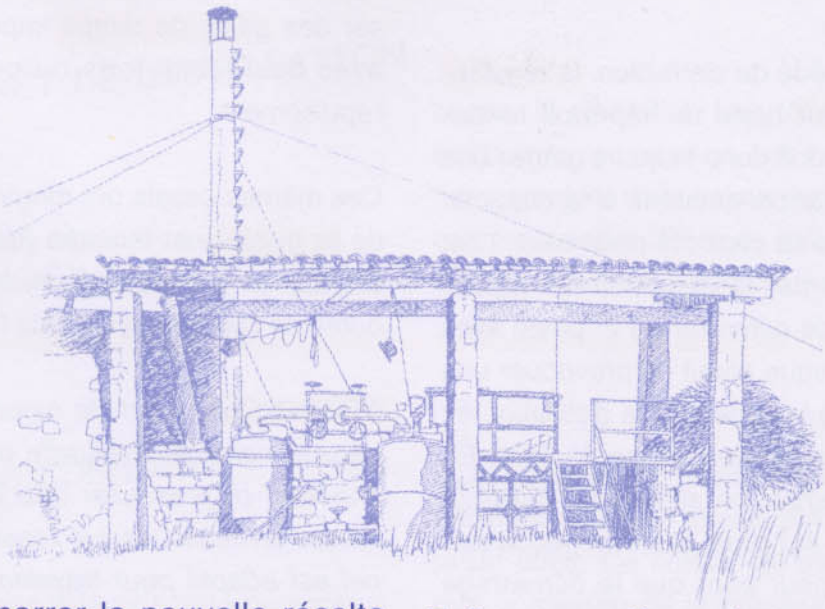
HORIZONS bleus

CONSEILS POUR LA DISTILLATION ET L'OBTENTION D'UNE QUALITE OPTIMALE



Avant de démarrer la nouvelle récolte, cette fiche a pour objectif de vous aider de façon constructive à extraire des produits de qualité en optimisant la distillation. Les points abordés sont ceux qui sont reconnus à ce jour comme étant les principaux.

Nous rappelons d'abord quelques règles sur la Conduite de la Distillation, dont certaines peuvent paraître évidentes car maintes fois répétées, mais n'oubliez pas qu'elles sont fondamentales.Ensuite, vous trouverez un aperçu des différentes Dégradations des huiles essentielles et comment les éviter. Ce chapitre vous sensibilisera aux problèmes qualitatifs qui peuvent exister, et vous permettra de prendre certaines précautions, qui n'auront pas forcément d'incidence sur les coûts de production.

Enfin, vous découvrirez un chapitre consacré au Traitement de l'eau et à la conduite de la chaudière, car la chaudière et son fonctionnement restent les piliers de la distillation, et la plupart des difficultés rencontrées dans les distilleries découlent de la chaudière.

Vous avez là un résumé des connaissances actuelles, mais les travaux se poursuivent et vous serez régulièrement informés de leur avancement.

Nous vous rappelons que le CRIEPPAM est à votre écoute pour étudier vos projets de modernisation, mais également pour analyser avec vous les difficultés techniques que vous rencontrez et pour optimiser vos installations existantes.

CONDUITE DE LA DISTILLATION

La conduite de la distillation doit permettre d'extraire le maximum d'huile essentielle, avec la qualité requise et ce, avec des coûts maîtrisés. Ces quelques éléments sont destinés à vous aider dans la prise de décision. Les nouvelles techniques de récolte et de distillation, qui ont permis des avancées considérables, montrent aussi qu'elles sont beaucoup plus délicates à maîtriser.

DÉBITS DE VAPEUR

Quel que soit le procédé de distillation, la régularité du débit de vapeur reste un impératif fondamental, la chaudière doit donc toujours garder une réserve de vapeur. Par conséquent, si la chaudière est déjà proche de sa capacité maximale, il est déconseillé d'augmenter la demande de vapeur (Éviter par exemple de démarrer un 2° poste avec un débit faible). Le risque serait de provoquer une aspiration d'eau dans la vapeur et la distillation en cours serait pénalisée par une baisse de débit. En voulant gagner du temps, on allonge en réalité la durée de distillation, et l'autre poste ne reçoit pas suffisamment de vapeur pour que le démarrage soit rapide.
Les essais conduits par le CRIEPPAM ont montré que la consommation de vapeur n'augmente pas quand le débit augmente (Essais jusqu'à 420 kg/h/m^2), ce qui signifie qu'il est possible de réaliser des gains de temps importants en travaillant avec des débits forts du préchauffage jusqu'à l'épuisement.

Ces mêmes essais ont montré que la dégradation de la qualité est moindre lorsque les débits sont élevés, ce qui est logique dans la mesure où la durée de l'opération est plus faible.

ATTENTION: *Avant de modifier quoi que ce soit dans la conduite habituelle de la distillation, il est impératif de s'assurer que la sécurité n'est pas remise en cause, et que l'ensemble de votre matériel est adapté pour travailler correctement dans de nouvelles conditions (chaudière, tuyauteries, refroidisseurs, essencier, débitmètre ..). N'hésitez pas à contacter le CRIEPPAM en cas de doute.*

REMPLISSAGE ET TASSAGE HOMOGÈNES

L'homogénéité de remplissage permettra de raccourcir la durée de l'extraction et d'assurer un épuisement complet. Attention cependant, le phénomène de "cheminée" sera d'autant plus important que le débit sera fort. Le remplissage est donc primordial. Lorsque le caisson est rempli au fur et à mesure par la récolteuse, il est nécessaire de monter plusieurs fois dans le caisson pour homogénéiser le remplissage et tasser les bordures.

TEMPÉRATURE ET REFROIDISSEMENT À L'ESSENCIER

Les essais conduits par le CRIEPPAM ont montré qu'il n'est pas souhaitable d'avoir une température inférieure à 25°C (risques de mauvaise décantation), ni supérieure à 35°C (risques pour la sécurité car montée en pression et risques de dégradation de la qualité). Pour une bonne décantation, le dimensionnement de l'essencier est fondamental.

MANIPULATION DES VANNES

Il est important de manipuler les vannes lentement, aussi bien lors de l'ouverture que lors de la fermeture, ceci pour éviter les coups de bélier, et la dégradation de la qualité de la vapeur due à un appel trop brusque (aspiration d'eau).

LE POINT D'ARRÊT DE DISTILLATION

La composition de l'huile essentielle évolue tout au long de la distillation, par conséquent, il ne faut pas couper la distillation trop tôt sous peine de déséquilibrer la composition. Les notes de fin de distillation apportent de la valeur au produit, et la prise en compte du seul critère de rentabilité n'est pas suffisant pour stopper l'extraction.

LE MATÉRIEL DE CONTRÔLE

Le débit de vapeur étant le principal paramètre dans la conduite de distillation, il est fortement recommandé de travailler à l'aide d'un débitmètre, totalisateur si possible. La fiabilité d'un débitmètre doit être contrôlée régulièrement, et au moins une fois par saison. Pour cela, il suffit de mesurer le débit d'hydrolat à la sortie de l'essencier (à l'aide d'un seau et d'une montre avec trotteuse). Le débitmètre permet également de suivre la régularité du débit. Ce critère est beaucoup plus objectif que la mesure de la pression, qui est néanmoins intéressante et capitale pour la conduite des chaudières à paille.

La maîtrise de la température de sortie du refroidisseur se fait par la maîtrise des paramètres du circuit de refroidissement: débit de refroidissement et température de l'eau froide.

ECHANTILLONNAGE

L'échantillon doit être représentatif du lot. La composition étant variable lors de la distillation, il est nécessaire de faire le prélèvement sur la totalité de la «passe». L'échantillonnage peut se faire par exemple dans le fût après l'avoir agité, en attachant le flacon avec une ficelle.

LES DÉGRADATIONS DES HUILES ESSENTIELLES ET COMMENT LES ÉVITER

Ici sont donnés les principaux éléments connus de dégradation qualitative pouvant survenir lors de la distillation. Le soin que vous devrez apporter à votre procédé dépendra bien sûr des exigences de votre acheteur, cependant la plupart des précautions n'ont pas d'incidence sur le coût de production. Dans ces cas là, il n'y a pas de raisons pour laisser dégrader le produit.

L'HYDROLYSE

Définition:

L'hydrolyse est une réaction chimique entre un ester et de l'eau conduisant à un composé alcool et un acide (le mot alcool étant employé ici au sens chimique du terme). Les huiles essentielles sont riches en esters et sont donc sensibles à l'hydrolyse lors de la distillation à la vapeur d'eau. Par exemple, pour les lavandes, l'acétate de linalyle (ester) peut être transformé en linalol (alcool). Ces réactions chimiques sont d'autant plus importantes que la présence d'eau est importante et que la durée de contact entre l'eau et l'huile essentielle est longue. Ces réactions sont accompagnées par la formation de nouvelles molécules, comme par exemple l'α-terpinéol, qui est alors utilisé comme marqueur de l'hydrolyse. L'hydrolyse modifie la composition originelle du produit et le maximum de précautions doivent être prises pour l'éviter.

Les facteurs qui augmentent l'hydrolyse:

- *L'humidité du végétal:* elle est déterminée par le mode de récolte (préfanage ou non), le stade de récolte (maturité plus ou moins avancée) et le moment de la récolte (la présence de rosée ou de pluie). Lorsque l'humidité du végétal est élevée, la durée de préchauffage est allongée et la quantité d'eau en contact avec le végétal augmente: l'hydrolyse est accentuée.
- *La mauvaise qualité de la vapeur:* la présence de particules d'eau dans la vapeur, phénomène appelé primage (voir paragraphe chaudière), conduit à plus d'eau en contact avec le végétal et par conséquent, plus d'hydrolyse.
- *La durée de distillation:* plus elle est importante, plus le produit est hydrolysé.

FERMENTATION LORS DE L'ATTENTE ENTRE LA RÉCOLTE ET LA DISTILLATION

Pour du végétal vert, il est important de distiller dès que possible après avoir rempli le caisson, sinon, des réactions de fermentation démarrent et la qualité peut être gravement altérée. Certains composés nobles de l'essence sont très sensibles, c'est le cas par exemple de l'acétate de lavandulyle, qui est rapidement dégradé ce qui conduit à une huile essentielle hors norme. Le phénomène de dégradation sera accentué par la chaleur du soleil, l'humidité du végétal et la durée de l'attente, c'est donc une question de bon sens. La bonne organisation et la synchronisation des chantiers de récolte - transport – distillation est déterminante.

PRÉSENCE D'UNE ODEUR HERBACÉE

Ce phénomène est caractéristique de la récolte en vert broyé. La présence d'une note herbacée (odeur d'herbe coupée) est d'autant plus importante que la récolte est précoce. La principale molécule provoquant cette odeur est le Cis 3-Hexenol. Le mode de broyage, la taille des brins et l'état des couteaux jouent aussi un rôle important pour ce phénomène. Des essais seront conduits par le CRIEPPAM en 2002 pour préciser le sens d'évolution de la qualité en fonction des paramètres de broyage.

PRÉSENCE D'EAU DANS L'HUILE ESSENTIELLE

Ce problème, rencontré par les industriels, est relativement récent, et concerne apparemment plutôt le produit issu de récolte en vert broyé. L'huile essentielle, après avoir été décantée correctement, apparaît parfaitement claire. Lors d'un transport, ou d'un choc thermique, des quantités non négligeables d'eau précipitent au fond des fûts. Cette eau est certainement en émulsion dans l'huile essentielle, et lorsque l'émulsion est cassée, l'eau précipite. Ce phénomène n'est pas encore bien connu à ce jour, et des travaux seront conduits dès 2002 pour rechercher les paramètres qui favorisent cette présence d'eau invisible.

MATURITÉ AU MOMENT DE LA RÉCOLTE

La composition de l'huile essentielle varie avec la maturité. Ces variations sont plus importantes pour les lavandes que pour les lavandins. La récolte à un stade trop précoce ou trop tardif peuvent conduire à des essences hors norme. En début de floraison, les notes de tête et les alcools sont prépondérants, en fin de floraison, ce sont les esters et les notes dites 'de fond' qui prennent de l'importance. Le stade de récolte doit être adapté aux besoins de l'acheteur. Toutefois, une récolte trop précoce signifie aussi un taux d'humidité élevé, et donc plus de risques d'hydrolyse, l'essence peut alors être hors norme pour plusieurs raisons.

POLLUTION DE L'HUILE ESSENTIELLE

La pollution peut être végétale, et même pour des proportions très faibles, l'essence peut être très affectée du point de vue olfactif (par exemple, présence d'hysope), mais aussi d'un point de vue visuel par coloration de l'essence (présence de millepertuis ou ronces par exemple). Il arrive aussi que l'huile essentielle soit polluée par l'alambic lorsque le circuit n'est pas correctement nettoyé entre deux produits (pollution de lavande avec du lavandin par exemple). Généralement un nettoyage à la vapeur s'impose lors d'un changement de produit, y compris pour l'essencier.

CONDITIONS DE STOCKAGE

Le stockage de l'huile essentielle doit se faire dans un emballage propre, nettoyé à la vapeur si nécessaire, ou rincé à l'eau chaude et égoutté. L'emballage doit contenir l'essence représentative de la totalité d'une "passe". En effet, la composition de l'essence étant variable au cours de la distillation, il est important de ne pas séparer le début et la fin.

Les matériaux utilisés peuvent être: certains plastiques, l'inox, l'acier galvanisé ou verni à l'intérieur. Toutefois, il faut être vigilant sur l'état, car l'acier mis à nu peut conduire à une oxydation qui peut colorer les essences.

Le contact prolongé de l'huile essentielle avec l'air conduit à l'oxydation des ocimènes, il faut donc éviter une aération prolongée. Toutefois une aération de 15 jours par ouverture des fûts pour du produit issu de récolte en vert broyé est bénéfique pour la qualité olfactive.

Le stockage doit se faire à l'abri de la lumière, dans un local ayant peu d'amplitude thermique, il faut également s'assurer de l'absence d'eau au fond des fûts car celle ci peut dégrader l'essence.

TRAITEMENT DE L'EAU ET CONDUITE DE LA CHAUDIÈRE

La bonne conduite de la chaudière et une maîtrise de la qualité de l'eau de chaudière sont les fondements d'une bonne distillation. Les eaux de nos régions sont souvent très dures et négliger le traitement d'eau revient à réduire la durée de vie de la chaudière et peut avoir des conséquences néfastes sur la distillation. Tous les types de chaudières sont concernés, y compris les chaudières à paille. Les phénomènes sont les mêmes, mais ils sont plus ou moins accentués selon la pression et les débits de fonctionnement.

LES ENJEUX DU CONDITIONNEMENT DE L'EAU

Les phénomènes de corrosion:

L'eau contient naturellement de l'oxygène, environ 10 mg/l à 15°C et 1.6 mg/l à 90°C. Cet oxygène dissous provoque la corrosion de l'intérieur de la chaudière. Le phénomène est d'autant plus important que la pression dans la chaudière est élevée et que la température de l'eau d'alimentation est faible.

Par conséquent, il est nécessaire de mettre en place un dispositif permettant de réduire l'oxygène afin d'éviter les corrosions. Cette fonction est remplie par le produit injecté avec la pompe doseuse, ce produit contient des sulfites qui neutralisent l'oxygène. D'autres produits entrent également dans la composition du produit de traitement, on peut avoir par exemple un phosphatant, un dispersant ou un régulateur de pH.

Les phénomènes d'entartrage:

Les bicarbonates (de calcium par exemple) sont des sels minéraux présents dans des proportions variables selon l'origine de l'eau. A l'intérieur de la chaudière, ils se transforment en carbonates en formant du tartre sur les points les plus chauds: les tubes de fumées.

Pour éviter ce phénomène, il faut adoucir l'eau (résines échangeuses), le procédé consiste à échanger les ions calcium contre des ions sodium. Le bon fonctionnement de l'adoucisseur est mesuré par le TH (Titre Hydrométrique) dans la bâche, il doit être égal à 0.

Le phénomène de concentration:

Les sels minéraux présents dans l'eau ne sont pas volatils, ils restent donc dans la chaudière, alors que l'eau pure s'en va sous forme de vapeur et que de l'eau chargée en sels minéraux arrive dans la chaudière.

Cela conduit au phénomène de concentration, et au bout d'un certain temps, l'eau de la chaudière est saturée en sels minéraux, le rendement de la chaudière diminue, l'eau est en forte ébullition dans la chaudière et des particules d'eau partent dans la vapeur: c'est le primage chimique.

Pour éviter le primage chimique il faut maintenir la concentration dans la chaudière au niveau indiqué par le constructeur. Le niveau de concentration se mesure par le TAC (Titre Alcalimétrique Complet) et par le TA (Titre Alcalimétrique), ces valeurs sont contrôlées dans l'eau de la chaudière.

Pour diminuer le TAC, il est nécessaire d'effectuer des purges de chaudière régulièrement, la quantité de purges dépend de la qualité de l'eau d'alimentation. Les purges peuvent représenter jusqu'à 20 % de l'eau consommée par la chaudière, mais la perte d'énergie sous forme d'eau chaude est largement compensée par l'amélioration du rendement de la chaudière.

Les purges doivent être réalisées pendant le changement de poste, au moment où la chaudière "peine" le moins.

LE CONTRÔLE DES EAUX

Il est fortement souhaitable que chaque distillerie soit équipée du matériel nécessaire pour la mesure du TAC, du TH et du taux de sulfites.
En plus de ces contrôles que chacun peut réaliser, il est recommandé que la société qui fournit les produits de traitement passe au moins une fois pendant la campagne, et fasse un diagnostic complet et précis, cette société pourra vous fournir en matériel de contrôle des eaux.

- Contrôle du TA et du TAC:
C'est l'eau de la chaudière qui doit être analysée. La mesure se fait à l'aide d'un réactif qu'il faut ajouter à l'échantillon d'eau. Le nombre de gouttes ajoutées pour obtenir le changement de couleur permet de connaître le TAC.
Les constructeurs de chaudières préconisent en général un TAC inférieur à 100°f (le TA est préconisé à 0,7 fois le TAC).
Lorsque le TAC est trop élevé, il faut augmenter les purges en nombre et en volume. Il existe aussi des dispositifs de purge automatique en continu très efficaces. Ces systèmes déconcentrent les eaux de surface mais ils ne dispensent pas de faire les purges d'évacuation des boues au fond de la chaudière. En début de campagne, la mesure doit être réalisée plusieurs fois par jour jusqu'à trouver le bon rythme de purges, ensuite, le contrôle peut être journalier.

- Contrôle des sulfites:
Les sulfites doivent être en léger excès pour montrer que l'oxygène a été totalement neutralisé. Le contrôle se fait à l'aide de bandelettes à tremper dans un échantillon d'eau de la chaudière. La coloration de la bandelette indique l'excès de sulfites.
Ce contrôle devrait être fait tous les jours. En cas de carence en sulfites, il faut augmenter légèrement le réglage de la pompe doseuse. Toutefois, l'excès de sulfites ne doit pas être trop élevé non plus car ceci augmente le TAC et conduit à une surconsommation de produits de traitement.

- Contrôle du TH:
Ce contrôle doit se faire sur l'eau adoucie qui se trouve dans la bâche d'alimentation de la chaudière. La lecture peut être faite à l'aide de bandelettes ou avec un réactif. Le TH dans la bâche doit être égal à zéro. Lorsque ce n'est pas le cas, il faut faire contrôler l'adoucisseur: fréquence de rinçage et éventuellement état des résines. Il est conseillé de contrôler le TH tous les jours.

CARACTÉRISATION DU PRIMAGE

Le primage peut être d'origine chimique, c'est le phénomène de concentration (dès que le TAC dépasse 150 °f). Le primage peut aussi être mécanique: lorsque la quantité de vapeur demandée est supérieure à la capacité de la chaudière, on assiste alors à un phénomène d'aspiration de vapeur et d'eau, la pression de la chaudière ne monte plus. Le primage a des effets néfastes sur le rendement de la chaudière, le rendement de la distillation et sur la qualité de l'huile essentielle. Sur les chaudières basse pression ou à paille, le phénomène existe de la même façon.
Le primage se traduit par une présence d'eau au fond des vases ou caissons, il n'y a pas de primage lorsque le fond du caisson est sec en fin de distillation. Le primage se visualise également par les niveaux de la chaudière qui sont instables, cela signifie que l'intérieur de la chaudière est en agitation importante. Dans ces cas là, il vaut mieux arrêter la chaudière à la fin d'une passe et vider un tiers de la chaudière, puis redémarrer avec de l'eau neuve.

GESTION DE L'ÉNERGIE

La comptabilisation du carburant consommé, et de la vapeur produite permet de calculer la quantité de vapeur produite par unité de carburant consommé, ce qui donne le rendement global de la chaudière et permet de détecter d'éventuels dysfonctionnements.

Le préchauffage de l'eau d'alimentation de la chaudière permet de faire jusqu'à 12% d'économie d'énergie. Le meilleur moyen pour chauffer l'eau d'alimentation est de récupérer la chaleur sur la sortie du caisson ou du vase. De plus, l'eau chaude contient moins d'oxygène, ce qui permet aussi d'économiser du produit de traitement.

RÉGLEMENTATION POUR LES CHAUDIÈRES

La réglementation sur les chaudières est indépendante de la réglementation sur les distilleries. Pour les chaudières de pression supérieure à 0,5 bars. Il est important de rappeler que des visites périodiques sont obligatoires tous les 18 mois et l'épreuve de la chaudière doit être réalisée tous les dix ans ou en cas de changement de propriétaire. Ces contrôles doivent être réalisés par des organismes agréés. La réglementation complète est importante, et vos meilleurs conseillers restent le responsable de votre contrat d'entretien de la chaudière ainsi que l'inspecteur chargé des visites périodiques.

QUELQUES ADRESSES UTILES

Contrat d'entretien de chaudières

SOGETHA	54 Route de la Luye - 05000 GAP	04 92 52 82 30
BABCOK WANSON	Route de Nîmes - 30470 AIMARGUES	04 66 88 54 56
SOTHIREC	335, chemin des Dupines - BP 24 - 30100 ALES	04 66 52 11 64

Traitement de l'eau

PERMO	73, Bd de St Marcel - 13011 MARSEILLE	04 91 44 87 86
HYDROPUR	26, Bd de l'Armistice - 84000 AVIGNON	04 90 13 15 65
TRESCH	36, Rue Émile Décorps - 69100 VILLEURBANNE	04 72 33 75 72
BABCOK WANSON	Route de Nîmes - 30470 AIMARGUES	04 66 88 54 56
CULLIGAN	ZAC Grand Angles - Chemin Dinarelles - 30133 Les ANGLES	04 90 15 14 44
BEZ	46, Rue LANDY - 93210 LA PLAINE ST DENIS	01 49 17 53 00

Visites réglementaires

APAVE	MARSEILLE	04 91 04 29 00
	VALENCE	04 75 82 16 50
VERITAS	AIX EN PROVENCE	04 42 37 25 00
	AVIGNON	04 90 03 99 80
	VALENCE	04 75 78 17 60

Rédaction : Bert CANDAELE (CRIEPPAM) avec la collaboration de MM Pierre Philippe GARRY et Gérard POLGE (Le Clos d'Aguzon), Raymond AGNEL (AGNEL SA.), Marc LALANDE (SA H. REYNAUD et Fils), Claude CHAILAN (ONIPPAM), André AUBANEL (distillateur); Charles AUBRY (distillateur), Jean-Paul PELISSIER (distillateur), Philippe SOGUEL (distillateur); avec le soutien de la Fédération Nationale des Distillateurs de PPAM ainsi que de la Fédération Nationale des producteurs de Lavandes et Lavandins
Mise en forme : Brigitte LAROCHE (ARDEPI) - **Illustration** : Bernard NICOLAS -
Secrétariat : CRIEPPAM, traverse des métiers, Z.I. St-Joseph 04100 MANOSQUE - Tél : 04 92 87 70 52 - Fax : 04 92 72 72 09
DOCUMENT REALISE AVEC LE CONCOURS FINANCIER DE L' ONIPPAM, DU CONSEIL RÉGIONAL PACA ET DU CONSEIL RÉGIONAL RHÔNE ALPES

Imp. Nouvelle Sisteron