

Huitièmes Journées internationales Huiles essentielles, Digne-les-Bains, 31 août, 1^{er} et 2 septembre 1989. Production des matières végétales aromatiques.

Y. LOZANO*

Comme chaque année, les Journées internationales des Huiles essentielles ont eu lieu à Digne-les-Bains. Ces huitièmes journées se sont tenues dans l'amphithéâtre du centre culturel P. Gassendi du 31 août au 2 septembre 1989.

Nous rapportons ici, pour les lecteurs de FRUITS, les faits les plus marquants qui ont illustré ces journées.

Le thème abordé concernait les productions des matières végétales aromatiques : fabrication, composition et utilisation de leurs divers extraits. Les contributions ont été apportées soit sous forme d'exposés, soit sous forme d'affiches ou «posters» et soit aussi sous forme de démonstrations sur le terrain de matériel en cours d'opération.

Lors de la première session réservée aux techniques de fabrication et à l'étude des extraits, le Professeur CROUZET (USTL) nous a entretenu de l'application des biotechnologies dans le domaine des productions aromatiques. La bioconversion de précurseurs non actifs en substances actives peut être générée soit par action d'enzymes libres ou immobilisés, soit par fermentation au cours de laquelle les arômes sont le résultat du métabolisme secondaire de cellules microbiennes ou végétales. A titre d'exemple, *Ceratocystis moniformis* en présence d'une source de carbone est susceptible de donner un arôme : avec du dextrose on obtient celui de la banane, avec du galactose on produit un arôme rappelant celui des agrumes. Cependant, les quantités encore trop faibles produites dans ces conditions ne sont pas toujours justiciables d'une application industrielle.

La culture *in vitro* appliquée à la culture de la gentiane jaune permet d'obtenir des clones qui se révèlent différents au niveau de la qualité aromatique des extraits qui en sont tirés. Monsieur P. DESMARET (Sté Pernod Ricard) nous a montré à quel point cette technique de propagation peut

apporter des modifications dans la composition en composés amers de cette plante. De même, par transformation bactérienne avec *Agrobacterium rhizogenes*, on obtient des souches racinaires à croissance rapide dont l'analyse montre la présence d'amarogentine et l'absence de gentiopicroside.

Plusieurs techniques nouvelles d'extraction au niveau pilote ont été présentées. Elles semblent intéressantes à un double point de vue :

- elles ouvrent de nouvelles possibilités dans le domaine de l'extraction des composés aromatiques des plantes et des fruits ;

- elles permettent d'accéder à l'élaboration de produits nouveaux en une seule étape.

Monsieur LOO, de l'équipe du Professeur H. RICHARD (ENSIHA), a fait état de l'utilisation du CO₂ supercritique comme technique d'extraction des composés aromatiques. Il a montré comment la connaissance des données de l'équilibre entre le CO₂ et le soluté permet d'agir sur la qualité de l'extraction de la fraction aromatique, voire de la rendre plus sélective vis-à-vis de telle molécule aromatique. La modélisation du phénomène conduirait à une optimisation de l'extraction dans le sens choisi.

La chromatographie utilisant le CO₂ en phase supercritique (CPS), associée à une détection spectrophotométrique UV à 313 nm, présente un intérêt certain dans la séparation et le dosage des flavones polyméthoxylés et plus généralement des flavonoïdes dans les essences d'Hespéridées (A. GALLOIS et coll., INRA-Massy).

Mme CASADEBAIG, du laboratoire du Professeur JACOB (Pharmacie, Montpellier) a montré l'intérêt de l'application de la technique de l'osmose inverse sur membrane polyamide pour la concentration d'un extrait hydroalcoolique de romarin en vue d'en diminuer le degré al-

* - IRFA/CIRAD - Technologie - Domaine Saint Paul, B.P. 91
84143 MONTFAVET CEDEX

coolique de 70 à 7°. L'analyse des produits a mis en évidence une différence importante de comportement des composants de type hydrocarbure et de type oxygéné de l'extrait vis-à-vis de la membrane.

L'IRFA-CIRAD (Technologie, Montfavet) a présenté une étude sur le comportement des membranes minérales en alumine vis-à-vis des composés aromatiques du jus d'orange, au cours d'une opération de microfiltration en flux tangentiel du jus. L'analyse de l'espace de tête des produits issus de cette opération indique que ce type de membrane (diamètre de pores = 0,2 μm) est capable d'induire une concentration des composés aromatiques, même légers, dans le rétentat. Le filtrat, bactériologiquement stabilisé, renferme par contre des concentrations en nutriments hydrosolubles proches de celles notées dans le jus initial.

Une autre technique d'extraction, la turbodistillation, a été développée avec l'aide de l'ANVAR et a été expérimentée au CATAR au sein de l'Ecole nationale supérieure de Chimie de Toulouse (ENSCT) sur un pilote de la société Aroma-Process - Turboextracteur DCR.

Le principe est basé sur la combinaison d'un puissant dispositif de broyage en phase humide de la matière végétale suivi d'une distillation à reflux méthodique (figure 1). Le rapport massique plante/eau est l'un des paramètres importants qui intervient dans la conduite de l'installation. Le rendement en huiles essentielles se trouve lié de façon inverse-

ment proportionnelle au taux de chargement de l'appareil. Des résultats significatifs ont été obtenus en traitant par cette technique de la graine de céleri, de carotte, de la racine de livèche et les fruits de badiane de Chine.

La même équipe (F. PERINEAU) a présenté des résultats comparatifs d'extraction par solvants organiques de plantes aromatiques (violette, acacia, mimosa, vétyver ...) en vue d'obtenir des matières premières pour la parfumerie. Le pouvoir extractant du Forane 113 a été comparé, entre autres, à celui du benzène, de l'éthanol, de l'hexane.

Les micro-ondes interviennent aussi en tant que technique d'extraction des huiles essentielles. Des applications spécifiques à *Mentha piperita* L. ont été décrites. Monsieur J. PARE (CRDA, Canada) a montré que le traitement par micro-ondes du système glandulaire de la plante améliorait l'efficacité de l'extraction et la qualité de l'extrait. Une comparaison avec la technique traditionnelle d'entraînement à la vapeur a été présentée.

Il est évident que ces études se sont appuyées sur des techniques analytiques chromatographiques souvent sophistiquées. Ainsi, sur la base de la technique de l'espace de tête (head space) couplée à la CPG, certains conférenciers (I. FLAMENT, Firmenich SA, Genève ; C. BICCHI, Univ. Turin) ont montré comment il est possible de suivre la cinétique de l'évolution de l'émission aromatique des fruits et des fleurs. La détection peut être alors assurée par plusieurs détecteurs placés en sortie de colonne chromatographique.

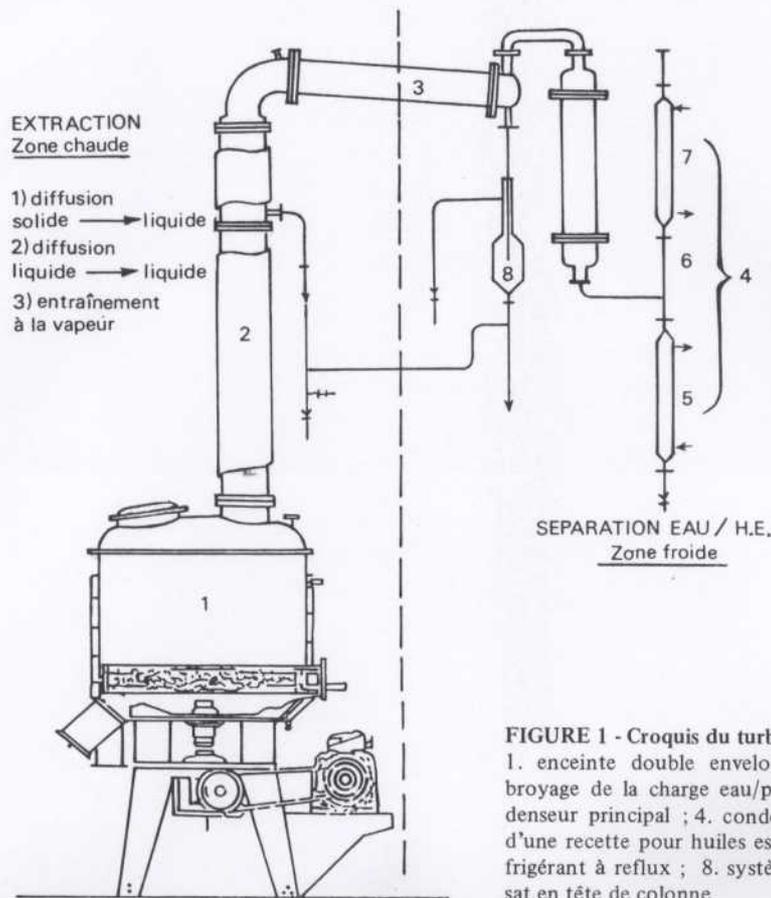


FIGURE 1 - Croquis du turboextracteur Aroma-Process.

1. enceinte double enveloppe équipée d'une pale d'agitation et de broyage de la charge eau/plante ; 2. colonne de distillation ; 3. condenseur principal ; 4. condenseurs secondaires ; 5. réfrigérant équipé d'une recette pour huiles essentielles ; 6. colonne à garnissage ; 7. réfrigérant à reflux ; 8. système de cohobage pour recyclage du condensat en tête de colonne.

Ceci permet une identification avec plus de sûreté et plus de précision. Une combinaison de colonnes de diverses polarités permet de réaliser des analyses multidimensionnelles, ce qui accroît les sélectivités et les qualités des séparations analytiques. L'utilisation de détecteurs comme le spectromètre de masse à séparation isotopique (GC-IRMS) permettrait de détecter des modifications dans les extraits naturels de vanille (VG Instruments SA).

Un certain nombre d'autres communications ont contribué à l'amélioration des connaissances sur diverses huiles essentielles. Il s'agit des extraits aromatiques de :

- basilic (Y. HOLM, Finlande),
- bergamote, mandarine (D. LAMPARSKY, Sté Givaudan),
- cade (J.C. CHALCHAT et coll., Univ. Clermont),
- camomille bleue du Maroc (B. BENJILALI et coll., Rabat/ENSIAA),
- épices et condiments «traditionnels» du Cameroun : Arnonacées (*Xylopi aethiopica*, *Xylopi parviflora*, *Monodora myristica*), Zingibéracées (*Aframomum danielli*, *Aframomum melegueta*, *Aframomum sulcatum*) (C. MENUT et coll., USTL/ENSCM/Sciences Yaoundé).
- houblon : *Humulus lupulus* L. (S.T. KATSIOSTIS et coll., Univ. de Lieden, Pays-Bas),
- iris (A. GUENET, Sanofi Bio-Industries),
- poireau et asafœtida (I. NOLEAU et coll., ENSIAA),
- santoline (Professeur M. DREBESY et coll., ESC Marseille),
- térébenthine extraite de *Pinus pinaster* (M. ROUZET et coll., Pharmacie Nantes).

La deuxième session portait sur l'aspect «productions végétales aromatiques». Les différentes présentations s'articulaient autour du thème mettant en relation les conditions agronomiques de culture, les modalités de la récolte et de la date de la coupe vis-à-vis de la qualité des extraits obtenus.

La menthe a fait l'objet d'un certain nombre de présentations. L'ONIPPAM (Office national interprofessionnel des Plantes à Parfum, aromatiques, médicinales) a brossé le tableau de la situation mondiale de cette production qui se caractérise par trois grands types de menthes :

- menthe arvensis et menthol de Chine et du Brésil,
- menthes poivrées des USA et de l'Europe de l'Est,
- menthes douces (spearmint) des USA et de Chine.

Les perspectives d'une production française de menthe sont à l'heure actuelle étudiées par le groupe de travail «Menthe-Huile essentielle». Réunissant en son sein les représentants des collectivités locales, les professionnels agricoles, les industriels et investisseurs potentiels, ce groupe travaille, à partir d'enquêtes, en vue de définir une politique pour le développement de la culture de la menthe en France. En effet, la production de menthe dans les Alpes de Haute Provence n'est pas encore suffisante pour assurer un approvisionnement convenable des utilisateurs (J.P. FERRAUD, Chambre d'Agriculture Digne).

Quelques résultats sur l'impact de certains facteurs sur le rendement de cette plante ont été présentés :

- rôle de la fréquence et des dates de coupe sur le rendement et la qualité de la menthe poivrée hongroise

(Institut technique des Plantes médicinales, aromatiques et industrielles - 49120 Chemille),

- effet des doses d'engrais et de la densité de la plantation (A. DJERRARI et J. CROUZET, USTL/Univ. Hassan II ; S. ZRIRA et coll., Univ. Rabat),
- prévision de la date de récolte par observation des modifications morphologiques de la partie aérienne de la plante aux stades précédant la floraison. La caractérisation de ces stades en relation avec la production d'huiles essentielles permettrait d'identifier avec précision la date de coupe optimale pour *Mentha X piperita* (Professeur A. PERRIN, Sciences Saint Etienne),
- la rouille, principale maladie fongique de la menthe, ne semble pas par contre affecter les rendements en matière verte et en huile essentielle (M. VILLEVIELLE, SRPV Avignon).

Des informations nous ont été fournies sur la production, les caractéristiques des extraits et sur la nature des marchés de certaines plantes aromatiques produites en Italie (F. CHIALVA, Martini Rossi), et en Bolivie (S. FER-RUFINO et coll.). Monsieur L. PEYRON nous a brossé le tableau d'un siècle de production de plantes à parfum dans le Sud-Est de la France (régions Provence-Alpes-Côte d'Azur, Languedoc-Roussillon, Drôme, Ardèche, Corse). Cet exposé a été suivi de celui de Monsieur R. CHABERT sur un historique de la propriété industrielle et des dépôts de marque au tribunal de Grasse.

Naturellement, l'activité anti-microbienne des huiles essentielles a été évoquée et illustrée par la présentation de documents :

- sur les huiles essentielles de résineux et du souci *Calendula officinalis* L. (R. Ph. GARRY, Université de Clermont),
- sur les huiles essentielles de Labiées telles que le thym, la sarriette, l'origan pour lesquelles l'activité bactériostatique semble être liée à la présence de thymol et de carvacrol dans l'extrait (C. LENS-LISBONNE et coll., Pharmacie Marseille).

Afin que le panorama abordé par ces journées fût le plus harmonieux possible, une troisième session a été consacrée à l'utilisation des produits colorants végétaux. Parlant d'utilisation, on sous-entend son corollaire la connaissance et l'évaluation des matières végétales aromatiques. Un certain nombre d'exposés ont été faits sur ce thème :

- Genèse et traitement du signal olfactif : les points de vue concertés du physiologiste et du chimiste (MM. CHASRETTE et HOLLEY, Univ. Lyon-I et CNRS Villeurbanne).
- Examen des caractéristiques du goût (Mme DAGET, Nestec).
- Tentative d'harmonisation du vocabulaire de dégustation des eaux de vie à l'aide de profils sensoriels et de méthodes statistiques modernes d'analyse des données (M. CANTAGREL, Cognac).

Une présentation enlevée nous fut proposée sur la médiation olfactive. Convaincu de l'importance de la communication olfactive, M. MOISSEEF, aromaticien, nous a cité quelques-unes des difficultés techniques rencontrées lors de la mise en oeuvre de systèmes de diffusion d'arômes associés à un événement visuel destiné au grand public comme dans :

- l'utilisation de l'odeur comme vecteur de messages publicitaires,
- la création de moyens de communication intégrant l'odeur aux images, aux sons et au toucher
- le développement de produits consommables,
- l'information plus percutante du consommateur.

Ces difficultés de mise en oeuvre sont souvent dues à la méconnaissance des propriétés physico-chimiques des arômes et des parfums. Mais l'engouement toujours croissant du public pour tout ce qui touche au domaine des odeurs ouvre des perspectives prometteuses pour le développement de l'étude de cas d'association de l'odeur à l'événement.

Enfin, ces journées ont été l'occasion de visiter des sites de production de plantes aromatiques et de discuter avec des industriels du secteur. Ainsi, nous avons pu voir fonctionner une unité de distillation travaillant sur de la menthe fraîche. Cette unité était implantée sur la Commune du Chaffaut Saint Juron (Alpes de Haute Provence) (Photo 1).

Le système développé par les sociétés Aroma-Process/Frilli est basé sur le principe d'une distillation à contre-courant (figure 2). La matière végétale fraîche alimente en continu, via un tapis roulant, le distillateur en sa partie supérieure. Elle est broyée par un dispositif de coupe dérivé du hache-paille. Elle est ensuite happée par une vis d'Archimède qui la véhicule le long des trois tubes légèrement inclinés (6 m de long). Ils constituent le corps du distillateur. Au sommet de l'appareil, un piquage de la vapeur chargée d'huile essentielle amène cette dernière dans un échangeur. La consommation d'eau de refroidissement est de 3 à 6 m³/h. Le condensat est alors récupéré dans un ensemble de pots de séparation placés en série. Ceux-ci permettent, en leur partie supérieure, la récupération de l'extrait huileux aromatique. La plante extraite est rejetée en continu par un entraînement à vis. La production de vapeur est assurée par une chaudière électrique dont la puissance installée varie en fonction du nombre de tubes (5 Kw/tube pour 3 tubes et plus). La consommation de vapeur varie en fonction de la nature de la plante et de son taux d'humidité. Elle est de l'ordre de 50 à 100 kg/h et par tube installé. La capacité de traitement de l'unité à 3 tubes que nous avons vu fonctionner est de 1 tonne/heure de menthe fraîchement coupée.

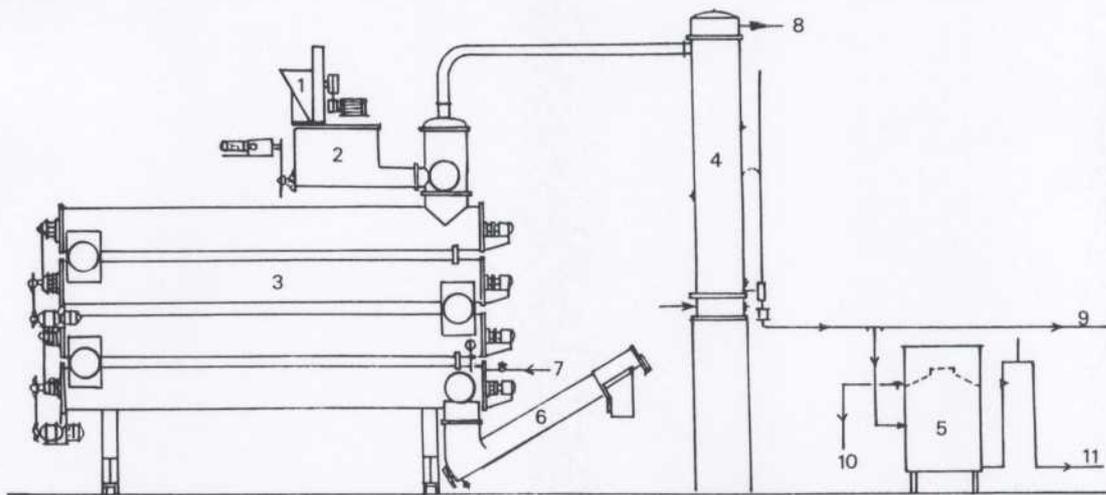


FIGURE 2 - Croquis du distillateur en continu Aroma-Process/Frilli.

1. découpeur de la matière végétale ;
2. trémie d'alimentation ; 3. tubes équipés d'une vis d'entraînement de la matière fraîche ; 4 unités installées ;
4. condenseur ; 5. vase décanteur ;
6. vis d'évacuation de la matière extraite ; 7. entrée de vapeur vive ;
8. eau de refroidissement ; 9. récupération des condensats - ligne de vidange colonne ; 10. piquage de récupération des huiles essentielles.

Photo 1 - Unité de distillation continue à contre-courant Aroma-Process-Frilli opérant sur de la menthe fraîche. Au premier plan : matière végétale extraite. Sur la passerelle : visiteurs examinant le fonctionnement du découpeur et de la trémie d'alimentation.

