LA DISTILLATION

Frédéric-Emmanuel Demarne

La distillation est l'étape ultime de la culture du "géranium rosat". Bien que l'huile essentielle soit considérée comme un produit agricole, son extraction relève néanmoins de procédés artisanaux, voire industriels.

Tous les procédés d'extraction sont plus ou moins transformants, c'est-à-dire qu'il y a lieu de distinguer l'essence, d'une part, de l'huile essentielle et des autres produits extraits, d'autre part. L'essence est le produit réellement sécrété et accumulé par la plante à un moment donné. Elle diffère de l'huile essentielle ou des autres produits d'extraction, qui correspondent à ce qui est obtenu lorsqu'on traite la matière végétale pour récupérer les principes odorants.

Chez les *Pelargonium*, l'essence est sécrétée dans des cellules spécialisées de l'épiderme, et accumulée à l'extrémité de poils glandulaires spéciaux, dans des poches sous-cuticulaires. Seule une membrane très fine, diaphane, et sans grande résistance mécanique propre, isole et retient le produit. Pratiquement, l'essence se trouve à l'extérieur de la plante, en équilibre de pression avec l'atmosphère. Sa libération est donc très aisée, et ne fait pas intervenir de phénomènes de diffusion intratissulaire ; il suffit, d'une façon ou d'une autre, de rompre la fine membrane.

Aussi, l'extraction des essences de "géranium" ne nécessite-t-elle pas la mise en œuvre de moyens sophistiqués. Toutes les techniques classiques d'entraînement à la vapeur ou d'extraction par un solvant organique donnent des résultats ; les différences se situant principalement au niveau des produits obtenus.

Au laboratoire, on peut extraire facilement les essences de "géranium" et épuiser la matière végétale de ses principes odorants par différents procédés. La littérature fait état de plusieurs montages pour l'obtention d'huiles essentielles par hydrodistillation, par hydrodiffusion, par entraînement sous pression réduite, ou encore après chauffage rapide au four à micro-ondes. De même, en traitant la matière végétale par de l'hexane ou d'autres solvants organiques qu'on évaporera ensuite, on obtient sans difficulté des concrètes de "géranium".

En production, les choses sont encore plus simples. D'abord, il n'existe de marché important que pour les huiles essentielles hydrodistillées ou éventuellement des produits comparables. Seule l'Egypte commercialise à la demande une toute petite quantité de concrète et d'absolue de "géranium", au travers d'une seule société, et pour des volumes inférieurs à une tonne par an.

Ensuite, l'hydrodistillation est de loin la méthode d'extraction la moins chère, la plus simple, et elle donne d'excellents résultats. Rien d'étonnant donc à ce que ce procédé soit le seul mis en œuvre dans tous les pays producteurs de "géranium".

Cependant, bien que conçues sur le même principe de base, il existe différentes installations, qui répondent, chacune à sa façon, à des situations techniques, sociales, et/ou économiques différentes. Ainsi, mis à part le principe, il y a peu de points communs entre les petites unités individuelles de 800 litres de capacité qui se rencontrent en République Populaire de Chine ou à la Réunion, et certaines unités industrielles égyptiennes où le "géranium" est distillé dans des batteries d'au moins dix alambics de 3 000 litres de capacité chacun.

1 - LE PRINCIPE DE L'HYDRODISTILLATION

En matière de "géranium" c'est un mélange de tiges jeunes et de feuilles qui est amené à l'alambic. Contrairement à beaucoup d'autres plantes, il n'est ni nécessaire, ni souhaitable de hacher préalablement cette matière verte, car, du fait de la fragilité des poils sécréteurs, cette opération s'accompagne immanquablement d'une perte importante d'essence.

La récolte est chargée dans la cucurbite. L'alambic est refermé, et on génère un courant continu de vapeur d'eau qui traverse la masse végétale de bas en haut. Il est généralement admis que cette vapeur pénètre le "géranium", fait éclater les vésicules d'essence, et vaporise les substances volatiles. Le mélange des vapeurs d'eau et des substances volatiles progresse dans la cucurbite puis à travers le col de cygne vers un réfrigérant où il se condense. Les condensats coulent ensuite vers un essencier où l'huile essentielle se sépare des petites eaux par simple différence de densité. L'huile essentielle de "géranium" a en effet une densité nettement plus faible que l'eau, entre 0.88 et 0.90.

Cependant, l'hydrodistillation ne se réduit pas à un simple procédé d'entraînement, qui ne nécessiterait qu'un bon débit de vapeur et une bonne réfrigération. C'est aussi le moment où l'essence est transformée en huile essentielle, c'est-à-dire qu'elle se modifie sous l'action combinée de la chaleur d'une part, et de phénomènes d'hydrolyse d'autre part.

Déjà, il est facile de constater que toute l'essence n'est pas récupérée sous forme d'huile essentielle, et qu'une partie des matières odorantes, celles qui sont solubles dans l'eau, se retrouve dans les petites eaux.

1.1 Les phénomènes d'hydrolyse

Lors de la distillation des essences naturelles, l'hydrolyse peut être définie comme une réaction chimique entre l'eau et certains composants des huiles essentielles. A température élevée, et au contact de l'eau chaude, les esters ont tendance à réagir pour redonner des acides et des alcools. Ces réactions ne sont pas totales, mais conduisent plutôt à un équilibre. Pour une température donnée, cet équilibre se caractérise par une constante K de la forme :

$$Kt = \frac{[\text{Alcool}] \times [\text{Acide}]}{[\text{Ester}] \times [\text{Eau}]}$$

où [Alcool], [Acide], [Ester], et [Eau] représentent les concentrations molaires respectives des différents constituants de l'équilibre à la température t.

Lorsque l'huile essentielle est longtemps en contact avec l'eau chaude, ce phénomène d'hydrolyse des esters est important. Il peut devenir gênant, si les produits de l'hydrolyse sont solubles dans l'eau, car ceux-ci ne pourront plus être récupérés par simple décantation.

Une seconde caractéristique de ces réactions d'hydrolyse est qu'elles ne sont pas très rapides. Lorsqu'il y a un risque de dégradation trop important de l'huile essentielle, la distillation devra être la plus courte possible.

1.2 La température de distillation

La température à l'intérieur de la cucurbite est l'autre facteur qui influence le résultat de l'hydrodistillation. Dans tous les cas il faut garder à l'esprit que tous les composants des huiles essentielles sont plus ou moins instables à haute température. Aussi, à défaut de pouvoir hydrodistiller à basse température, il est important de réduire les temps de distillation.

S'il est possible de choisir à volonté et de fixer la pression de distillation (pression atmosphérique, surpression, ou dépression), il en va différemment de la température du mélange des vapeurs d'eau et d'essence qui traverse la masse végétale. Cette température varie pendant la distillation. Elle est plus faible au début lorsque les substances les plus volatiles se vaporisent et prédominent dans le mélange gazeux. Elle augmente ensuite avec la vaporisation des composants à plus haut point d'ébullition, pour tendre enfin vers la température de la vapeur d'eau, au fur et à mesure que le rapport (vapeur d'eau / vapeur d'essence) croît du fait de l'épuisement de l'essence contenue dans la matière végétale traitée.

En pratique, les composants de l'essence de "géranium" ont des points d'ébullition relativement bas, et sont extraits facilement à la pression atmosphérique, ou en légère surpression. La température de distillation ne varie donc que de quelques unités autour de 100° C. Les différences sont dues au type de vapeur d'eau utilisée, selon que celle-ci est saturée ou sèche et surchauffée.

2 - LA PRATIQUE DE L'HYDRODISTILLATION APPLIQUEE AU "GERANIUM"

Pour les raisons évoquées plus haut, deux principes d'hydrodistillation sont applicables au "géranium" : l'hydrodistillation à vapeur saturante avec génération de vapeur dans la cucurbite même, et l'hydrodistillation avec génération de vapeur séparée à l'aide d'une chaudière.

2.1. La génération de vapeur directe

Dans ce premier cas, la matière végétale repose sur une grille placée un peu au-dessus du fond de la cucurbite. La partie inférieure de la cuve, en dessous de la grille, est remplie avec de l'eau, qui servira à générer le courant de vapeur. Cette eau est chauffée et portée à ébullition, soit directement par un feu nu entretenu sous la cucurbite, ou par une injection de vapeur libre dans le bas de la cuve, soit indirectement par l'intermédiaire d'un double fond en forme de calotte chauffante ou de tubes plongeurs à l'intérieur desquels circule de la vapeur.

Dans tous les montages de ce premier type, la matière végétale n'est jamais au contact direct de l'eau bouillante, ce qui limite les phénomènes d'hydrolyse. La vapeur générée est toujours humide, saturée, et non surchauffée. En conséquence, la distillation est régie par un état d'équilibre thermodynamique réglé par le couple température-pression. Lorsqu'on travaille à la pression atmosphérique, la température d'extraction à l'intérieur de la cucurbite ne peut excéder 100° C.

2.2. La génération de vapeur séparée

Cette deuxième technique ressemble fortement à la précédente, à la différence importante qu'il n'y a plus d'eau dans le fond de la cucurbite. Le courant de vapeur est généré à part dans une chaudière, et injecté dans la cucurbite par l'intermédiaire de tubes perforés, généralement placés au fond de la cuve, sous la grille.

Cette technique permet d'utiliser indifféremment de la vapeur saturée ou de la vapeur surchauffée. Elle est plus facile à mettre en œuvre dans des cuves de grande capacité, et elle rend les unités de distillation plus polyvalentes (possibilité de distiller d'autres végétaux).

Pour le "géranium", l'injection de vapeur saturée détendue à la pression atmosphérique conduit qualitativement aux mêmes résultats que la génération directe de vapeur dans la cuve.

Par contre, l'injection de vapeur surchauffée est plus limitée, et ne doit se faire qu'à des pressions très légèrement supérieures à la pression atmosphérique. Si en théorie la vapeur surchauffée permet d'extraire plus rapidement les composants, en pratique, la surchauffe doit être modérée pour éviter de trop dégrader les essences. De ce point de vue, une surveillance attentive de la distillation est impérative.

3 - LA DISTILLATION DU "GERANIUM" A LA REUNION

A la Réunion, la distillation est une opération très traditionnelle, qui a peu évolué depuis les origines de la culture du "géranium" dans l'île, il y a plus d'un siècle. Dans son principe, il s'agit d'un entraînement à la vapeur d'eau saturante, sous pression atmosphérique, dans des alambics individuels de très faible capacité.

3.1. La distillation traditionnelle

Chaque agriculteur possède généralement son propre alambic ("la machine"), qui, bon an mal an, lui permet au mieux de traiter la production d'environ 1,5 ha. Ces alambics sont installés directement au champ. Ils sont facilement démontables, et se composent principalement d'une cucurbite et de son couvercle, d'un col de cygne, d'un réfrigérant statique à serpentin, et d'un essencier. Parce que l'huile essentielle de "géranium" est un produit très oxydant et relativement acide, toutes les parties métalliques de l'alambic qui sont en contact avec les vapeurs d'essence sont en cuivre ou en acier inoxydable.

Outre l'alambic, l'environnement de la distillerie comporte quelques aménagements pour stocker le bois et les volumes d'eau nécessaires aux distillations, et, plus rarement, pour composter proprement les résidus.

Dans le système le plus traditionnel, mais encore le plus répandu, la cucurbite est au tiers encastrée dans un four en maçonnerie de conception grossière, où deux ouvertures diamétralement opposées permettent, l'une, l'introduction du bois et l'entrée de l'air, l'autre, le départ des fumées par la cheminée. La génération de la vapeur d'eau est assurée par un chauffage direct et à feu nu du fond de la cuve.

La cucurbite a environ 800 l de capacité (diamètre : 90 cm, hauteur : 130 cm), ce qui cor-

respond à une charge utile autour de 300 kg de "géranium". Une grille en bois placée sur un croisillon métallique à 40 cm au-dessus du fond, isole et supporte la matière verte à distiller.

Au début de la distillation, on complète à 250 litres environ le volume d'eau versé au fond de la cucurbite, et on active le feu. Cette eau sert, d'une part, à générer la vapeur nécessaire à l'extraction de l'huile essentielle (100 l /distillation), et d'autre part, à protéger le fond de la cucurbite des dommages qui pourraient résulter d'une surchauffe locale ("coup de feu"). De ce point de vue, il y a lieu de distinguer la première distillation du matin des distillations suivantes. Lors de la première distillation, l'ensemble de l'appareillage est froid, et l'eau versée dans la cucurbite est généralement à une température proche de 15° C. Il faut donc porter à ébullition 250 l d'eau, ce qui, compte tenu du système de chauffage au bois et à feu nu, nécessite de 1h 30 à 2h. Il en va différemment pour les distillations suivantes, lorsque l'eau du fond de la cucurbite est encore très chaude, et que l'agriculteur complète son volume en utilisant les petites eaux d'une part, et l'eau chaude qu'il récupère dans la partie supérieure de son réfrigérant, d'autre part.

Dans tous les cas, le chargement de la matière verte dans la cucurbite ne doit intervenir que lorsque l'eau bout et que la vapeur est générée en quantité abondante. Les paquets de "géranium" sont alors chargés rapidement à la main, et tassés dans la cuve sous l'action combiné d'un foulage au pied, et d'un ramollissement de la matière verte, dû à la vapeur. Une fois la cuve pleine, la lèvre supérieure de la cucurbite est jointoyée avec du marc de "géranium", et la cucurbite est refermée avec son couvercle (le chapiteau). L'ensemble cucurbite-couvercle est rendu solidaire grâce à 4 serre-joints. Une opération de chargement bien menée dure environ 25 minutes.

L'agriculteur ajuste ensuite le col de cygne, qui permet le passage des vapeurs de la cucurbite vers le réfrigérant. A la Réunion, le col de cygne est presque horizontal, en légère pente du sommet du couvercle de la cucurbite vers le serpentin de refroidissement ; il n'y a pas de rectification de l'huile essentielle. La fixation du col de cygne se fait aux deux extrémités par assemblages coniques ; le col de cygne est femelle du côté de la cucurbite, et mâle du côté serpentin. L'étanchéité des assemblages est encore assurée par du marc de "géranium", et l'attache est renforcée par des liens en lanières de caoutchouc, fabriqués à partir de chambres à air récupérées.

La condensation des vapeurs s'effectue dans un réfrigérant statique composé d'un serpentin de 15 à 24 m de long et d'environ 3,3 cm de diamètre, qui plonge dans un réservoir d'environ 1 000 l d'eau. La longueur de ce serpentin, et donc la surface développée d'échange thermique, varie beaucoup d'un alambic à l'autre, mais en général les agriculteurs arrivent à conduire leur distillation en évitant la sortie de l'huile essentielle en vapeur.

La séparation des condensats en huile essentielle d'une part, et en petites eaux d'autre part, est réalisée dans un essencier rudimentaire, mais très efficace, fabriqué sur le principe du vase florentin.

La durée d'une distillation (ou cuite) est à peu près de 2 heures, entre le moment où l'agriculteur referme l'alambic, et celui où il décide d'arrêter la chauffe et d'ouvrir à nouveau. Pendant toute la distillation, il entretient un feu vif sous la cucurbite, en rajoutant régulièrement du bois dans le foyer ; de la qualité de la chauffe dépendent la régularité du flux de vapeur qui traverse la matière végétale, et le rendement en huile essentielle.

La cucurbite réouverte est laissée à reposer environ 30 minutes, jusqu'à ce que le flux de vapeur ait suffisamment diminué pour permettre de décharger la cuve sans être gêné. Ce déchargement est effectué manuellement à la fourche. Les résidus de distillation sont mis en tas à côté de l'alambic, où ils se compostent naturellement pour donner le "fumier de géranium".

L'huile essentielle est récupérée à part, et filtrée pour obtenir le produit marchand qui sera livré à l'organisme de collecte.

Ainsi, entre le moment où l'alambic accueille une charge et le moment ou il est prêt à accueillir la charge suivante, une opération de distillation dure près de 3 heures. Pour la première distillation du matin, ce temps doit être augmenté du délai de mise en température de l'appareil.

3.2. Les améliorations possibles

Des améliorations simples peuvent être apportées au système traditionnel, et sont parfois mises en œuvre par les agriculteurs. Ces améliorations concernent la distillerie dans son ensemble.

Ainsi, l'approvisionnement en eau nécessaire aux opérations de distillation est un réel problème, surtout lorsque les distilleries sont installées en plein champ, loin des points d'eau ou des circuits de distribution. L'aménagement

de petites retenues collinaires, et/ou la récupération des eaux de pluies par des dispositifs d'impluvium permet à l'agriculteur de s'affranchir de la corvée d'eau, et autorise la distillation sur toute l'année.

De même, la technique des charges chaînées et l'utilisation d'un palan monté sur rail, permet, en une seule opération, le déchargement instantané de la cucurbite, et le transport aisé des résidus vers une fosse de compostage. Lorsqu'il est installé, le palan peut également servir à manipuler une masse d'un diamètre légèrement inférieur au diamètre intérieur de la cucurbite, pour permettre le tassement uniforme de la matière à distiller.

Enfin, on doit encourager le stockage du bois au sec, la construction des fours à circulation d'air chaud avec cendrier et dispositif de retour de flamme, et l'utilisation de cucurbites équipées de tubes de fumée. Dans ces conditions, les performances de la chauffe sont nettement améliorées, les temps de distillation sont réduits d'environ un tiers, et on économise le combustible. Une évolution vers l'utilisation de brûleurs au fuel ou à gaz est également envisageable.

3.3. Les limites de la tradition

Utilisés à la Réunion depuis plus d'un siècle, les alambics traditionnels ont fait la preuve de leur efficacité et sont globalement maîtrisés par les agriculteurs. Ce sont des appareils rustiques mais peu dangereux, dans la mesure où ils travaillent sous pression atmosphérique, et que les liaisons entre les différentes parties sont fragiles agissant comme autant de soupapes en cas de surpression dans l'alambic.

La taille réduite de l'appareillage permet de le démonter et de le transporter facilement, par exemple d'un champ à un autre. L'infrastructure nécessaire à l'installation et au fonctionnement de la distillerie est légère, peu coûteuse, et à la portée de la faible trésorerie des agriculteurs concernés. Ceci permet une grande souplesse du système de distillation sur l'ensemble de la zone de culture, dans la mesure où chaque agriculteur possède son alambic et maîtrise ses dates de récolte.

Enfin, la qualité des huiles essentielles obtenues est connue, et reconnue excellente au travers de l'appellation commerciale "géranium Bourbon".

Mais ces alambics traditionnels ont cependant plusieurs inconvénients majeurs, qui résultent essentiellement de leur faible charge utile, du système de génération de vapeur à feu nu dans la cucurbite, et de la réfrigération statique sans circulation du fluide caloporteur.

Une charge utile de 300 kg est incompatible avec une augmentation de la productivité de la culture. Les opérations de distillation sont trop nombreuses, et nécessitent aujourd'hui entre 40 et 100 jours/ha/an. Ceci signifie qu'un bon agriculteur possédant un seul alambic et cultivant 3 ha de "géranium" devrait passer plus de 7 mois par an pour distiller sa production. Le problème est encore plus important en cas de récolte mécanique, lorsqu'une masse importante de végétal à distiller arrive d'un seul coup à l'alambic. Il n'est alors plus possible de distiller dans un délai suffisamment court pour éviter la dégradation des plantes et les pertes importantes d'essence dues au stockage.

Dans la logique des agriculteurs, ce facteur "temps de distillation" est un réel problème, qu'ils tentent de solutionner en partie par la surcharge des alambics. D'où les tassements excessifs et les faibles rendements d'extraction parfois observés, liés à une mauvaise circulation des vapeurs dans la cucurbite.

Le chauffage au bois à feu nu, avec génération de vapeur dans la cucurbite même est le deuxième inconvénient important du système traditionnel.

Tout d'abord, l'utilisation du bois comme combustible contraint à un ramassage long et à des transports coûteux. Ceci surtout depuis que la culture du "géranium" tend à se sédentariser sur de petites propriétés, où le combustible n'est plus disponible. De plus, la valeur calorifique de ce bois, souvent mal séché, est incontrôlable : une partie des calories dégagées par la combustion sert d'abord à évacuer l'eau de constitution du bois lui-même.

Ensuite, le feu nu et la génération de vapeur dans la cucurbite sont une source importante de gaspillage énergétique. Les pertes de chaleur sont sensibles parce qu'avec un feu nu les échanges thermiques au niveau du fond de la cucurbite ne sont pas très bons. Mais surtout, pour obtenir les 100 kg de vapeur nécessaires à l'entraînement des huiles essentielles, il faut chauffer 250 litres d'eau, c'est-à-dire les 100 l utiles plus les 150 l qui servent à protéger le fond de la cuve contre les surchauffes.

Enfin, le chauffage au bois est long et discontinu, avec pour conséquences immédiates un délai de mise en température à chaque distilla-

tion, et un contrôle quasi-impossible de la régularité du flux de vapeur dans la cucurbite.

Quant à la réfrigération statique sans renouvellement du fluide caloporteur, elle ne permet pas d'optimiser la condensation des vapeurs. La température de l'eau du réfrigérant est subie plus qu'elle n'est contrôlée : elle augmente considérablement au fur et à mesure de la distillation. Dans le même temps, la surface d'échange calorique efficace du serpentin diminue à mesure que la partie supérieure du réfrigérant atteint des températures où les vapeurs ne se condensent plus.

Le volume du réfrigérant représente donc un compromis, qui fixe la quantité de vapeur condensable, en fonction de la taille de l'alambic et du temps de distillation. C'est-à-dire que si on améliore le système de chauffe ou le débit de vapeur, ou si on augmente la taille de la cucurbite, il faudrait immédiatement modifier le système de réfrigération.

3.4. Vers quelle évolution de la distillation ?

Il apparaît donc que les alambics traditionnels utilisés à la Réunion sont l'image d'une technique en équilibre avec une plante, une huile essentielle, un terroir, des habitudes et un mode d'exploitation particulier, calibrés pour un type précis de distillation et de chauffage, et peu aptes à évoluer. Ils représentent un équilibre monovariant, dont on ne pourrait modifier un élément sans bouleverser l'ensemble du dispositif.

Ceci implique que les distilleries individuelles actuelles, même améliorées de la façon que nous décrivions ci-dessus, ne pourront plus faire face aux augmentations de productivité attendues dans la culture du "géranium" à la Réunion (augmentation des rendements/ha, mécanisation des opérations de récolte...). Il est désormais impératif d'accroître considérablement la capacité instantanée des distilleries, avec pour objectifs la réduction des temps de distillation, l'augmentation des volumes traités, et l'économie maximale de combustible et de main-d'œuvre.

La plupart des solutions techniques à mettre en œuvre existent déja, mais les changements de capacité sont incompatibles avec le chauffage à feu nu et au bois, ou encore avec la réfrigération statique. Des matériels éprouvés existent sur le marché, et sont couramment utilisés ailleurs pour récupérer les essences de "géranium" ou d'autres plantes similaires. Le seul vrai problème reste le coût d'une installation avec son environnement (chemins d'accès, retenues d'eau importantes, générateur de vapeur...), coût tout à fait supportable dans le cadre de CUMA.

Seules restent à identifier clairement les modalités techniques, sans doute simples, pour maximiser la récupération des huiles essentielles dans les "géraniums" récoltés mécaniquement.

Références bibliographiques

DEMARNE F.-E. & *al.*, 1984. L'Agron.Trop., 39(4), p.346-349.
DEMARNE F.-E.& *al.*, 1989. S.Afr.J.Bot., 55(2), p.184-191.
GARIN P., 1987. L'Agron.Trop., 42(4), p.289-300.
GUENTHER E., 1972. *In* The Essential Oils, Vol.1, p.87-187.
GUÉRERE M. & *al.*, 1985. Ann.Fals.Exp.Chim., 78(836), p.131-136.
HALL R. & *al.*, 1985. *In* The H & R Book, Vol.4, p.11-27.
MARIOTTI A., 1954. B.T.I.Min.Agri., N° 95, p.683-692.
OOSTHUIZEN L., 1983. J.S. Afr. Bot., 49(3), p.221-242.