

**CONTRIBUTION À L'OPTIMISATION DE LA DISTILLATION DES
HUILES ESSENTIELLES EXTRAITES DES FLEURS DE
CHROMOLAENA ODORATA L KING & ROBINSON GRÂCE À UN
PLAN FACTORIEL COMPLET 2⁴**

**Esse Leon WOGNIN^{1*}, Zanahi Felix TONZIBO¹,
Kidjébo Augustin TOURE² et Yao Thomas N'GUESSAN¹**

¹*Laboratoire de Chimie Organique Structurale et Biologique, UFR SSMT,
Université de Cocody, 22 BP 582 Abidjan 22 Côte d'Ivoire.*

²*Laboratoire des sciences fondamentales, Institut National Polytechnique
Félix Houphouët Boigny BP 1526 Yamoussoukro, Côte d'Ivoire.*

(Reçu le 17 Janvier 2010, accepté le 20 Mai 2010)

* Correspondance et tirés à part, e-mail : *esse.wognin@yahoo.fr*

RÉSUMÉ

La distillation de *Chromolaena odorata* a été optimisée selon un plan factoriel complet 2⁴. Après un choix approprié de quatre facteurs facilement interprétables, c'est-à-dire : l'heure de récolte des fleurs ; la durée de distillation des fleurs récoltées ; la masse de fleurs distillées et le type de distillation, seize (16) expériences sans répétition ont été réalisées. Elles ont permis d'obtenir un modèle mathématique sous forme d'un polynôme du premier degré. Après analyse des effets, ce modèle permet de constater que le facteur le plus significatif est la durée de distillation des fleurs. Parmi les interactions entre facteurs, la plus significative est celle qui existe entre la durée de distillation et la masse des fleurs. Dans le domaine d'expérience, pour optimiser le rendement des huiles essentielles des fleurs, il faut combiner l'effet du facteur principal et celui de l'interaction de la manière suivante : fixer la masse des fleurs au niveau le plus bas et la durée de distillation au niveau le plus haut. D'autre part les résultats de la régression linéaire multiple permettent de classer les effets des facteurs principaux entre eux. Ainsi, par ordre d'influence décroissante, nous avons, premièrement, la durée de distillation des fleurs (X₂), suivi, secondement, de la masse des fleurs dans le distillateur (X₃), puis, troisièmement, de l'heure de récolte des fleurs (X₁) et enfin, quatrièmement, du type de distillation des fleurs.

Mots-clés : *Plan factoriel complet 2⁴, effet principal, optimisation,
interaction, huile essentielle, Chromolaena odorata, fleurs.*

ABSTRACT

Contribution to the optimization of the distillation of essential oils extracted from flowers of *Chromolaena odorata* King & Robinson L with a full factorial designed 2⁴.

The distillation of *Chromolaena odorata* has been optimized using a full factorial design 2⁴. After a choice of four easily interpretable factors, ie: time of harvesting of flowers ; the duration of the distillation of flowers ; harvested mass of flowers distilled and the type of distillation, sixteen (16) experiments without recurrence were performed. They have provided a mathematical model in the form of a polynomial of first degree. After analyzing the effects, this model shows that the most significant factor is the duration of the distillation of flowers. Among the interactions between factors, the most significant is that between the period of distillation and the mass of flowers. In the field of experience, to optimize the performance of essential oils of flowers, we must combine the effect of main factor and the interaction in the following way: determine the mass of flowers at the lowest level and duration distillation at the highest level. On the other hand the results of multiple linear regression used to classify the effects of the major factors among them. Thus, in order of decreasing influence, we, first, the duration of the distillation of flowers (X2), followed, secondly, the mass of flowers in the distiller (X3), then, thirdly, the time of harvest flowers (X1) and fourth, the type of distillation of the flowers.

Keywords : *full factorial design 2⁴, main effect, optimization, interaction, essential oil, Chromolaena odorata, flowers.*

I - INTRODUCTION

Les plantes représentent sur la planète plusieurs centaines de milliers d'espèces. Au cours des siècles, l'homme a fait le tri entre les plantes alimentaires, aromatiques, médicinales, les plantes à usage industriel et les plantes toxiques.

Ce capital botanique universel est une richesse de l'humanité ; une des meilleures façons de conserver ou de retrouver la santé est de recourir aux herbes et plantes que la nature a mis à notre disposition pour nous soigner. L'aromathérapie est cette méthode thérapeutique qui utilise les huiles essentielles appelées aussi essences, extraites par distillation des plantes aromatiques. Le volume ou le rendement des huiles essentielles ainsi produites est influencé par différents facteurs dont la date de récolte du matériel végétal, la durée de distillation, la masse et le mode de distillation de

ce matériel végétal, le ramassage du matériel végétal, les techniques de ramassage et de cueillette, l'évolution saisonnière, les techniques de stockage, les traitements particuliers [1]etc...Parmi ces facteurs, certains sont maitrisables et d'autres non, d'où l'intérêt d'utiliser aussi « les plans d'expériences » qui permet de collecter, d'organiser et d'interpréter des données en prenant en compte la présence des bruits et des autres facteurs non maitrisables sur la réponse [2 - 12].

L'étude quantitative de l'influence des facteurs de variation sur des réponses a été l'objet de certaines recherches scientifiques. Par exemple, le traitement de purification de l'acide phosphorique de voie humide par la méthylisobutylcétone fut modélisé par MONGI FEKI et al [13]. Les performances de l'étape d'extraction du procédé de purification de l'acide phosphorique de voie humide par extraction liquide-liquide avec la méthyl isobutyl cétone ont été déterminées en faisant appel à la méthodologie des plans d'expériences. Pour ce faire, un plan factoriel complet 2^4 avec comme variables, la concentration de l'acide d'alimentation, le taux de solvant, la température et le nombre d'étages théoriques d'extraction a été réalisé. Les modèles obtenus ont permis de prédire les performances de l'extraction en terme aussi bien de rendement en P_2O_5 que de facteur de décontamination de l'acide produit et ce quelle que soit la teneur en eau du solvant recyclé [13]. L'hydrodistillation de *Cymbopogon citratus* a été optimisée selon un plan factoriel complet 2^3 par THOMAS SILOU et al [14] qui ont ainsi comparé l'influence de certains facteurs sur celle-ci. Et ce, après analyse des effets du modèle mathématique sous forme d'un polynôme de premier degré. Ce modèle a permis de constater que le facteur le plus influent est la perte en eau de la matière végétale ; le deuxième dans l'ordre, est le facteur de division de la matière végétale ; le débit de condensation, lui, eut un effet négligeable sur la réponse tout comme les interactions entre facteurs [14]. Ces deux exemples et bien d'autres [15] ont montré l'intérêt des plans d'expériences dans des domaines variés de la chimie et surtout la chimie des huiles essentielles.

Aussi, l'étude de l'influence de la date de récolte des fleurs fraîches, la durée de distillation des fleurs, la masse des fleurs et le mode de distillation de celles-ci sur le rendement des huiles essentielles extraites des fleurs de *Chromolaena odorata* a été réalisée à partir d'un plan factoriel complet 2^4 sans répétitions. Cette étude a été réalisée dans le but de monter comment comparer les effets des facteurs de variation des huiles essentielles, de mettre en évidence un modèle linéaire capable d'optimiser le rendement de distillation des huiles essentielles de *Chromolaena odorata*.

II - MATÉRIEL ET MÉTHODES

II-1. Description botanique sommaire de *Chromolaena odorata*

Chromolaena odorata ou *Eupatorium odoratum*, de la famille des Asteraceae est une plante de deux mètres de hauteur au feuillage abondant, à fleurs lilas de la famille des marguerites et résistant à la sécheresse. *Chromolaena odorata* possède une grande capacité de dissémination et une croissance rapide. *Chromolaena odorata* possède la propriété de rester humide même en saison sèche [16].

Originnaire d'Amérique centrale, *Chromolaena odorata* aurait été introduite dans les années 1920 comme plante de couverture dans le Sud-Est Asiatique, d'où l'un de ses noms communs d' "herbe du Laos". Elle s'est rapidement répandue et y est devenue une composante à part entière des végétations anthropisées. Il semble qu'elle ait été introduite en Afrique tropicale, et plus précisément au Nigeria, dans les années 1940. Après une phase d'extension lente jusque vers les années 1970, elle s'est répandue depuis comme un feu de brousse dans toute l' Afrique occidentale et centrale. "Sekou Toure "en Cote d'ivoire, "Acheampong" au Ghana, "Bokassa", mais aussi "JaBinDe" (l'envahissante) en Centrafrique, "Lantana N'Gouabi", mais aussi "Matapa M'Bala" (l'envahisseur) au Congo, "Mighbe" (celui qui écrase tout) au Cameroun: ce sont la quelques-uns des noms locaux donnés à *C. odorata* en Afrique, noms qui traduisent à la fois l'époque de l'invasion de cette plante et le caractère massif et inexorable de cette invasion. *C. odorata*, connue maintenant de tous les paysans en Afrique centrale et occidentale, pose à tous, paysans, chercheurs, agronomes, décideurs, un défi entièrement nouveau et d'une importance cruciale pour le développement des zones rurales: apprendre à gérer cette plante de façon à en maximiser les effets bénéfiques et à en minimiser les effets néfastes [17].

II-2. Matériel végétal étudié

Des fleurs fraîches de *Chromolaena odorata* ont été récoltées dans le mois de Février 2008. Elles ont subi des distillations suivant un plan expérimental pour produire des huiles essentielles dont le rendement est étudié.

II-3. Méthodes d'étude

II-3-1. Paramètres d'étude

De manière générale, la méthode des plans d'expériences permet de créer un lien logique ou mathématique entre deux types de variables :

- *La réponse* : grandeur physique étudiée

- *Les facteurs* : grandeurs physiques modifiables par l'expérimentateur et censées influencer la valeur de la réponse.

Cette démarche vise aussi bien à comprendre les relations liant les facteurs à la réponse, que les facteurs entre eux.

Le principe est de déterminer un modèle mathématique a priori, liant la réponse aux facteurs. L'identification d'un tel modèle nécessite de quantifier d'une part, les variations de chacun des paramètres d'entrée et d'autre part, les variations observées sur la sortie. Celles-ci sont déduites des résultats de séries d'expériences, c'est-à-dire de diverses configurations des facteurs. Ces configurations sont déterminées a priori. On doit s'assurer de la possibilité de les réaliser. De plus, les facteurs doivent être indépendants (non corrélés entre eux).

La réalisation d'un plan revient à déterminer la valeur de la réponse pour ces configurations. On appelle plan factoriel complet, ou plan complet, le plan d'expériences regroupant toutes les combinaisons possibles entre les niveaux des facteurs. Son nombre de combinaisons est le produit des nombres de niveaux des facteurs.

II-3-2. Traitement mathématique

Pour étudier l'influence de plusieurs facteurs sur une réponse, la méthode la plus courante consiste à faire varier un seul facteur en gardant les autres fixes. Une autre stratégie, plus économe en expériences, peut également être envisagée : elle consiste à faire varier tous les facteurs à la fois en choisissant les valeurs extrêmes de chaque facteur pour cerner le domaine expérimental. Les codes (notation de Yates) utilisés sont alors :

- Niveau +1 pour la valeur maximale
- Niveau -1 pour la valeur minimale.

Les essais à effectuer sont ensuite représentés sous la forme d'une matrice. Dans le cadre de ce travail, nous avons choisi d'étudier l'influence de 4 facteurs (X_1, X_2, X_3, X_4) sur la réponse (Y). Le plan factoriel complet qui en résulte est de la forme 2^4 ; le 2 représentant les 2 valeurs extrêmes des facteurs et le 4, le nombre de facteurs. On doit donc réaliser $2^4 = 16$ essais pour ce plan.

La matrice des expériences qui en découle est présentée dans le **Tableau 1**. La valeur de la réponse (y_i) est notée pour chaque essai.

Tableau 1 : Matrice théorique d'expériences

N° essai	Facteurs				Interactions											Réponse
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₁₂	X ₁₃	X ₁₄	X ₂₃	X ₂₄	X ₃₄	X ₁₂₃	X ₁₂₄	X ₁₃₄	X ₂₃₄	X ₁₂₃₄	
1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	y ₁
2	+1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	y ₂
3	-1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	+1	-1	y ₃
4	+1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	+1	+1	y ₄
5	-1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	+1	-1	y ₅
6	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	y ₆
7	-1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	y ₇
8	+1	+1	+1	-1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	-1	-1	y ₈
9	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	y ₉
10	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	1	+1	y ₁₀
11	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	y ₁₁
12	+1	+1	-1	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	-1	y ₁₂
13	-1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	+1	y ₁₃
14	+1	-1	+1	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	y ₁₄
15	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	-1	y ₁₅
16	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	y ₁₆

Calcul des effets et des interactions

L'effet de chaque facteur (E_i) sur la réponse est calculé de la manière suivante.

$$E_1 = 1/16 (-y_1+y_2-y_3+y_4-y_5+y_6-y_7+y_8-y_9+y_{10}-y_{11}+y_{12}-y_{13}+y_{14}-y_{15}+y_{16})$$

$$E_2 = 1/16 (-y_1-y_2+y_3+y_4-y_5-y_6+y_7+y_8-y_9-y_{10}+y_{11}+y_{12}-y_{13}-y_{14}+y_{15}+y_{16})$$

$$E_3 = 1/16 (-y_1-y_2-y_3-y_4+y_5+y_6+y_7+y_8-y_9-y_{10}-y_{11}-y_{12}+y_{13}+y_{14}+y_{15}+y_{16})$$

$$E_4 = 1/16 (-y_1-y_2-y_3-y_4-y_5-y_6-y_7-y_8+y_9+y_{10}+y_{11}+y_{12}+y_{13}+y_{14}+y_{15}+y_{16})$$

Le calcul des effets donne un résultat numérique ; un résultat négatif indique que le passage du facteur du niveau -1 au niveau +1 diminue la valeur de la réponse. Inversement, un résultat positif indique que le passage du niveau -1 au niveau +1 augmente la valeur de la réponse. On peut également calculer les interactions entre les différents facteurs étudiés. Par exemple, l'interaction entre le facteur X₁ et le facteur X₂ sera notée X₁₂ ; c'est le produit des matrices du facteur X₁ et du facteur X₂ (Tableau 1).

Le calcul des interactions se fait selon le même principe que celui des effets :

$$X_{12} = 1/16 (+y_1-y_2-y_3+y_4+y_5-y_6-y_7+y_8+y_9-y_{10}-y_{11}+y_{12}+y_{13}-y_{14}-y_{15}+y_{16})$$

Le calcul des interactions donne un résultat numérique. En fonction de la valeur absolue de ce résultat, on peut déduire si l'interaction entre plusieurs facteurs est significative.

Estimation de la valeur des coefficients du modèle

Le plan factoriel permet d'identifier un modèle mathématique exprimé en équation (1). Il se présente sous la forme d'une équation polynômiale du premier degré, dont voici l'expression

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + \dots + a_k X_k + \dots + a_{12} X_1 X_2 + \dots + a_{(k-1)k} X_{k-1} X_k + a_{1-k} X_1 X_2 \dots X_k \quad (1)$$

avec, a_i l'effet du facteur X_i et a_{ij} l'effet des interactions entre facteurs et a_0 la réponse au centre du domaine d'expérimentation ou moyenne. Elle stipule que la réponse est une fonction linéaire de tous les facteurs. Ainsi, déterminer cette fonction, revient à trouver les coefficients de l'équation polynomiale ci-dessus.

Le traitement des résultats se fait à l'aide de la régression linéaire multiple et de l'analyse de la variance.

La détermination du domaine expérimental, des plans d'expérimentation, des estimations et les statistiques des coefficients du polynôme est réalisée, dans ce travail, à partir du logiciel xlstat-Pro-7.5.

III – RÉSULTATS EXPERIMENTAUX

III-1. Choix des paramètres

Les facteurs

Il s'agit des facteurs maitrisables, c'est-à-dire de ceux dont l'expérimentateur est capable de fixer les valeurs extrêmes ou les modalités.

Les facteurs à étudier et leurs valeurs extrêmes sont rappelés dans le **Tableau 2** :

Tableau 2 : Les quatre facteurs principaux et leurs valeurs extrêmes

Facteurs	Niveau bas : -1	Niveau haut : +1
X_1 : heure de récolte de la matière végétale	08 : 00	11 : 00
X_2 : durée de distillation	2 heures	4 heures
X_3 : masse distillée	350g	700g
X_4 : mode de distillation	Hydrodistillation	Entraînement à la vapeur d'eau

La réponse y : rendement des huiles essentielles produites partir des fleurs fraîches. Il est calculé à partir de la formule suivante :

$$\text{rendement}(\%) = 100 \cdot \frac{\text{volume}_{\text{huile essentielle distillée}}}{\text{masse}_{\text{fleurs}}} \quad (2).$$

Tableau 3 : Matrice des essais et réponse expérimentale

N° essai	X_1	X_2	X_3	X_4	rendement(%)
1	-1	-1	-1	-1	0,114
2	-1	-1	-1	1	0,114
3	-1	-1	1	-1	0,114
4	-1	-1	1	1	0,143
5	-1	1	-1	-1	0,171
6	-1	1	-1	1	0,171
7	-1	1	1	-1	0,143
8	-1	1	1	1	0,157
9	1	-1	-1	-1	0,114
10	1	-1	-1	1	0,143
11	1	-1	1	-1	0,129
12	1	-1	1	1	0,114
13	1	1	-1	-1	0,2
14	1	1	-1	1	0,229
15	1	1	1	-1	0,157
16	1	1	1	1	0,171

Niveau -1	08:00	2h	350 g	Hydrodist.
Niveau +1	11:00	4h	700 g	Vapeur d'eau

III-2. Construction des matrices d'expérience

Le **Tableau 3**, donne le plan d'expérimentation et les résultats expérimentaux. Ce tableau comportant seize (16) conditions expérimentales, dans un ordre aléatoire de production d'huiles essentielles au laboratoire, est obtenu en remplaçant dans la matrice d'expériences les niveaux extrêmes (bas et haut) des variables par les valeurs réelles des facteurs associés. La réponse expérimentale est le rendement des huiles essentielles.

IV - RESULTATS ET DISCUSSION

IV-1. Validité du modèle statistique

Tableau 4 : Inférences sur modèle

Source	ddl	Somme des carrés	Carré moyen	F de Fisher	Pr > F
Modèle	10	0,016	0,002	8,850	0,013
Résidus	5	0,001	0,000		
Total	15	0,017			

Les statistiques de la régression (**Tableau 4 et 5**) nous fournissent des renseignements précieux sur l'existence et la qualité de la modélisation. L'analyse de variance (ou ANOVA) (**Tableau 4**) nous donne la preuve de l'existence d'un modèle linéaire entre le rendement des huiles essentielles distillées à partir des fleurs de *Chromolaena odorata* et les quatre facteurs principaux énumérés ci-dessus. Par ailleurs, F (mesurant le rapport entre la variance de la variable dépendante expliquée et non expliquée par le modèle de régression) valant 8,85 (**Tableau 4**) signifie que la part de la variance du rendement des huiles essentielles expliquée par le modèle est 8,85 fois plus importante que la part de sa variance qui reste inexpliquée. Ainsi, l'influence de ces quatre facteurs permet de cerner une bonne partie de l'information sur le rendement des huiles essentielles, par une régression linéaire. Quel est alors ce pourcentage ? Le **Tableau 5**, à travers R^2_{aj} , donne une mesure de la précision de l'ajustement de la droite de régression. Il s'agit en fait du rapport entre la variation de la variable dépendante (rendement de l'huile essentielle) expliquée par le modèle de régression et sa variation totale ; la variation étant mesurée par la variance [18 - 24]. Dans notre cas, $R^2_{aj} = 0,840$ (**Tableau 5**) soit 84 % signifie que 84 % des variations du rendement des huiles essentielles sont expliquées par le modèle de régression et que 16 % reste par conséquent inexpliqué. Ainsi, il semble que, dans notre domaine d'expérimentation, une relation linéaire entre le rendement des huiles

distillées à partir des fleurs et les facteurs principaux choisis existerait avec un bon pourcentage (84 %°) du volume informationnel qui lui est associé. Les 16 % restant mettent en évidence, l'existence éventuelle d'autres facteurs maîtrisables pour connaître la totalité de leur comportement sur la réponse.

Tableau 5 : Coefficients d'ajustement du modèle

R (coefficient de corrélation)	0,973
R ² (coefficient de détermination)	0,947
R ² aj. (coefficient de détermination ajusté)	0,840
SCR	0,001

IV-2. Optimisation des conditions de production d'huile essentielle

IV-2-1. Etude de l'effet des quatre facteurs

Les estimations et les statistiques des différents coefficients du polynôme sont présentées dans le **Tableau 6** suivant. Les études statistiques ont pris en compte les facteurs principaux et les interactions d'ordre deux (2) uniquement.

Tableau 6 : Estimations et statistiques des coefficients des facteurs et de leurs interactions

Paramètre	Valeur	Ecart-type	t de Student	Pr > t	Borne inférieure 95 %	Borne supérieure 95 %
<i>Constante</i>	<i>0,149</i>	<i>0,003</i>	<i>43,926</i>	<i>< 0,0001</i>	<i>0,140</i>	<i>0,158</i>
X ₁	0,008	0,003	2,395	0,062	-0,001	0,017
X ₂	<i>0,026</i>	<i>0,003</i>	<i>7,628</i>	<i>0,001</i>	<i>0,017</i>	<i>0,035</i>
X ₃	-0,008	0,003	-2,358	0,065	-0,017	0,001
X ₄	0,006	0,003	1,843	0,125	-0,002	0,015
X ₁₂	0,006	0,003	1,843	0,125	-0,002	0,015
X ₁₃	-0,006	0,003	-1,879	0,119	-0,015	0,002
X ₁₄	0,001	0,003	0,258	0,807	-0,008	0,010
X ₂₃	<i>-0,010</i>	<i>0,003</i>	<i>-2,911</i>	<i>0,033</i>	<i>-0,019</i>	<i>-0,001</i>
X ₂₄	0,001	0,003	0,258	0,807	-0,008	0,010
X ₃₄	-0,001	0,003	-0,295	0,780	-0,010	0,008

IV-2-2. Comparaison des effets des facteurs principaux et équation du modèle de la régression:

La comparaison de la valeur absolue des coefficients des effets principaux du tableau 6 et celle de la pente des segments du graphique 1 permet ainsi de classer les facteurs par effet décroissant. Premièrement la durée de distillation (X_2), secondement la masse des fleurs (X_3), troisièmement la date de récolte des fleurs (X_1) et enfin, quatrièmement, le mode de distillation des fleurs (X_4).

L'analyse des statistiques du **Tableau 6** montre que l'effet principal le plus important et le plus significatif est la durée de distillation (X_2) des fleurs dans le réacteur, les autres facteurs pouvant être négligés (car les preuves statistiques ne sont pas réunies pour valider les effets de ces facteurs). Concernant les interactions, la plus importante et la plus significative est l'interaction X_{23} entre la durée de distillation (X_2) et la masse des fleurs (X_3). En définitive, l'équation (1), du rendement des huiles essentielles distillées en fonction des différents paramètres devient :

$$Y = 0,149 + 0,026X_2 - 0,010X_{23} \quad (3).$$

L'équation du modèle est un polynôme de premier degré. Donc le rendement des huiles essentielles distillées des fleurs de *Chromolaena odorata* est une fonction linéaire de l'effet de la durée de distillation dont l'influence est dépendante de la masse des fleurs dans le distillateur. L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences [2].

Dans cette étude, il apparaît que le facteur ayant une influence significative sur le rendement des huiles essentielles est la durée de distillation des fleurs dans le distillateur. L'effet de ce facteur est modifié par la masse des fleurs. Comment ?

IV-2-3. Tracés des graphiques d'influence

Après avoir mis en évidence le modèle expérimental et vérifié l'adéquation entre ce modèle et le procédé réel dans le domaine étudié, le modèle sera utilisé pour comprendre la distillation des huiles essentielles en traçant des graphiques d'effets du facteur et de l'interaction.

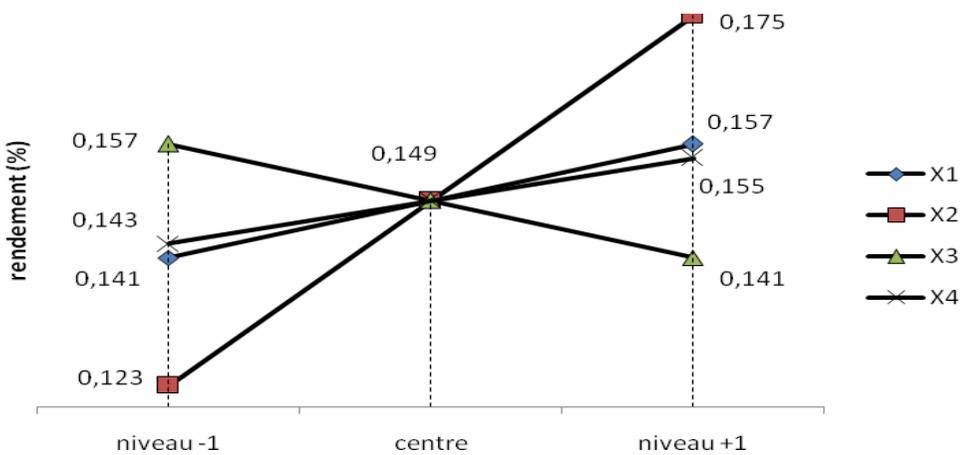


Figure 1 : Comparaison graphique des effets des quatre facteurs

Effet des facteurs significatifs :

La valeur au centre du domaine d'étude est 0,149 % (c'est-à-dire la moyenne).

L'effet de la durée de distillation des fleurs de *Chromolaena odorata* est de +0,026 % pour une variation de 1h de distillation des fleurs. Il en résulte qu'il faut augmenter la durée de distillation des fleurs pour augmenter le rendement des huiles essentielles. D'après l'équation (2), ce facteur permet de modifier le rendement de 0,123 % à 0,175 % selon que son niveau soit -1 ou +1.

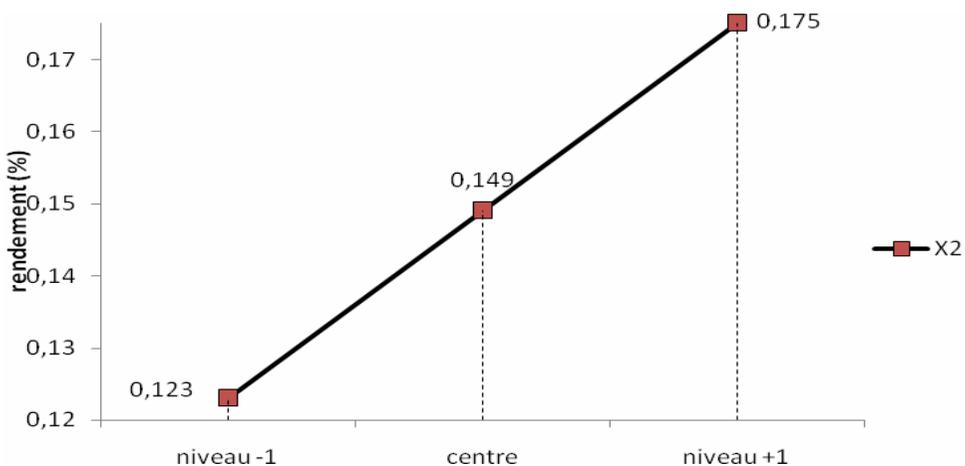


Figure 2 : Représentation des effets des facteurs influents

Influence de l'interaction :

On peut réaliser le même type de tracé pour les interactions du modèle. En utilisant l'équation (2), il est possible de déduire l'effet des interactions du modèle sur la réponse. La valeur de l'effet de la durée de distillation des fleurs (X_2) peut être augmentée ou diminuée en fonction de la valeur du niveau de la masse des fleurs X_3 . Par conséquent, l'effet de la durée de distillation passe de $-0,036$ à $+0,036$ lorsque la masse vaut 350 grammes. Lorsque la masse est égale à 700 grammes, l'effet de la durée de distillation modifie le rendement de $-0,016$ à $+0,016$. Ces résultats sont illustrés sur la figure 3 ci-contre où apparaissent les valeurs du rendement correspondantes aux limites du domaine d'expérimentation. Il est ainsi démontré que lorsque la masse vaut 350 grammes et que la durée de distillation est de quatre heures, le rendement atteint sa valeur maximale. Ainsi, pour une masse de 350 grammes, quatre heures de distillation des fleurs produit plus d'huile essentielle qu'avec 700 grammes de fleurs et la différence est très nette comme le montre la figure ci-contre. Par contre, pour une masse de 700 grammes le passage de deux heures à quatre heures de distillation augmente aussi le rendement mais très peu.

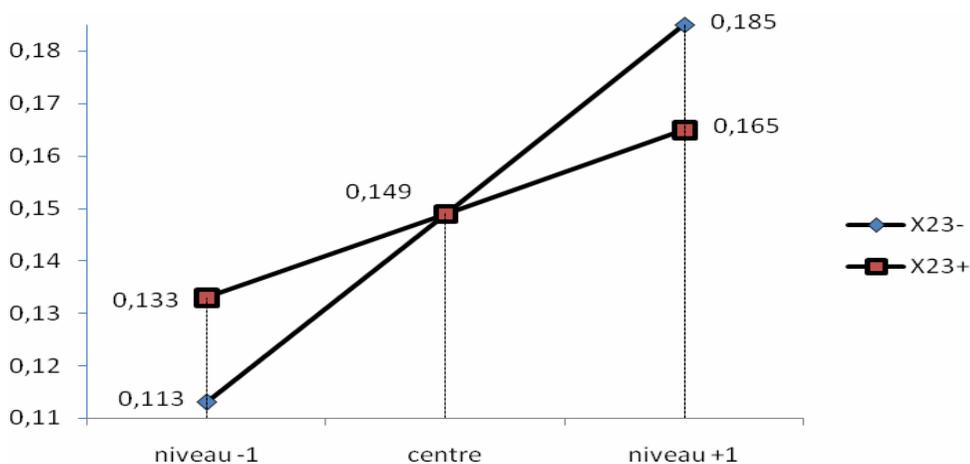


Figure 3 : Représentation des effets de l'interaction

V - CONCLUSION

Pour comprendre la variabilité de toutes les grandeurs liées aux huiles essentielles extraites des fleurs, quatre facteurs maitrisables ont été étudiés pour quantifier et comparer leur influence sur le rendement des huiles essentielles de *Chromolaena odorata*, par un plan factoriel complet 2^4 sans répétitions. Cette

étude a permis de mettre en évidence que le facteur le plus important est, premièrement, la durée de distillation des fleurs (X_2), suivi, secondement, de la masse des fleurs dans le distillateur (X_3), puis, troisièmement, de l'heure de récolte des fleurs (X_1) et enfin, quatrième du type de distillation des fleurs. Parmi ces quatre facteurs seule la durée de distillation des fleurs est significative dans le domaine d'expérimentation. Ces expériences ont conduit à un modèle mathématique sous forme de polynôme de premier degré qui permet de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences. Les facteurs en interaction sont la durée de distillation et la masse des fleurs. Il semble que, dans ce domaine expérimental, que distiller longtemps une masse moindre des fleurs de *Chromolaena odorata* permettrait d'augmenter le rendement des huiles essentielles.

RÉFÉRENCES

- [1] - M.-C. MARTINI, M. SEILLER, coord. Éditions Tec & Doc - EM Inter – Lavoisier 800 p, 3e édition, mars (2006).
- [2] - [2] J. GOUPY, "Plans d'expériences ", tutoriel, *Revue MODULAD*, (2006), Numéro 34.
- [3] - J. GOUPY Introduction aux plans d'expériences, Dunod, Paris, 2001,
- [4] - Y. LEDOUX, *thèse de doctorat, université de Savoie Imeca*, soutenue le 12 Décembre 2005.
- [5] - S. MAXWELL, "Designing experiments and analysing data, A model comparison perspective", Harold D. Delaney, (2003).
- [6] - J. GOUPY, Plans d'expériences pour surfaces de réponse, Dunod, (1999),
- [7] - J-J. DROESBEKE, J. FINE, G. SAPORTA, Plans d'expériences, applications à l'entreprise, Editeurs, Technip
- [8] - P. SCHIMMERLING, J-C SISSON, AI ZAÏDI, Pratique des plans d'expériences, Tec&Doc
- [9] - M. PILLET, Edition d'organisation, Eyrolles, (2003).
- [10] - M. PILLET, , Edition d'organisation, (1997).
- [11] - DOUGLAS C. MONGOMERY, "Design and analysis of experiments", Fourth Edition, (1996)
- [12] - D. BENOIST, Y. TOURBIER, S. GERMAIN TOURBIER, Lavoisier, Tel & Doc, (1994).
- [13] - M. FEKI, H. FERID AYEDI, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, June (2000).Volume 78,
- [14] - T. SILOU, M. MALANDA and L. LOUBAKI, *Journal of Food Engineering*, Volume 65, Issue 2, Novembre (2004), 219-223.
- [15] - D. MACHEBOEUF, Y. PAPON, M. ARTURO-SCHAAN, J.-L. MOUSSET et R. CHEREL, *Renc. Rech. Ruminants*, (2006), 13.

- [16] - L.GAUTIER, Ph D, Université Genève. (1992)
- [17] - R. MINUAPPAN, P. FERRAR, J.P. AESCHLIMAN, et H. DE FORESTA, édité par usha k. prasad, *Agricultural Experiment Station University of Guam, Mangilao*, GUAM, USA, Publication n°202, (1996)
- [18] - G. SAPORTA, Technip, deuxième édition, 2006.
- [19] - S. TUFFERY, Technip, (2007).
- [20] - M. TENENHAUS, Dunod, (2007).
- [21] - P.-A. CORNILLON et E. MATZNER-LØBER, Springer, (2007).
- [22] - P.C. BESSE, C. LE GALL, N. RAIMBAULT et S. SARPY, *Journal de la Société Française de Statistique* (2001) 142:5–36,.
- [23] - J.-M. AZAIS et J.-M. BARDET, Dunod, 2005.
- [24] - A. BACCINI et P. BESSE, (2000). www.upstlse.fr/Besse/enseignement.html.