 82
- [31] - J. MJERI, I. CHAKROUN, M. ABDERRABA et MEJRI, Study of hydro-distillation process of *Ruta chalpensis* L essential Oil, *Research Journal of Agriculture and Environmental Management*, 3 (4) (2014) 311 - 518
- [32] - A. AKHILA (ed), Essential oils bearing grasses. The genus cymbopogon. Medicinal and aromatic Plant industrial Profiles. CRC Press, Taylor and Francis Group. Boca Raton, London, New York (2010)
- [33] - R. C. PADALIA, R. S. VERMA, C. S. CHANOTIYA and C. S. YADAV C. S. , Chemical fingerprinting of fragrant volatiles of nineteen indian cultivar of *Cymbopogon* Spreng (poaceae), *Rec. Nat. Prod.*, 5 (4) (2011) 290 - 299
- [34] - N. BOUSBIA, Extraction des huiles essentielles riches en anti oxydants à partir de produits naturels et co-produits agroalimentaires, Thèse Université d'Avignon, France, (2011)
- [35] - A. PATRICELLI, A ASSOGNA, A CASALAINA, E EMMI et G. SODINI, Fattori che influenzano l'estrazione dei lipidi da semi decorticati di girasole, *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 56 (1979) 136 - 142
- [36] - GC SO, Macdonald. Kinetics of oil extraction from canola (rapeseed), *Can J. Eng.*, 64 (1986) 80 - 86
- [37] - V. B. XAVIER, R. M. F. VARGAS, E. CASSEL, A. M. LUCAS, M. A. SANTOS, C. A. MONDIN, E. R. SANTAREM, L. V. ASTARITA et T. SARTOR, Mathematical modelling for extraction of essential oil from *Baccharis* spp by steam distillation. *Industrial Crops and Productions*, 33 (2011) 599 - 604
- [38] - L. STANOJEVIC, M. STANKOVI, M. CAKIC, L. NIKOLIC et D. ILIC RADULOVIC, The effect of hydrodistillation techniques on yeild, kinetics, composition and antimicrobial activity of essential from flowers of *Lavandula officinal* L, *Hem, Ind*, 65 (2011) 455 - 463