



Faculté des sciences et technologie  
Département d'électrotechnique  
*Laboratoire des sciences et techniques de l'eau*

## THESE de DOCTORAT

Spécialité : Electrotechnique

Intitulée

# Contribution à l'application du champ électrique pulsé en biotechnologie

*Présentée par* : HADRI Mohamed Abdelatif

*Soutenue, le* 19/10 /2023

Devant le jury :

Président	EL KEBIR Abdelkader	Professeur	Université de Mascara
Encadreur	BENMIMOUN Youcef	Professeur	Université de Mascara
Examineur	OUIDIR Rabah	Professeur	Université de USTO-MB d'Oran
Examineur	MILOUDI Kaddour	MCA	Université de Mascara
Examineur	BEKKARA Mohammed Fethi	MCA	Université de Mascara

Année Universitaire : 2022- 2023

## Remerciement

Ce travail de thèse, effectué au laboratoire des sciences et techniques de l'eau (LSTE) à l'université de Mascara, sous la direction de Prof BENMIMOUN Youcef, a vu l'implication de nombreuses collaborations, et je tiens à remercier tous les acteurs de ce projet.

Une partie de ce travail a été effectuée au Laboratoire de Recherche sur les Systèmes Biologiques et la Géomatique (LRSBG) à l'université de Mascara avec le directeur Prof HAMIMED Abderrahmane. Je suis heureux de lui témoigner ici ma reconnaissance pour l'efficacité et la bienveillance avec laquelle il a constamment guidé et encouragé ce travail en faisant preuve d'une grande disponibilité. Qu'il trouve ici, l'expression de ma profonde gratitude.

Je suis vivement reconnaissant à l'ensemble des membres du jury qui ont accepté d'être rapporteurs de cette thèse à une période très chargée.

Enfin, je voudrais témoigner toute ma reconnaissance et bien plus encore, à ceux qui sont chers à mon cœur, ma mère, mon père, ma sœur, ma famille et mes amis, pour l'amour, le soutien et les encouragements qu'ils m'ont toujours montrés ... merci infiniment ...

## Table des matières

Introduction générale .....	1
<b>Chapitre 1 : Techniques de génération de la haute tension</b>	
1.1. Introduction.....	5
1.2. Génération de la haute tension continue.....	5
1.2.1. Circuit redresseur demi-onde.....	6
1.2.2. Circuit doubler de Greinacher.....	7
1.2.3. Circuit multiplicateur de tension Cockroft-Walton.....	8
1.2.4. Générateur électrostatique.....	9
1.3. Génération de la haute tension alternative.....	11
1.3.1. Transformateurs en cascade.....	11
1.3.2. Circuit résonnant en série.....	13
1.4. Générateurs d'énergie pulsée.....	15
1.4.1. Générateur haute tension de Marx.....	15
1.4.2. Générateur d'impulsions haute tension pour un filtre électrostatique.....	17
1.4.3. Générateur d'impulsions HT utilisant des composants de stockage d'énergie et un transformateur.....	19
1.4.4. Générateur d'impulsions haute tension utilisant un condensateur non linéaire.....	21
1.4.5. Générateur d'impulsions haute tension utilisant des MOSFET parallèles.....	23
1.4.6. Générateur d'impulsions haute tension utilisant des MOSFET série.....	25
1.5. Mesure de hautes tensions et courants.....	26
1.6. Conclusion.....	27
<b>Chapitre 2 : Traitement par champ électrique pulsé</b>	
2.1. Introduction.....	28
2.2. Champ électrique.....	28
2.2.1. Champ électrique statique.....	29
2.2.2. Champ électromagnétique.....	30
2.2.3. Champs électriques pulsés.....	31
2.2.4. Milieu diélectrique soumis à un champ électrostatique.....	31
2.2.5. Milieu diélectrique soumis à un champ électrique à variation sinusoïdale.....	32
2.2.6. Milieu conducteur et diélectrique soumis à un champ électrique sinusoïdale.....	33
2.3. Théories d'électroporation.....	33
2.3.1. Electroperméabilisation selon la théorie de l'électrocompression.....	34
2.3.2. Electroperméabilisation selon la théorie de l'état métastable.....	36
2.3.3. Modélisation d'électroporation.....	36
2.4. Techniques de perméabilisation des cellules.....	37
2.4.1. Méthodes conventionnelles.....	38
2.4.1.1. Méthode mécanique : découpage ou broyage.....	38
2.4.1.2. Méthode thermique.....	39
2.4.1.3. Méthode de traitement enzymatique.....	39
2.4.1.4. Méthode chimique.....	40
2.4.2. Méthodes alternatives.....	40
2.4.2.1. Ultrasons.....	41
2.4.2.2. Micro-ondes.....	42
2.4.2.3. Chauffage ohmique.....	43
2.4.2.4. Détente instantanée contrôlée.....	44

2.4.2.5. Décharges électriques de haute tension .....	45
2.5. Champ électrique pulsé (CEP).....	48
2.5.1. Première application du champ électrique pulsé .....	49
2.5.2. Système de traitement par champ électrique pulsé.....	51
2.5.2.1. Alimentation haute tension.....	52
2.5.2.2. Interrupteur.....	53
2.5.2.3. Chambre de traitement.....	54
2.5.3. Facteurs affectant le résultat de traitement par CEP.....	56
2.5.3.1. Intensité du champ électrique.....	56
2.5.3.2. Formes d'ondes.....	57
2.5.3.3. Temps de traitement.....	58
2.5.3.4. Température de traitement.....	58
2.5.3.5. Composition de l'aliment.....	59
2.5.3.6. Conductivité électrique.....	59
2.5.3.7. pH et force ionique.....	59
2.6. Domaines d'applications du CEP.....	60
2.6.1. Traitement des aliments solides par CEP.....	60
2.6.1.1. Extraction.....	60
2.6.1.2. Séchage.....	60
2.6.1.3. Altérations de texture.....	61
2.6.1.4. Congélation et décongélation.....	61
2.6.2. Application du CEP sur les aliments préparés.....	61
2.6.2.1. Viande.....	61
2.6.2.2. Aliment frit.....	62
2.6.2.3. Riz.....	62
2.6.3. Application du CEP en biotechnologie.....	63
2.7. Conclusion.....	63

### **Chapitre 3 : Impact du CEP sur l'extraction de l'huile essentielle de *Lavender***

3.1. Introduction.....	65
3.2. Présentation botanique de la plante étudiée.....	65
3.3. Aperçu sur les méthodes d'extraction des huiles essentielles.....	66
3.3.1. Entraînement à la vapeur d'eau.....	67
3.3.2. Hydrodistillation.....	67
3.3.3. Hydrodiffusion.....	68
3.3.4. Extraction par le dioxyde de carbone supercritique.....	68
3.3.5. Extraction par ultrasons.....	69
3.3.6. Extraction assistée par microondes.....	69
3.4. Protocole d'extraction de l'huile essentielle de <i>Lavender</i> .....	70
3.5. Protocole de traitement par champ électrique pulsé.....	70
3.6. Analyses physico-chimiques de l'huile essentielle de <i>Lavender</i> .....	71
3.6.1. Aperçu sur les méthodes d'identification des composés des huiles essentielles.....	71
3.6.2. Analyse par GC-MS de l'huile essentielle de <i>Lavender</i> .....	72
3.7. Protocole de mesure de pH.....	73
3.8. Détermination de l'activité anti-oxydante.....	73
3.9. Détermination de l'activité anti-inflammatoire.....	74
3.10. Rendement de l'extraction sans traitement par CEP.....	74
3.11. Effet du CEP sur l'extraction de l'huile essentielle de <i>Lavender</i> .....	75
3.12. Effet du CEP sur le pH de l'huile essentielle de <i>Lavender</i> .....	78
3.13. Effet du CEP sur l'activité antioxydante.....	79
3.14. Effet du CEP sur l'activité anti-inflammatoire.....	80
3.15. Effet du CEP sur la composition de l'huile essentielle de <i>Lavender</i> .....	80
3.16. Effet du CEP sur l'indice de réfraction.....	84
3.16.1. Déterminants de la stabilité des huiles essentielles.....	84

3.16.1.1. Lumière.....	84
3.16.1.2. Température.....	85
3.16.1.3. Disponibilité en oxygène.....	86
3.16.1.4. Contaminants métalliques.....	87
3.16.1.5. Teneur en eau.....	87
3.16.2. Détermination de l'indice de réfraction.....	88
3.16.3. Effet du CEP sur l'indice de réfraction de l'HE de <i>Lavender</i> .....	89
3.17. Conclusion.....	93

#### **Chapitre 4 : Etude de l'effet des paramètres du traitement par champ électrique pulsé par un plan factoriel complet 2<sup>3</sup>**

4.1. Introduction.....	94
4.2. Aperçu historique.....	94
4.3. Principe.....	94
4.4. Objectif.....	95
4.5. Notion sur la productivité.....	96
4.6. Protocole d'étude par plan d'expérience.....	97
4.6.1. Définition de l'objectif de l'étude.....	97
4.6.2. Définition de la réponse caractérisant l'objectif.....	97
4.6.3. Choix d'une stratégie expérimentale.....	98
4.6.4. Définition des facteurs.....	99
4.6.5. Définition du domaine expérimental.....	99
4.6.6. Définition du modèle empirique.....	99
4.6.7. Construction du plan d'expériences.....	100
4.6.7.1. Plans factoriels complets.....	101
4.6.8. Expérimentation.....	101
4.7. Méthodes générales d'analyse.....	101
4.7.1. Analyse mathématique des résultats d'essais.....	102
4.7.1.1. Grille de dépouillement.....	102
4.7.1.2. Calcul des coefficients du modèle additif.....	103
4.7.1.3. Calcul des résidus.....	104
4.7.2. Analyse statistiques des résultats d'essais.....	104
4.7.2.1. Méthode de Daniel.....	104
4.7.2.2. Méthode de Lenth.....	105
4.7.2.3. Analyse de la variance.....	105
4.7.3. Analyse graphiques des résultats d'essais.....	106
4.7.3.1. Méthode d'analyse par diagramme causes-effet.....	107
4.7.3.2. Méthode d'analyse par diagramme de Pareto.....	108
4.7.3.3. Méthode ABC.....	109
4.7.3.4. Tracé des effets moyens.....	110
4.7.3.5. Tracé des interactions.....	110
4.7.3.6. Graphe d'adéquation du modèle.....	110
4.7.3.7. Diagramme des coefficients.....	111
4.8. Etude de l'effet du CEP par un plan factoriel 2 <sup>3</sup> .....	111
4.8.1. Analyse mathématique du modèle.....	111
4.8.2. Analyse graphique des résultats.....	113
4.9. Conclusion.....	116
Conclusion générale et perspectives.....	117
Bibliographie.....	119

## **Abréviations**

**CA** : Courant alternative

**CC** : Courant continu

**CEP** : Champ électrique pulsé

**CO**: Chauffage ohmique

**Conv**: Conventiionnelle

**DEHT** : Décharges électriques de haute tension

**DIC** : Détente instantanée contrôlée

**DPPH** : Essai de piégeage des radicaux

**FID** : Détecteur à ionisation de flamme

**GC/MS** : Chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse

**HD** : Hydrodistillation

**HE** : Huile essentielle

**HRBC** : Membrane des globules rouges humains

**HT** : Haute tension

**HVAC** : Haute tension à courant alternative

**HVDC** : Haute tension à courant continu

**ISO** : Organisation internationale de normalisation

**MPE** : Méthode des plans d'expériences

**MSR** : Méthodologie de surface de réponse

**pH** : Potentiel hydrogène

**PTM**: Potentiel transmembranaire

**UV** : Lumière ultraviolette

# **INTRODUCTION GENERALE**

Pour des raisons économiques et environnementales, les industries agro-alimentaires, cosmétiques, chimiques, pharmaceutiques et thérapeutiques sont confrontées au défi de l'utilisation des nouvelles technologies pour réduire la consommation d'énergie et les émissions de CO<sub>2</sub>. La demande croissante des consommateurs pour des aliments à haute valeur nutritionnelle et au goût « frais » a conduit au développement de nouveaux procédés doux et d'alternatives pour améliorer ou remplacer les techniques conventionnelles.

En effet, la recherche a permis le développement de technologies performantes, économiques, propres et durables telles que celles utilisant les ultrasons, champ électrique pulsé, chauffage micro-ondes, chauffage ohmique, les fluides supercritiques et les solvants accélérés comme méthodes non conventionnelles. Récemment, il a été découvert que le champ électrique pulsé (CEP) est largement utilisé pour extraire les ingrédients actifs de produits naturels. Le processus n'affecte pas la qualité des produits extraits et améliore les taux d'extraction et les rendements de différents principes actifs. Le traitement par CEP a des applications utiles dans la biotechnologie, la médecine, le contrôle de l'encrassement biologique et la désintégration des boues et comme technique de conservation des aliments liquides (Schoenbach *et al.*, 2002).

Le traitement par CEP, avec les avantages des performances non thermiques, rapidité, l'efficacité, la faible puissance et la faible pollution, est actuellement utilisé pour la pasteurisation non thermique des aliments et l'extraction des composantes de valeur provenant de différentes sources naturelles. C'est une méthode novatrice et prometteuse d'extraction des substances actives (Yajun *et al.*, 2017).

Le champ électrique pulsé est un traitement qui implique l'application d'impulsions haute tension pendant de très courtes durées, de l'ordre de la microseconde à la milliseconde, à travers un matériau placé entre deux électrodes (Abenoza *et al.*, 2013). Les membranes cellulaires sont généralement constituées d'un matériau diélectrique et, lors de l'application de CEP, le processus de rupture diélectrique se produit, entraînant une perte de fluides cellulaires. Cette technologie peut également être utilisée pour préserver les aliments contre les microbes et les enzymes dans les produits alimentaires liquides comme les jus. Une autre façon d'utiliser le CEP est une approche de prétraitement avant l'extraction car il augmente la perméabilité des cellules conduisant à un taux d'extraction amélioré des composés souhaités. Les besoins en énergie et en solvant organique pour extraire les produits souhaités sont également réduits en appliquant le CEP (Naliyadhara *et al.*, 2022).



Le processus d'extraction de traitement par CEP a montré un grand potentiel pour récupérer sélectivement les composés intracellulaires cibles avec un rendement élevé à partir d'une large gamme de déchets et de sous-produits de la transformation des aliments, tout en réduisant les coûts énergétiques, les solvants consommation et raccourcir les temps de traitement (Carpentieri *et al.*, 2022).

Le mécanisme d'électroperméabilisation, connu sous le nom de l'électroporation, a été utilisée avec succès en biotechnologie pour l'incorporation de matériel génétique dans les cellules vivantes. Ce mécanisme d'électroporation augmente la perméabilité des cellules végétales, ce qui améliore la diffusion de solutés à travers leurs membranes (Vorobiev and Lebovka, 2011).

Au cours des dernières années, la commercialisation de la technologie de CEP a attiré l'attention des acteurs de l'industrie alimentaire et des agents de la réglementation alimentaire qui souhaitent satisfaire la demande des consommateurs en produits alimentaires frais. La technologie de CEP s'est développée rapidement, ce qui a donné lieu à de nombreux projets de recherche et de développement sur le traitement des aliments. Beaucoup des rapports ont démontré les avantages de l'application de cette technologie qui comprend une bonne efficacité d'extraction ainsi qu'un rendement élevé en jus pour une consommation d'énergie minimale à basse fréquence (Fincan and Dejmek, 2002). Un effort important a été mené pour utiliser ces technologies à l'échelle commerciale et industrielle pour certains systèmes de traitement CEP, impliquant à la fois des chambres de traitement et des équipements d'alimentation électrique.

En fonction de l'intensité du champ, de la durée d'impulsion, et le nombre d'impulsions, la perméabilisation obtenue peut être réversible ou irréversible. Avec une courte durée d'impulsion de 20 ns à 10 ms et un champ de 1 à 10 kV/cm (Zimmermann, 2005) a signalé des changements structurels réversibles des membranes cellulaires. Les Pores formés par électroporation, sont refermés et la conductivité de la membrane diminue à l'état d'origine. Cet effet peut être utilisé pour induire des réactions de stress et activer la production de métabolites secondaires. Si la durée d'impulsion est étendue à 10-15 ms avec l'application d'un champ ou d'un nombre d'impulsions plus élevé, une lésion irréversible de la membrane est atteinte.

Le nombre d'impulsions appliquée pendant le traitement par CEP est un paramètre crucial; Diverses études ont montré que l'extraction le rendement augmente avec l'augmentation du nombre d'impulsions. Le traitement avec un temps de répétition des impulsions plus long s'est avéré être plus efficace pour l'électroporation de la membrane

cellulaire. La forme d'onde joue également un rôle vital dans le traitement par CEP. Les impulsions électriques ont différentes formes d'onde comme le carré, le carré bipolaire, décroissance exponentielle, décroissance exponentielle bipolaire et double exponentielle sont les formes les plus utilisées (Naliyadhara *et al.*, 2022).

Les avantages significatifs du traitement par CEP par rapport aux autres approches incluent un temps de traitement court (nanosecondes à millisecondes), une efficacité accrue (induction de perméabilité plus élevée dans les membranes cellulaires), un apport d'énergie réduit, avec préservation de la structure et une qualité supérieure des produits finaux (Toepfl *et al.*, 2006).

L'application du traitement par CEP pourrait remplacer les techniques conventionnelles de récupération des huiles végétales (Jaeger *et al.*, 2008). Il a déjà été évalué comme prétraitement de l'huile d'extraction du maïs, des olives, du soja et du colza, il a amélioré de manière significative le rendement d'extraction de l'huile. De plus, ce prétraitement électrique a eu un effet significatif sur la qualité de l'huile et l'augmentation de la teneur en composés bioactifs dans les produits obtenus (Guderjan *et al.*, 2005). Le traitement par CEP a été utilisé avec succès pour l'intensification du rendement des huiles essentielles de *Rosa damascene* (Tintchev *et al.*, 2012), *Marrubium vulgare* (Miloudi *et al.*, 2018) et *Eucalyptus*, *Thym* (Barros *et al.*, 2022).

L'objectif de ce projet de thèse est de développer de nouveaux systèmes électriques à utiliser en biotechnologie. L'objectif est également d'améliorer et perfectionner l'extraction des huiles essentielles par l'utilisation de nouvelles technologies utilisant le champ électrique pulsé en biotechnologie capables de créer des startups, de l'emploi, du développement territorial.

Notre travail se divise en quatre chapitres :

Dans le premier chapitre, nous donnons un aperçu général sur les alimentations électriques et leurs différentes techniques de conception. Ensuite nous présentons les circuits de génération des puissances pulsées les plus utilisées dans le traitement par champ électrique pulsé (CEP).

Le second chapitre sera consacré à la technologie de traitement par champ électrique pulsé. Nous décrirons les facteurs les plus importants dans le système CEP. Nous précisons surtout les travaux concernant les applications du CEP sur les matériaux végétaux en tant que procédé de prétraitement avant l'extraction conventionnelle pour augmenter le rendement d'extraction et réduire la puissance énergétique.

Le troisième chapitre est la partie expérimentale, elle est consacrée à l'étude de l'influence des paramètres électriques opératoires sur le rendement d'extraction de l'huile essentielle de *Lavandula angustifolia* ( *Lavender* ) après traitement par champ électrique pulsé. Nous étudions l'influence de certains paramètres sur la qualité de l'huile obtenue par les analyses physico-chimiques et l'effet de CEP sur les activités anti-oxydantes et anti-inflammatoires de l'huile obtenue. Nous étudions aussi l'effet du CEP sur l'indice de réfraction en fonction de la température de l'huile essentielle de *Lavender*.

Dans le dernier chapitre, nous étudions, par l'application de la méthode des plans d'expériences, l'effet des paramètres du champ électrique pulsé pour l'intensification du rendement d'extraction de l'huile essentielle. L'analyse et l'interprétation des résultats obtenus nous ont permis de mettre en évidence l'essentiel de nos travaux.

Enfin une conclusion générale et des recommandations sont présentés.

**TECHNIQUES DE GENERATION  
DE LA HAUTE TENSION**

## **1.1. Introduction**

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique permettant de définir les différents techniques de génération de la haute tension. Une alimentation haute tension est un circuit de conversion de tension qui amplifie une faible tension d'entrée à une tension plus élevée pour la sortie. En général, une alimentation haute tension fait référence à une alimentation qui produit une haute tension continue.

Dans la recherche et le développement, des tensions plus élevées sont nécessaires pour faire fonctionner l'équipement dans différentes conditions et créer un environnement spécial pour les tests. En particulier, la spectrométrie de masse, les microscopes électroniques, les équipements d'inspection par rayons X, les communications optiques et les expériences scientifiques spatiales nécessitent des champs électriques puissants pour contrôler et détecter les électrons dans l'équipement. La haute tension est essentielle pour générer un champ électrique puissant.

## **1.2. Génération de la haute tension continue**

Plusieurs applications de la haute tension à courant continu (HVDC) dans les industries, la recherche en sciences médicales, le transport sur les lignes aériennes et les câbles souterrains devient de plus en plus populaire.

HVDC est utilisé pour tester les câbles haute tension à courant alternatif (HVAC) de grandes longueurs car ceux-ci ont une très grande capacité et nécessiteraient de très grandes valeurs de courants s'ils étaient testés sur des tensions HVAC. Même si les tests à CC sur les câbles CA sont pratiques et économiques, ceux-ci souffrent du fait que la répartition des contraintes dans le matériau isolant est différente de la condition de fonctionnement normale.

Dans l'industrie, la haute tension à courant continu est utilisé pour la précipitation électrostatique des cendres dans les centrales thermiques, la peinture électrostatique, l'industrie du ciment, les systèmes de communication, etc. Le HVDC est également largement utilisé en physique pour l'accélération des particules et dans les équipements médicaux (rayons X) (Wadhwa, 2006).

### 1.2.1. Circuit redresseur demi-onde

Le circuit le plus simple pour générer une tension continue élevée est le redresseur demi-onde illustré à la figure 1.1. Ici,  $R_L$  est la résistance de charge et  $C$  la capacité pour lisser la tension continue de sortie.

Si le condensateur n'est pas connecté, une tension continue pulsée est obtenue, alors qu'avec la capacité  $C$ , les pulsations à la borne de sortie sont réduites. En supposant le transformateur idéal et une petite résistance interne de la diode pendant la conduction, le condensateur  $C$  est chargé à la tension maximale  $V_{max}$  pendant la conduction de la diode  $D$ . En supposant qu'il n'y a pas de charge connectée, la tension aux bornes de la capacité reste constante à  $V_{max}$  alors que la tension d'alimentation oscille entre  $\pm V_{max}$  et pendant le demi-cycle négatif, le potentiel du point A devient  $-V_{max}$  et donc la diode doit être évaluée pour  $2V_{max}$ .

Ce serait également le cas si le transformateur était mis à la terre en A au lieu de B, comme illustré à la figure 1.1 (a). Un tel circuit est appelé doubleur de tension dû à Villard pour lequel la tension de sortie serait prise aux bornes de D. La tension continue obtenue, cependant, oscille entre zéro et  $2V_{max}$  et est nécessaire pour le circuit Cascade.

Si le circuit est chargé, la tension de sortie ne reste pas constante à  $V_{max}$ . Après le point E (Figure 1.1 (c)), la tension d'alimentation devient inférieure à la tension du condensateur, la diode cesse de conduire. Le condensateur ne peut pas se décharger en raison de l'action unidirectionnelle de la diode. Au lieu de cela, le courant sort maintenant de C pour fournir le courant  $i_L$  à travers la charge. En cédant cette énergie, la tension du condensateur décroît également à un rythme dépendant de la constante de temps  $CR$  du circuit et elle atteint le point F correspondant à  $V_{min}$ . Au-delà de F, la tension d'alimentation est supérieure à la tension du condensateur et donc la diode  $D$  commence à conduire en rechargeant à nouveau le condensateur  $C$  à  $V_{max}$  et également pendant cette période, elle fournit également du courant à la charge (Wadhwa, 2006).

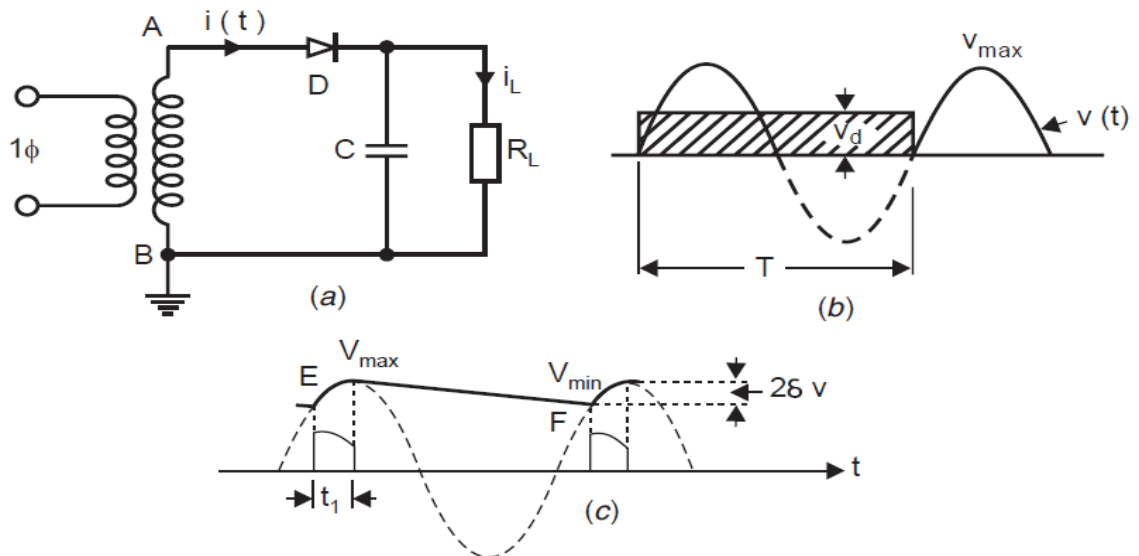


Fig.1.1 : (a) Redresseur monophasé (b) Tension de sortie sans C  
(c) Tension de sortie avec C

### 1.2.2. Circuit doubler de Greinacher

Lorsque des hautes tensions continues doivent être générées, des circuits doubleurs de tension ou multiplicateurs de tension en cascade sont utilisés. L'un des circuits doubleurs les plus populaires dû à Greinacher est illustré à la figure 1.2.

Supposons que B soit plus positif par rapport à A et que la diode  $D_1$  conduise, chargeant ainsi le condensateur  $C_1$  à  $V_{max}$  avec une polarité comme indiqué sur la figure 1.2. Au cours de l'alternance suivante, la borne A du condensateur  $C_1$  monte à  $V_{max}$  et donc la borne M atteint un potentiel de  $2 V_{max}$ . Ainsi, le condensateur  $C_2$  est chargé à  $2 V_{max}$  à travers  $D_2$ . Généralement, la tension aux bornes de la charge sera inférieure à  $2 V_{max}$  en fonction de la constante de temps du circuit  $C_2 R_L$  (Wadhwa, 2006).

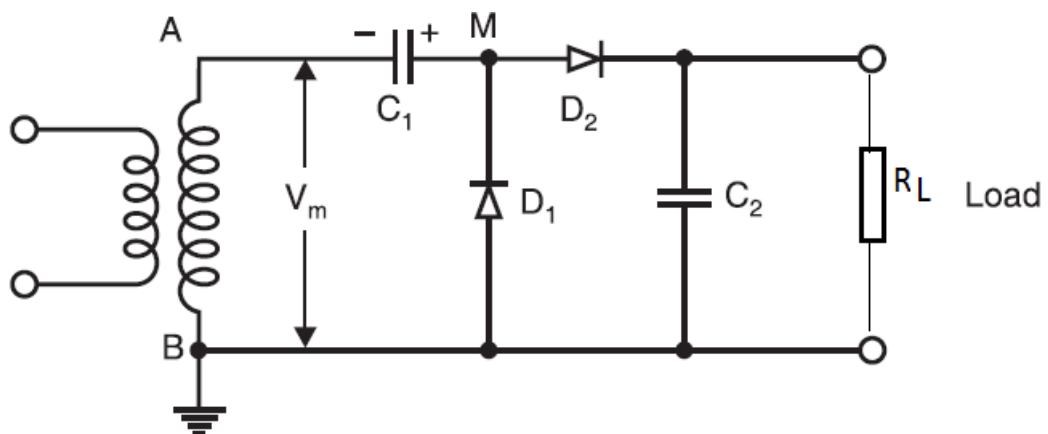


Fig.1.2 : Circuit doubler de tension Greinacher

### 1.2.3. Circuit multiplicateur de tension Cockroft-Walton

En 1932, Cockroft et Walton ont inspiré une amélioration par rapport au circuit développé par Greinacher pour produire des tensions élevées continues. La figure 1.3 montre un circuit monophasé en cascade à plusieurs étages du Cockroft- Type Walton.

Pour le fonctionnement à vide, la partie ABM'MA est exactement identique au circuit doubleur de tension de Greinacher et la tension aux bornes de C devient  $2 V_{max}$  lorsque M atteint une tension de  $2 V_{max}$ . Pour le fonctionnement en charge, la tension de sortie n'atteindra jamais la valeur  $2n V_{max}$ . De plus, l'onde de sortie comportera des ondulations sur la tension. Ainsi, nous avons affaire à deux grandeurs, la chute de tension  $\Delta V$  et l'ondulation  $\delta V$ .

Les condensateurs les plus bas contribuent le plus à la chute de tension  $\Delta V$  et il est donc avantageux d'augmenter leur capacité par étages appropriés. Cependant, seul un doublement de  $C_1$  est pratique car ces condensateurs ne doivent supporter que la moitié de la tension des autres condensateurs (Wadhwa, 2006).

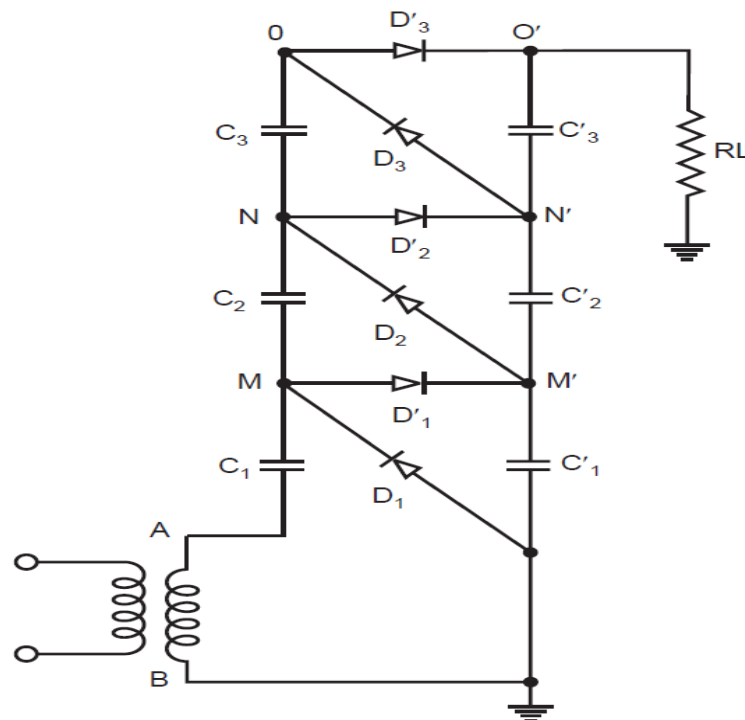


Fig.1.3 : Circuit multiplicateur Cockroft-Walton

Cependant, si la charge est importante et que la tension de charge diminue, les plus petits condensateurs (dans la colonne) seraient surchargés. Par conséquent, des condensateurs de valeur égale sont utilisés dans les circuits pratiques, c'est-à-dire  $C'_n = C'_n - 1 = \dots C'_1 = C$  et l'ondulation est donnée par :



$$\delta V = \frac{I}{2fC} \cdot \frac{n(n+1)}{2} = \frac{I n(n+1)}{4fC} \quad (1-1)$$

La seconde grandeur à évaluer est la chute de tension  $\Delta V$  qui est la différence entre la tension théorique à vide  $2nV_{max}$  et la tension en charge. En général pour un générateur à  $n$  étages :

$$\Delta V = \frac{I}{fC} \left( \frac{2}{3} n^3 - \frac{n}{6} \right) \quad (1-2)$$

Si  $n \geq 4$ , nous constatons que le terme linéaire peut être négligé et, par conséquent, la chute de tension peut être approchée à :

$$\Delta V \approx \frac{I}{fC} \cdot \frac{2}{3} n^3 \quad (1-3)$$

La tension de sortie maximale est donnée par :

$$V_{0\ max} = 2nV_{max} - \frac{I}{fC} \cdot \frac{2}{3} n^3 \quad (1-4)$$

#### 1.2.4. Générateur électrostatique

Dans les générateurs électromagnétiques, les conducteurs porteurs de courant sont déplacés contre les forces électromagnétiques agissant sur eux. Contrairement au générateur, les générateurs électrostatiques convertissent directement l'énergie mécanique en énergie électrique. Les charges électriques sont déplacées contre la force des champs électriques, ce qui permet d'acquérir une énergie potentielle plus élevée au détriment de l'énergie mécanique. La figure 1.4 montre un générateur électrostatique entraîné par courroie développé par Van deGraaf en 1931.

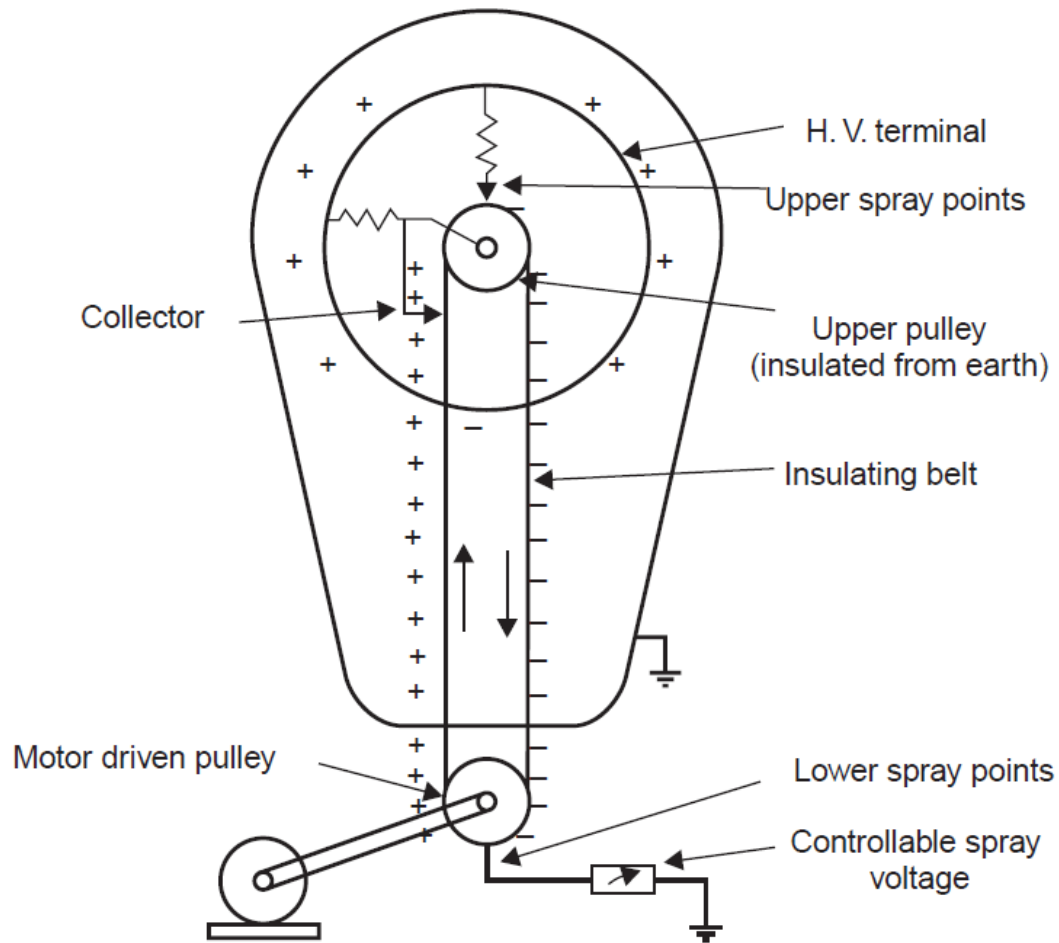


Fig.1.4 : Générateur de Van de Graaf (Wadhwa, 2006)

Une courroie isolante passe sur des poulies. La courroie, dont la largeur peut varier de quelques cm à des mètres, est entraînée à une vitesse d'environ 15 à 30 m/sec, au moyen d'un moteur relié à la poulie inférieure. La courroie près de la poulie inférieure est chargée électrostatiquement par un dispositif d'excitation.

L'unité de pulvérisation à charge inférieure se compose d'un certain nombre d'aiguilles connectées à une source en courant continu contrôlable (10 kV–100 kV) de sorte que la décharge entre les aiguillages et le tapis est maintenue (Wadhwa, 2006).

La charge est acheminée vers l'extrémité supérieure où elle est collectée à partir de la ceinture par des points de décharge reliés à l'intérieur d'une électrode métallique isolée à travers laquelle passe la ceinture. L'ensemble de l'équipement est enfermé dans un réservoir métallique mis à la terre remplie de gaz isolants de bonne rigidité diélectrique à savoir SF6 etc...

La forme de l'électrode HT doit être telle que le gradient de surface du champ électrique soit rendu uniforme pour réduire à nouveau les décharges corona, même s'il est souhaitable d'éviter complètement la corona. Une sphère isolée est la forme d'électrode la

plus favorable et maintiendra un champ uniforme  $E$  avec une tension de  $E_r$  où  $r$  est le rayon de la sphère.

Les avantages du générateur sont :

- a) Des tensions très élevées peuvent être facilement générées
- b) Sortie sans ondulation
- c) Précision et flexibilité du contrôle

Les inconvénients sont :

- a) Faible courant de sortie
- b) Limitations de la vitesse de la bande en raison de sa tendance aux vibrations. Les vibrations peuvent rendre difficile une gradation précise des champs électriques.

Ces générateurs sont utilisés dans les laboratoires de physique nucléaire pour l'accélération des particules et d'autres processus dans les travaux de recherche (Wadhwa, 2006).

### **1.3. Génération de la haute tension alternative**

La plupart des réseaux de transport et de distribution actuels fonctionnent en courant alternatif tensions et, par conséquent, la plupart des équipements de test se rapportent à des courants alternatifs élevés tensions. Même si la plupart des équipements du système sont des systèmes triphasés, un transformateur monophasé fonctionnant à fréquence industrielle est le plus courant parmi les équipements de test HVAC.

Les transformateurs de test normalement utilisés à cet effet ont une faible puissance nominale mais des tensions élevées. Ces transformateurs sont principalement utilisés pour des essais de courte durée sur des équipements haute tension. La conception d'un transformateur de test est similaire à un transformateur de potentiel utilisé pour la mesure de la tension et de la puissance dans les lignes de transmission. La densité de flux choisie est faible afin qu'elle ne tire pas de courant magnétisant important qui saturerait autrement le noyau et produirait des harmoniques plus élevées (Wadhwa, 2006).

#### **1.3.1. Transformateurs en cascade**

Pour des tensions supérieures à 400 KV, il est souhaitable de mettre en cascade deux ou plusieurs transformateurs en fonction des exigences de tension. Avec cela, le poids de l'ensemble de l'unité est subdivisé en unités individuelles et, par conséquent, le transport et le montage deviennent plus faciles. De plus, avec cela, le coût du transformateur pour une tension donnée peut être réduit, car les unités en cascade n'ont pas besoin de posséder

individuellement l'isolation coûteuse et lourde requise dans les transformateurs à un étage pour des tensions élevées dépassant 345 kV. On constate que le coût de l'isolation pour de telles tensions pour une seule unité devient proportionnel au carré de la tension de fonctionnement. La figure 1.5 montre un schéma de base pour mettre en cascade trois transformateurs (Wadhwa, 2006).

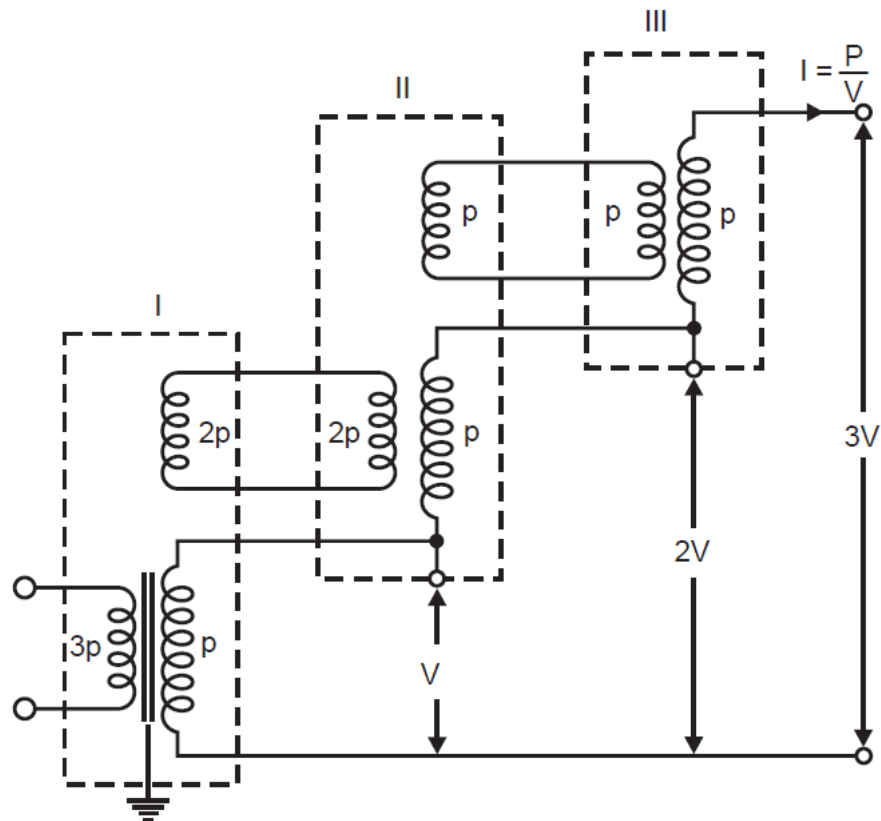


Fig.1.5 : Transformateur de base en cascade à 3 étages

Le primaire du premier étage du transformateur est connecté à une alimentation basse tension. Une tension est disponible aux bornes du secondaire de ce transformateur. L'enroulement tertiaire (enroulement d'excitation) du premier étage a le même nombre de tours que l'enroulement primaire et alimente le primaire du transformateur du deuxième étage. La tension du tertiaire est fixée au potentiel V de l'enroulement secondaire comme le montre la figure 1.5 (Wadhwa, 2006).

L'enroulement secondaire du transformateur de deuxième étage est connecté en série avec l'enroulement secondaire du transformateur de premier étage, de sorte qu'une tension de 2V est disponible entre la terre et la borne du secondaire du transformateur de deuxième étage. De même, le transformateur de l'étage III est connecté en série avec le transformateur du deuxième étage. Avec cela, la tension de sortie entre la terre et le transformateur de troisième étage, secondaire est de 3V. Il est à noter que les étages

individuels, à l'exception du plus haut, doivent avoir des transformateurs à trois enroulements. Le plus haut sera un transformateur à deux enroulements (Wadhwa, 2006).

### 1.3.2. Circuit résonnant en série

Le circuit équivalent d'un transformateur de test à un étage avec sa charge capacitive est illustré à la figure 1.6. Ici  $L_1$  représente l'inductance du régulateur de tension et du primaire du transformateur,  $L$  l'inductance d'excitation du transformateur,  $L_2$  l'inductance du secondaire du transformateur et  $C$  la capacité de la charge. Normalement, l'inductance  $L$  est très grande par rapport à  $L_1$  et  $L_2$  et, par conséquent, son effet de shunt peut être négligé.

Habituellement, la capacité de charge est variable et il est possible que pour certaines charges, une résonance se produise soudainement dans le circuit et que le courant ne sera alors limité que par la résistance du circuit et la tension aux bornes de l'éprouvette pourra monter jusqu'à 20 à 40 fois la valeur souhaitée (Wadhwa, 2006).

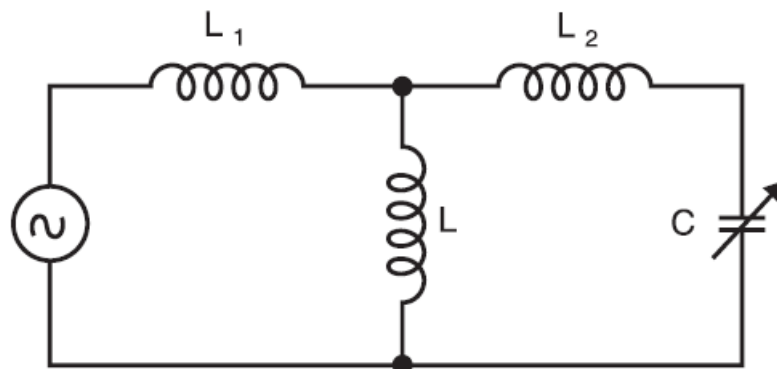


Fig.1.6 : Circuit équivalent d'un transformateur chargé à un étage

De même, la présence d'harmoniques dues à la saturation du noyau de fer du transformateur peut également entraîner résonance. Les fréquences de troisième harmonique se sont avérées assez désastreuses. Avec la résonance série, la résonance est contrôlée à la fréquence fondamentale et, par conséquent, aucune résonance indésirable ne se produit.

Le développement d'un circuit de résonance en série à des fins de test a été très largement accueilli par l'industrie du câble car ils ont rencontré un problème de résonance avec le transformateur de test lors du test de courtes longueurs de câbles (Wadhwa, 2006).

Dans les premières étapes, il était difficile de fabriquer des réacteurs à haute tension et à haute valeur variables en continu à utiliser dans le circuit en série et, par conséquent, des méthodes indirectes pour atteindre cet objectif ont été employées.

La figure 1.7 montre une réactance à variation continue connectée dans l'enroulement basse tension du transformateur élévateur dont le secondaire est dimensionné pour la tension d'essai complète. C2 représente la capacité de charge (Wadhwa, 2006).

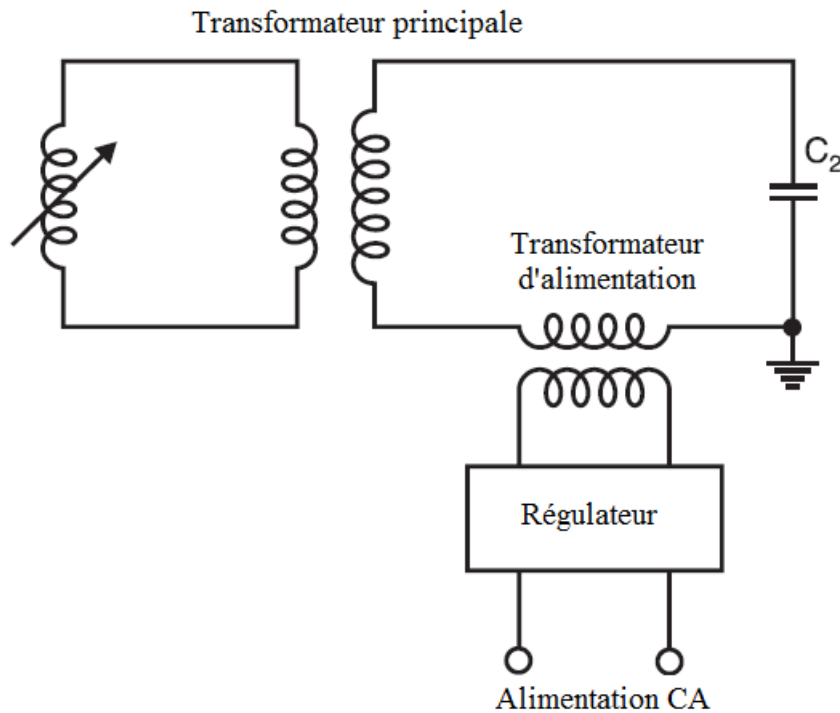


Fig.1.7 : Circuit de résonance série

Quelques avantages du circuit de résonance en série :

- a) Le circuit de résonance en série supprime les harmoniques et les interférences dans une large mesure. L'onde quasi sinusoïdale permet une décharge partielle précise. Il est également souhaitable pour mesurer l'angle de perte et la capacité des matériaux isolants à l'aide du pont de Schering.
- b) En cas de contournement ou de panne d'un spécimen d'essai pendant les essais du côté haute tension, le circuit résonant est désaccordé et la tension d'essai s'effondre immédiatement. Le courant de court-circuit est limité par la réactance de la réactance variable. Il s'est avéré d'une grande valeur car la partie faible de l'isolement du spécimen n'est pas détruite. En fait, étant donné que l'arc électrique a une très faible énergie, il est plus facile d'observer exactement où se produit l'amorçage en retardant le déclenchement de l'alimentation et en permettant la récurrence de l'amorçage.
- c) Lors des essais d'appareillage de commutation SF<sub>6</sub>, les pannes multiples n'entraînent pas de transitoires élevés. Par conséquent, aucune protection spéciale contre les transitoires n'est requise.

- d) Les connexions en série ou en parallèle de plusieurs unités ne posent aucun problème. N'importe quel nombre d'unités peut être connecté en série sans se soucier du problème d'impédance qui est très sévèrement associé à un transformateur de test en cascade. Dans le cas où l'éprouvette nécessite un courant important pour le test, les unités peuvent être connectées en parallèle sans aucun problème (Wadhwa, 2006).

## 1.4. Générateurs d'énergie pulsée

La technologie de l'énergie pulsée a été principalement développée pour les études de fusion nucléaire et pour les applications de défense militaire. Pour ces études, des générateurs de puissance pulsée ont été développés avec une puissance de crête extrêmement élevée. Récemment, des générateurs de puissance pulsés à fonctionnement répétitif avec une puissance de crête modérée ont été développés. Ces générateurs sont compacts, fiables, nécessitent peu d'entretien et ont une reproductibilité élevée. De nombreuses études sur les applications industrielles de l'énergie pulsée, telles que la transformation des aliments, le traitement médical, le traitement de l'eau, le traitement des gaz d'échappement, la génération d'ozone, l'allumage du moteur, l'implantation d'ions et autres, ont vu le jour avec le développement d'un tel générateur d'énergie pulsée (Akiyama *et al.*, 2007).

### 1.4.1. Générateur haute tension de Marx

Le principe du générateur de Marx consiste à charger, à une même tension initiale  $V_0$ ,  $n$  condensateurs associés en parallèle puis à les décharger après les avoir associés en série, de façon à appliquer la tension  $nV_0$  sur l'application (utilisation). L'onde de tension alors générée est de forme bi-exponentielle et  $n$  représente le nombre d'étages du générateur.

La mise en série des  $n$  condensateurs est assurée par la fermeture de  $n$  commutateurs (un commutateur par étage), notés  $E_i$  dans les figures de ce chapitre. Ces interrupteurs peuvent, ou non, être déclenchés. Un schéma de principe d'un générateur de Marx classique à  $n$  étages est présenté figure 1.8 (Bac, 2005).

Chaque condensateur  $C_i$  de chacun des étages est chargé à la tension  $V_0$  à travers une impédance de charge  $Z_{c,i}$  (qui est souvent une résistance  $R_{c,i}$  dont la valeur est choisie en fonction de la puissance de l'alimentation délivrant la tension  $V_0$ ).

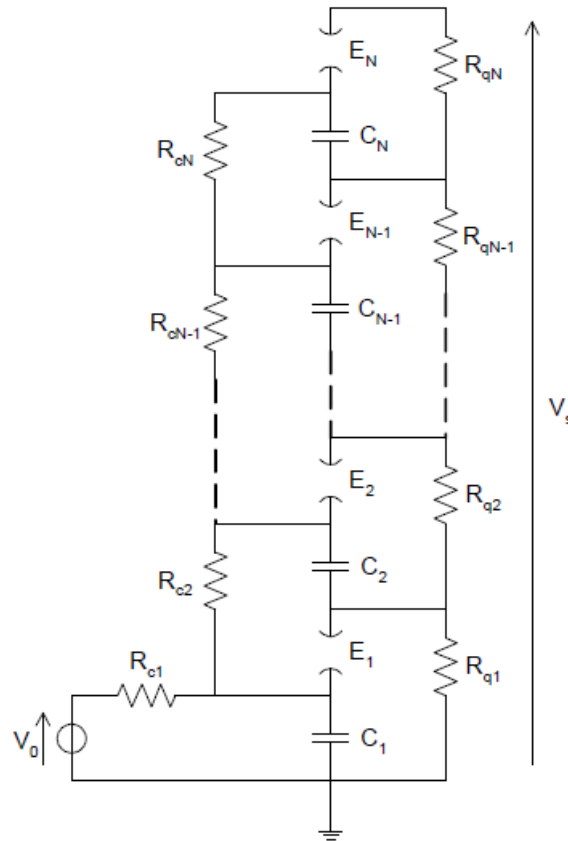


Fig.1.8 : Générateur de Marx à N étages

A partir du second étage, la charge se fait aussi par l'intermédiaire de résistances  $R_{q,i}$ , qui ont un double rôle : référencer, par rapport à la masse, une des électrodes des condensateurs puis, permettre la décharge de ces derniers, notamment quand l'utilisation présente, au départ, une impédance infinie (tube, réacteur à plasma...). La valeur de ces résistances est ajustée en fonction de la forme de l'onde que l'on veut générer, notamment de son temps de décroissance (Bac, 2005).

L'association en série des condensateurs provoque une annulation des charges stockées de polarités opposées dans les condensateurs intermédiaires : seules les deux plaques extérieures du montage en série conservent leurs charges. Dans la phase de charge, les  $n$  condensateurs sont associés en parallèle et la charge stockée dans le montage s'écrit :

$$Q = nCV_0 \quad (1-5)$$

Ce qui correspond à une énergie emmagasinée de :

$$W = \frac{1}{2} nCV_0^2 \quad (1-6)$$

Dans la phase de décharge, la tension de sortie  $V_s$  vaut, au rendement près :

$$V_s = n V_0 \quad (1-7)$$

Et la charge restituée à la commutation :



$$Q = \frac{C}{n} nV_0 = CV_0 \quad (1-8)$$

Soit une énergie restituée à la commutation :

$$W = \frac{1}{2} \frac{C}{n} n^2 V_0^2 = \frac{1}{2} n CV_0^2 \quad (1-9)$$

L'énergie emmagasinée est, en théorie, totalement restituée (au rendement du montage près), alors que la charge fournie en sortie du générateur n'équivaut qu'à celle d'un seul condensateur (Bac, 2005).

#### 1.4.2. Générateur d'impulsions haute tension pour un filtre électrostatique

Les générateurs d'impulsions haute tension sont couramment connus, par exemple, ils sont utilisés dans les dépoussiéreurs électrostatiques (filtres électrostatiques) pour superposer des impulsions de tension sur une tension continue afin d'augmenter les performances de séparation. Les générateurs d'impulsions haute tension sont souvent fortement sollicités en raison des contournements dans le filtre électrostatique (pannes du filtre) (Hartmann *et al.*, 2006).

En conséquence, des pannes de filtre, des niveaux de tension et/ou de courant élevés sont couplés dans le générateur d'impulsions. Le couplage peut être si fort qu'il conduit à la destruction de composants du générateur d'impulsions, notamment du dispositif de commutation. Dans certaines circonstances, tel qu'un claquage du filtre résulte d'une augmentation de la tension présente sur le condensateur de stockage de plusieurs dizaines de kilovolts, conduisant à une destruction du condensateur de stockage. Si une telle panne de filtre se produit alors que l'appareil de commutation est fermé, un courant de court-circuit élevé peut même traverser l'appareil de commutation. En conséquence, le dispositif de commutation peut être endommagé de manière irréversible (Hartmann *et al.*, 2006).

De plus, dans un tel cas, la durée de vie du condensateur de stockage est considérablement réduite. Pour éviter des dommages de ce type, dans l'art antérieur, des circuits de protection, par ex. avec varistances, sont fournis. De plus, les éléments individuels du générateur d'impulsions sont dimensionnés en conséquence afin qu'ils résistent également à des pannes de filtre de ce type. Pour cette raison, les générateurs d'impulsions de l'art antérieur sont coûteux (Hartmann *et al.*, 2006).

Suivant la figure 1.9, une impulsion haute tension peut être émise par le générateur d'impulsions haute tension via l'inductance de sortie 8 et un condensateur de découplage 11 connecté en aval de celle-ci à un filtre électrostatique 12, qui n'est représenté que schématiquement (Hartmann *et al.*, 2006).

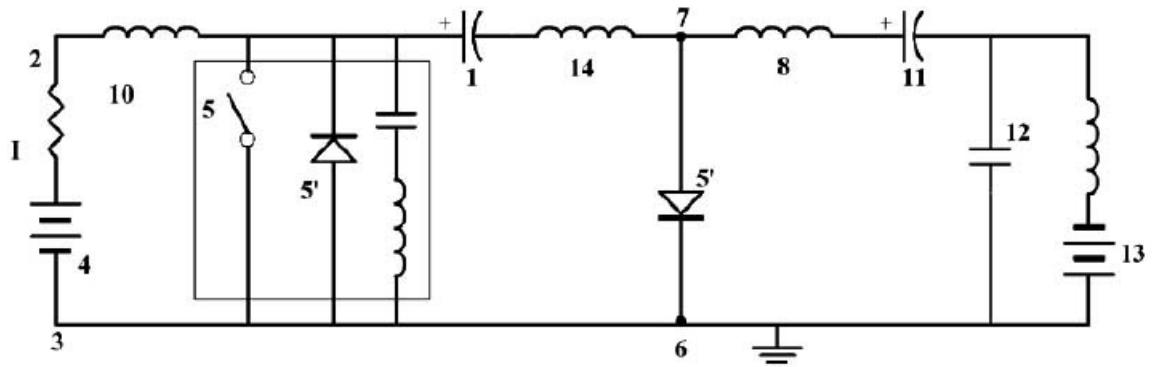


Fig.1.9 : Générateur d'impulsions haute tension avec un filtre électrostatique en aval

Parallèlement, le filtre électrostatique 12 est préchargé via sa propre source haute tension 13 avec une tension continue de l'ordre de quelques dizaines de kilovolts. Le niveau de tension continue du filtre électrostatique 12 est découplé du générateur d'impulsions haute tension au moyen du condensateur de découplage 11. Si le dispositif de commutation 5 est ouvert, le condensateur de stockage 1 est chargé avec un courant de charge  $I$  via les fils 2, 3. A cet effet, la diode 9 est polarisée dans le sens direct (Hartmann *et al.*, 2006).

Si le dispositif de commutation 5 est fermé, le condensateur de stockage 1 est déchargé, à la suite de quoi la tension apparaissant au niveau du filtre électrostatique 12 est augmentée.

En ce qui concerne la décharge du condensateur de stockage 1, la diode 9 est polarisée en sens inverse. Le condensateur de stockage 1 se décharge donc exclusivement via l'inductance 14 et l'inductance de sortie 8. L'inductance 14 sert d'élément de limitation de courant de recharge 14 et est disposée entre le condensateur de stockage 1 et le deuxième point nodal 7. Après la charge du filtre électrostatique 12, une partie de la charge reflue via l'inductance de sortie 8. Cependant, le courant circule alors non pas via l'élément limiteur de courant de recharge 14, mais essentiellement via la diode 9 et la roue libre dispositif à diodes 5'. A cet effet également, la diode 9 est polarisée dans le sens direct. En cas de panne de filtre également, un courant de court-circuit circule essentiellement uniquement via l'inductance de sortie 8 et la diode 9. Seule une tension, qui correspond à la tension directe de la diode 9, est autorisée à travers les composants restants du générateur d'impulsions.

En même temps, la limitation de tension s'applique indépendamment du fait que l'appareil de commutation 5 soit ouvert ou fermé. Un courant de court-circuit, circulant éventuellement via le dispositif de commutation 5, est donc également maintenu à un niveau bas par la tension directe et, est encore plus atténué par l'élément de limitation de

courant de recharge 14. Le générateur d'impulsions haute tension selon l'invention est ainsi conçu pour pouvoir supporter des hautes tensions en n'utilisant qu'une diode haute tension 9 entre les deux points nodaux 6, 7 (Hartmann *et al.*, 2006).

Il en résulte que le condensateur de stockage 1 et le dispositif de commutation 5 peuvent être dimensionnés de manière considérablement plus économique qu'avec un générateur d'impulsions haute tension de l'art comparable. La puissance dissipée du générateur d'impulsions haute tension selon l'invention est considérablement inférieure à la puissance dissipée d'un générateur d'impulsions comparable dans lequel une résistance ou une inductance est disposée entre les nœuds 6, 7. De plus, avec le générateur d'impulsions selon l'invention, des oscillations parasites avec des amplitudes haute tension supérieures à 10 kV ne peuvent pas se produire, ce qui est le cas avec des générateurs d'impulsions, dans lesquels une inductance est disposée entre les deux points nodaux 6, 7 (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

#### **1.4.3. Générateur d'impulsions HT utilisant des composants de stockage d'énergie et un transformateur**

La présente invention concerne un système de génération d'impulsions haute tension, particulièrement adapté au traitement par champ électrique pulsé (CEP) de produits alimentaires. Le système comprend, par exemple, une source d'alimentation, un composant de stockage d'énergie en communication de circuit avec la source d'alimentation et pour stocker l'énergie de la source d'alimentation, une pluralité de commutateurs pour s'ouvrir et se fermer périodiquement pour décharger le composant de stockage d'énergie, et une charge comprenant au moins une chambre de traitement par impulsions à haute tension dans laquelle des cellules biologiques sont soumises à un traitement par impulsions à haute tension.

La source d'alimentation charge le composant de stockage d'énergie, et un dispositif de déclenchement s'approprie les déclencheurs de l'ouverture et de la fermeture des interrupteurs. Les commutateurs peuvent être disposés dans l'une quelconque des nombreuses configurations, y compris, par exemple, une configuration de commutateur en pont en H dans laquelle la charge est en communication de circuit avec les commutateurs via la partie en pont du pont en H (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

La figure 1.10 montre un schéma de circuit d'un générateur d'impulsions bipolaire haute tension, comprenant une source d'alimentation V, des composants de stockage d'énergie ayant des inducteurs L11, L12, L13 et des condensateurs C11, C12 et C13, un

ensemble de commutateurs U11 et U12, un transformateur T11, et une charge ayant une ou plusieurs chambres de traitement à impulsions haute tension.

La source d'alimentation V du circuit est une source d'alimentation en courant continu. Deux résistances de charge R11 et R12 et une diode de protection D sont éventuellement représentées à des fins d'isolement et de protection (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

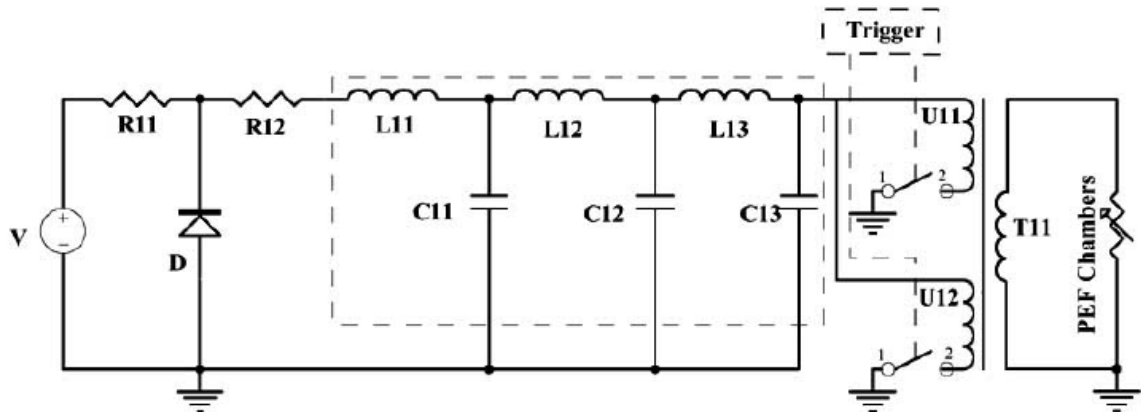


Fig.1.10 : Schéma de circuit d'un générateur d'impulsions utilisant des composants de stockage d'énergie et un transformateur

Le composant de stockage d'énergie représenté sur la figure 1.10 est un réseau de génération d'impulsions. Pendant la période de charge du composant de stockage d'énergie, les condensateurs de celui-ci sont chargés jusqu'à la tension de ligne de la source d'alimentation V (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

Un ensemble de deux interrupteurs U11 et U12 sont fermés périodiquement pour décharger le composant de stockage d'énergie. A chaque fois, un seul interrupteur est fermé et participe à la décharge, tandis que l'autre interrupteur reste ouvert. Les interrupteurs U11 et U12 sont de préférence des dispositifs de commutation, qui sont normalement ouverts et ne se ferment qu'à l'actionnement comme par exemple des thyratrons. Le réseau de génération d'impulsion contrôle, via un dispositif de déclenchement, la décharge d'énergie et aide à rouvrir les interrupteurs jusqu'à ce que l'énergie stockée soit transférée à une charge de chambres de traitement à impulsions haute tension et que le courant traversant l'interrupteur diminue à zéro. Les commutateurs U11 et U12 sont de préférence mis à la terre et, par conséquent, les circuits de commande correspondants n'ont pas besoin d'être flottants à la tension de fonctionnement. Dans tous les modes de réalisation, les interrupteurs U11 et U22 sont déclenchés par un dispositif de déclenchement. Cependant, les commutateurs U11 et U12 peuvent également être déclenchés par un système de commande informatique, tel qu'un système de commande

principal de traitement d'impulsions haute tension, configuré avec des rapports de fréquence, de tension et de service particuliers.

De plus, les caractéristiques de la forme d'onde peuvent être réglées ou ajustées manuellement, ou réglées ou ajustées en temps réel ou par commande informatique basée sur un système de rétroaction, régulant l'ensemble du processus de traitement des impulsions haute tension (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

En se référant maintenant à la figure 1.11, un autre mode de réalisation du système générateur d'impulsions bipolaires à haute tension de la présente invention est représenté. Le fonctionnement de ce mode de réalisation est similaire à celui du premier mode de réalisation de la figure 1.10. En bref, la source d'alimentation  $V$  charge le condensateur de stockage d'énergie  $C1$  à travers les diodes  $D61$ - $D64$  et les inductances  $L61$  et  $L62$ . Le dispositif de déclenchement amène les commutateurs  $U61$  et/ou  $U62$  à décharger périodiquement le condensateur de stockage d'énergie  $C1$  à travers le transformateur d'impulsions  $T62$  vers les chambres de traitement d'impulsions haute tension de la charge.

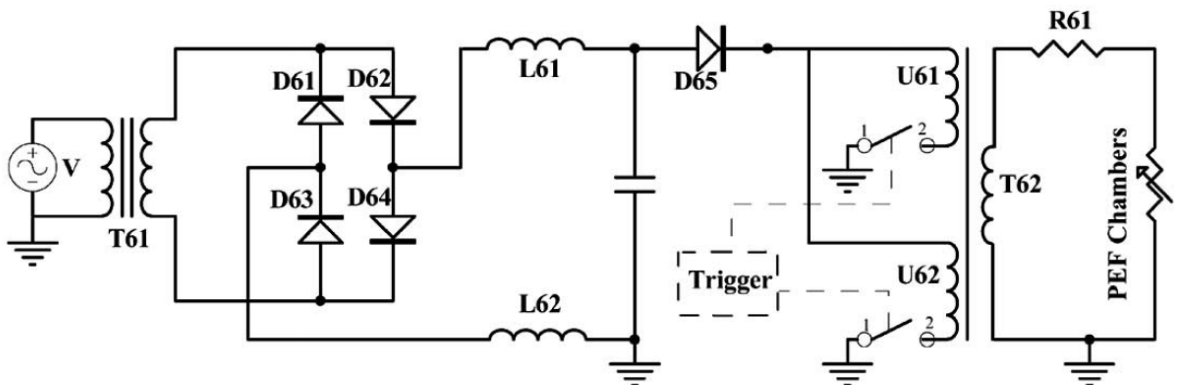


Fig.1.11 : Schéma de circuit d'un générateur d'impulsions utilisant un transformateur des diodes de redressement (Pourzaki and Mirzaee, 2009)

#### 1.4.4. Générateur d'impulsions haute tension utilisant un condensateur non linéaire

La figure 1.12 est un schéma de circuit d'un mode de réalisation d'un générateur d'impulsions. Dans ce mode de réalisation, une résistance  $R1$  contrôle le courant de charge et un condensateur  $C1$  stocke l'énergie primaire ( $1/2C1 V1$ ), où la tension aux bornes de  $C1$  est  $V1$ . Une inductance  $L1$  stocke l'énergie secondaire ( $1/2L1 I1$ ), où le courant circulant dans  $L1$  est  $I1$ . Un condensateur  $C2$  stocke l'énergie tertiaire ( $1/2C2 V2$ ), où la tension aux bornes de  $C2$  est  $V2$ . Une inductance  $L2$  provoque la charge du condensateur  $C2$  et du condensateur  $C3$ , en plus de faciliter la saturation de  $C3$  (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

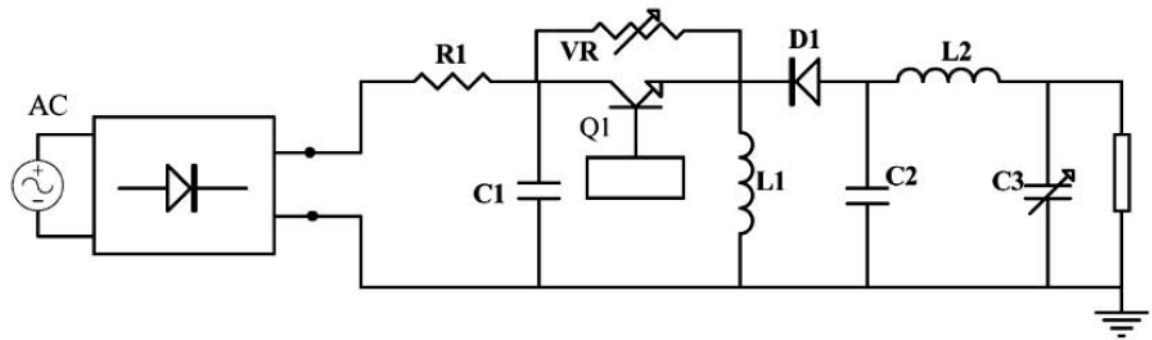


Fig.1.12 : Schéma d'un générateur d'impulsions utilisant un condensateur non linéaire

Tout d'abord, la tension CA d'une source d'alimentation CA est convertie en tension CC à travers un circuit de redressement comprenant une diode de redressement, une résistance (R1) et un condensateur (C1). Dans ce mode de réalisation, une tension d'environ 60 V est appliquée au condensateur (C1). La tension continue est convertie en une impulsion par le contrôle du semi-conducteur commutateur (Q1), qui est commandé par le circuit de commande. Lorsque le commutateur à semi-conducteur (Q1) est "fermé", le courant traversant la diode D1 est empêché. Par conséquent, le courant circule uniquement dans l'inductance (L1) et l'inductance (L1) prend l'énergie du condensateur basse tension (C1) via le commutateur à semi-conducteur (Q1) (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

Le temps de montée du courant dans l'inductance L1 est d'environ 55 ms. L'amplitude du courant stocké dans l'inductance (L1) est d'environ 130 A. Le commutateur à semi-conducteur (Q1) est utilisé comme premier commutateur ouvert ayant une tension nominale d'environ 1 200 V. Le commutateur est protégé par une varistance non linéaire (VR) aux bornes de commutation. Lorsque l'interrupteur à semi-conducteur (Q1) est ouvert, la diode (D1) devient conductrice de sorte que le courant stocké dans l'inductance (L1) commence à charger le condensateur (C2), et une seconde inductance (L2) est alimentée via le condensateur C3 (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

Lorsque le condensateur C3 devient saturé, le courant de L1, L2 et C2 commence à traverser la résistance de charge R2 (3) et y forme ensuite une impulsion haute tension. Lorsque l'interrupteur à semi-conducteur (Q1) est activé, l'énergie ( $E = 1/2L1 I_{12}^2$ ) est stockée dans l'inductance L1. Lorsque l'interrupteur à semi-conducteur (Q1) est désactivé, l'énergie ( $E = 1/2C3 V^2$ ) est transférée et stockée dans le condensateur C3. Ici, lorsque la tension en C3 atteint une valeur spécifique, le condensateur C3 est saturé et sa capacité C3 est réduite à C3' de sorte que la tension aux bornes du condensateur C3 est augmentée de V

$= 2E/C3$  à  $V' = 2E/C3'$ . Du fait que la saturation du condensateur C3 se déroule en une très courte période de temps, il en résulte un effet de compression sur l'impulsion, qui à son tour applique une courte tension d'impulsion à une charge connectée en parallèle avec le condensateur C3 (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

#### **1.4.5. Générateur d'impulsions haute tension utilisant des MOSFET parallèles**

Cette section décrit la conception et le fonctionnement d'une alimentation pulsée basée sur MOSFET, qui est capable de produire des impulsions carrées contrôlables avec des amplitudes allant jusqu'à 1 500 V et des largeurs de quelques centaines de nanosecondes.

Cette alimentation pulsée utilise un circuit pilote pour piloter un, deux ou trois MOSFET en parallèle. Les MOSFET sont facilement utilisés en parallèle, même sans l'utilisation d'une résistance série dans la borne source car ils ont un coefficient de température positif, ce qui signifie que lorsque la température du MOSFET augmente, sa résistance à l'état passant augmente également. Cela permet de garantir que le courant de charge sera partagé uniformément entre les MOSFET. Par exemple, si un MOSFET commence à prendre plus de courant, il chauffera et, par conséquent, sa résistance à l'état passant augmentera. L'augmentation de la résistance à l'état passant réduira la quantité de courant traversant le MOSFET (Grenier *et al.*, 2008).

L'intérêt pour l'utilisation de plusieurs MOSFET en parallèle est de diminuer la résistance effective à l'état passant des commutateurs. Lorsque la résistance de la charge est faible, la tension de l'impulsion de sortie peut être considérablement réduite. La raison en est que l'augmentation du courant due à la faible résistance provoque une chute de tension plus importante sur la résistance à l'état passant du MOSFET, laissant moins de tension apparaître sur la charge. S'il devient possible de réduire la valeur de la résistance à l'état passant, la quantité de chute de tension aux bornes du commutateur diminuera. En mettant en parallèle les MOSFET, la résistance équivalente à l'état passant diminue (ce qui entraîne une perte de tension plus faible à travers le commutateur) et permet à plus de tension d'apparaître à travers la charge. En commutant deux ou trois MOSFET en parallèle, la résistance effective à l'état passant peut-être réduite de moitié ou d'un tiers, respectivement (en supposant que les MOSFET ont des valeurs identiques de résistance à l'état passant) (Grenier *et al.*, 2008).

La figure 1.13 présente un schéma de principe du générateur d'impulsions à MOSFET parallèle (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

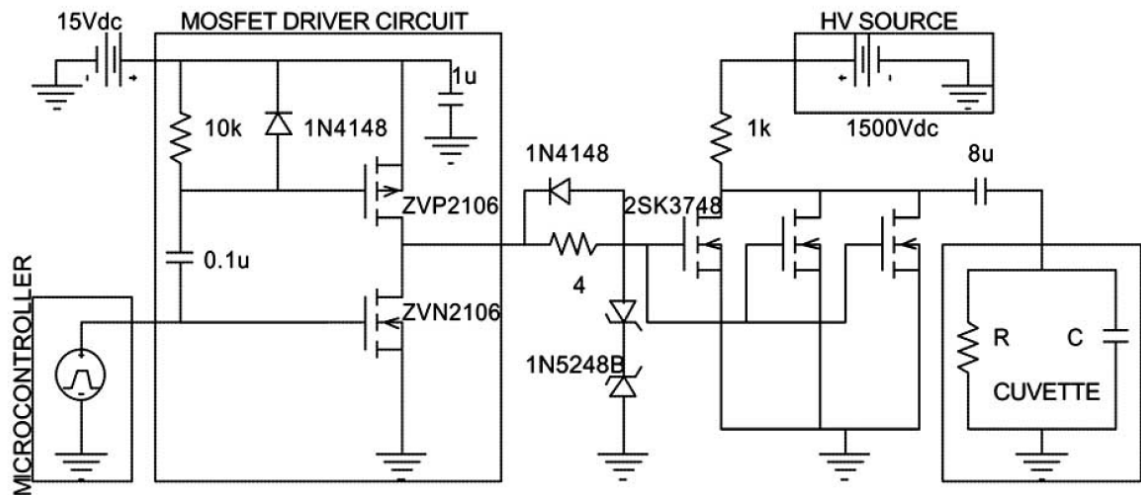


Fig.1.13 : Schéma de principe du générateur d'impulsions à MOSFET parallèle

Dans la figure, la chambre est modélisée comme une résistance en parallèle avec un condensateur. Le driver MOSFET est alimenté par une source de 15 Vcc et accepte une entrée du microcontrôleur, qui est modélisée comme une source de tension pulsée (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

L'impulsion de sortie du pilote est envoyée à la grille du MOSFET via une résistance de limitation de courant qui protège le MOSFET en amortissant les oscillations de tension pendant le temps d'activation. Une résistance de  $4\Omega$  a été utilisée car la résistance de grille ajoutée augmente les temps de commutation du MOSFET, car elle ralentit la charge de la grille à la capacité de source ( $C_{gs}$ ) du MOSFET. Une diode est placée en anti-parallèle à la résistance de grille, permettant au courant de contourner la résistance afin d'éteindre plus rapidement le MOSFET. La diode 1N4148 a été choisie en raison de son temps de récupération inverse rapide de 4 ns (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

Les deux diodes Zener ont une tension Zener de 18 V, ce qui maintient la tension grille-source dans une plage de sécurité de  $\pm 18$  V. La tension grille-source du MOSFET ne doit pas dépasser  $\pm 20$  V, car cela pourrait endommager l'oxyde de grille, qui est la cause la plus fréquente de défaillance d'un MOSFET de puissance. La source haute tension charge le condensateur de stockage d'énergie  $8\mu\text{F}$  à travers la résistance  $1\text{k}\Omega$  pendant le temps où les MOSFET sont à l'état bloqué. Lorsque les MOSFET sont activés, le condensateur se décharge à travers le commutateur et la charge, produisant une impulsion de tension négative à travers la charge. La capacité du condensateur de stockage d'énergie est un paramètre de circuit important, car elle influence le temps nécessaire pour que le condensateur soit complètement chargé, le nombre d'impulsions par seconde pouvant être



délivrées à la charge et l'amplitude de tension maximale pouvant être maintenue pendant toute la durée de l'impulsion (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

Le temps qu'il faut à un condensateur pour se charger complètement augmente linéairement avec sa capacité ; cependant, une plus grande capacité peut stocker plus d'énergie. Une capacité plus grande est préférable lorsqu'une seule impulsion plus longue est nécessaire, mais une capacité plus petite est plus appropriée si plusieurs impulsions plus courtes sont nécessaires. Pour cette recherche, le premier est préféré et un condensateur de  $8\mu\text{F}$  a été choisi. La tension nominale du condensateur doit être supérieure à 1500 V afin de fournir une marge de sécurité sur la tension maximale du MOSFET. Pour cette alimentation pulsée, le condensateur de 8 F a été évalué à 2 000 V (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

#### **1.4.6. Générateur d'impulsions haute tension utilisant des MOSFET série**

Cette section décrit la conception et le fonctionnement d'une alimentation pulsée basée sur MOSFET, qui est capable de produire des impulsions carrées contrôlables avec des amplitudes allant jusqu'à 3000 V et des largeurs de quelques centaines de nanosecondes à courant continu. Étant donné que les MOSFET utilisés sont conçus pour 1500 V et que le dépassement de cette valeur peut les endommager, deux MOSFET ont été connectés en série.

La connexion des deux MOSFET en série leur permet de partager la tension, permettant ainsi à la tension totale appliquée d'être le double de la valeur nominale d'un MOSFET. Cette alimentation pulsée utilise un circuit pilote pour piloter deux MOSFET connectés en série, ce qui réduit le nombre de composants et simplifie la configuration de la carte. Le circuit de commande MOSFET, le circuit de protection de grille, les sources d'alimentation et la charge sont tous les mêmes que ceux utilisés dans l'alimentation pulsée MOSFET parallèle et ils ne seront plus abordés dans cette section. Au lieu de cela, l'accent est maintenant mis sur la façon dont les deux MOSFET peuvent être connectés en série et déclenchés à l'aide d'un seul circuit de commande. Le schéma de circuit est présenté par la figure 1.14.

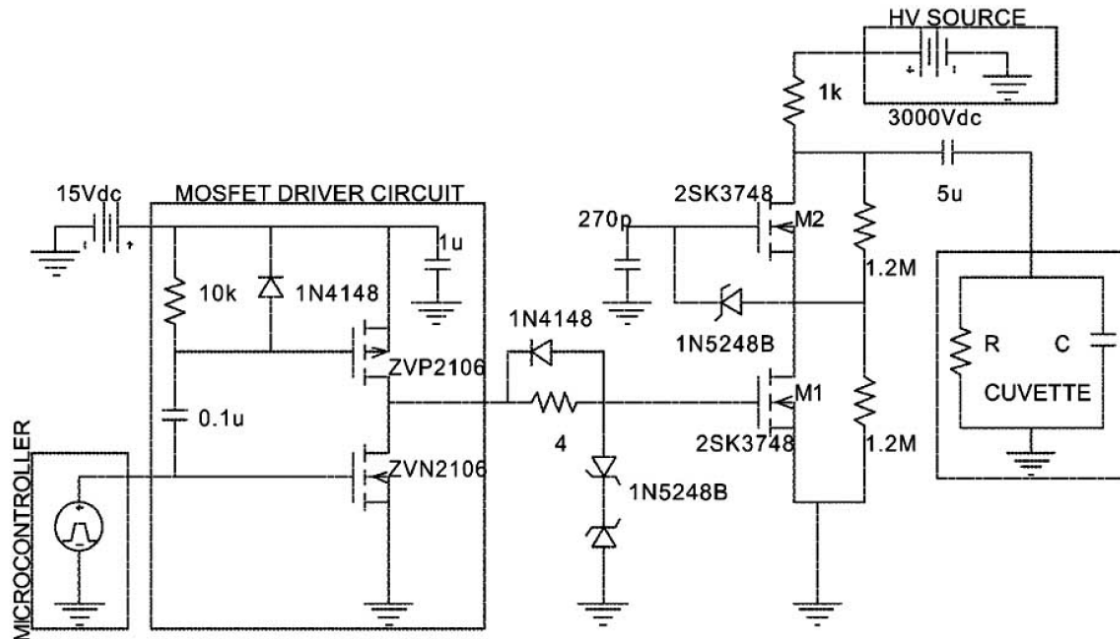


Fig.1.14 : Schéma de principe du générateur d'impulsions MOSFET série

La conception de la connexion en série des MOSFET utilise une technique côté grille qui utilise les capacités internes du MOSFET pour réaliser la synchronisation des signaux de grille. Cette technique a entraîné une mise sous tension rapide et équilibrée des MOSFET en série sans aucun dispositif d'équilibrage de tension côté charge supplémentaire, tel que des circuits d'amortissement (Pourzaki and Mirzaee, 2009).

La conception utilise un seul pilote MOSFET et un condensateur supplémentaire placé entre la grille du deuxième MOSFET ( $C_{gate}$ ) et la masse. Le bon fonctionnement du circuit repose sur la répartition de la tension entre la capacité porte-source efficace et  $C_{gate}$ . Lorsque le MOSFET connecté au pilote s'allume, le changement de sa tension de drain se divise entre  $C_{gseff}$  et  $C_{gate}$  (Grenier *et al.*, 2008).

## 1.5. Mesure de hautes tensions et courants

Les mesures transitoires ont beaucoup en commun avec les mesures de grandeurs en régime permanent, mais la nature éphémère des transitoires que nous essayons d'enregistrer pose des problèmes particuliers. Souvent, la grandeur transitoire à mesurer n'est pas enregistrée directement en raison de ses grandes amplitudes, par ex. lorsqu'un shunt est utilisé pour mesurer le courant, nous mesurons réellement la tension aux bornes du shunt, puis nous supposons que la tension est proportionnelle au courant, ce qui ne doit pas être pris pour acquis avec les courants transitoires. Souvent, la tension apparaissant aux bornes du shunt peut être insuffisante pour piloter l'appareil de mesure; cela nécessite une

amplification. D'autre part, si la tension à mesurer est trop grande pour être mesurée avec les compteurs habituels, il faut l'atténuer. Cela suggère une idée de système de mesure plutôt que d'appareil de mesure (Wadhwa, 2006).

Les mesures de hautes tensions et courants posent des problèmes beaucoup plus complexes auxquels un spécialiste, en mesure électrique courante, n'a pas à faire face. Les équipements haute tension ont de grandes capacités parasites par rapport aux structures mises à la terre et donc de grands gradients de tension sont mis en place. Une personne manipulant ces équipements et les appareils de mesure doit être protégée contre ces surtensions (Wadhwa, 2006).

Pour cela, de grandes structures sont nécessaires pour contrôler les champs électriques et éviter les amorçages entre les équipements et les structures mises à la terre. Parfois, ces structures sont nécessaires pour contrôler la dissipation thermique dans les circuits. Par conséquent, l'emplacement et la disposition des équipements sont très importants pour éviter ces problèmes. Les champs électromagnétiques créent des problèmes dans les mesures des tensions et des courants d'impulsion et doivent être minimisés (Wadhwa, 2006).

## **1.6. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté les circuits électriques les plus utilisées pour générer des tensions très élevées. Nous avons déterminé les conditions opératoires optimales pour les conceptions des alimentations haute tension à courant continu, alternative et impulsionnel.

La méthode la plus souvent utilisée pour générer des hautes tensions continues est le circuit Cockcroft-Walton. Il se compose d'une combinaison à plusieurs étages de condensateurs et de diodes, comme indiqué dans le schéma de circuit suivant. L'augmentation du nombre d'étages dans le circuit Cockcroft-Walton augmente la tension au niveau souhaité. Pour générer des hautes tensions alternatives, Le générateur de Marx génère une impulsion haute tension en chargeant un certain nombre de condensateurs en parallèle, puis en les connectant soudainement en série. Cette étude est nécessaire pour construire un système de traitement par champ électrique pulsé.

# **TRAITEMENT PAR CHAMP ÉLECTRIQUE PULSÉ**

## 2.1. Introduction

Ce chapitre présente les connaissances actuelles issues des travaux en cours concernant la technologie de traitement par champ électrique pulsé. L'application de la puissance pulsée est une technologie nouvelle et prometteuse avec un grand nombre d'applications potentielles. Les technologies d'énergie pulsée en général, se caractérisent par la concentration d'énergie, à la fois dans le temps et dans l'espace, à des impulsions de haute intensité. La pulsation de l'énergie augmente l'efficacité énergétique et permet de nouvelles applications qui ne sont pas possibles avec un flux d'énergie continu conventionnel.

La production d'énergie impulsionnelle, la puissance crête des impulsions peut largement dépasser le seuil critique tout en maintenant une demande de puissance moyenne modérée. Le flux élevé d'énergie dans l'objet traité est souvent beaucoup plus rapide que le transport d'énergie hors de la zone traitée, empêchant l'énergie d'être étendue dans la chambre. Ce phénomène, souvent appelé échauffement adiabatique, concentre l'énergie dans l'objet traité de sorte que le seuil critique peut être dépassé et que le traitement peut être concentré, par exemple sur la surface de l'objet uniquement (Mansson, 1999).

## 2.2. Champ électrique

Le champ électrique est une grandeur vectorielle dont l'intensité s'exprime en newton par coulomb (N/C) ou plus communément, et de manière équivalente, en volt par mètre (V/m). Les possibles sources ou causes d'un champ électrique  $\vec{E}$ , ainsi que son comportement dans le temps et l'espace, sont décrits de manière complète à l'échelle macroscopique par les équations de Maxwell (James Clerk Maxwell 1831-1879) (Kohler, 2013).

Ces équations relient les grandeurs caractéristiques de l'électromagnétisme à savoir :

- ❖  $\vec{E}$  : le vecteur champ électrique (V/m),
- ❖  $\vec{H}$  : le vecteur champ magnétique (ampère par mètre : A/m),
- ❖  $\vec{D}$  : le vecteur densité de flux ou déplacement (C/m<sup>2</sup>),
- ❖  $\vec{B}$  : le vecteur densité de flux magnétique ou induction (Tesla),
- ❖  $\vec{J}_c$  : le vecteur densité de courant de conduction (A/m<sup>2</sup>)
- ❖  $\rho$  : la densité volumique de charge électrique libre (C/m<sup>3</sup>).

Avec leur forme différentielle, les équations de Maxwell s'expriment de la manière suivante :

$$1) \text{ loi de Gauss : } \quad \nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (2-1)$$

$$2) \text{ loi de Gauss pour le magnétisme : } \quad \nabla \cdot \vec{B} = 0 \quad (2-2)$$

$$3) \text{ loi de Maxwell-Faraday : } \quad \nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (2-3)$$

$$4) \text{ loi de Maxwell-Ampère : } \quad \nabla \times \vec{H} = \vec{j}_C + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (2-4)$$

Où

$\nabla$  : l'opérateur différentiel « divergence » et  $\nabla \times$  : l'opérateur différentiel « rotationnel ».

Les dérivées sont partielles car les grandeurs peuvent être fonction de l'espace (x,y,z) et du temps (t).  $\vec{D}$  est habituellement exprimé en termes de  $\vec{E}$ , et  $\vec{B}$  en termes de  $\vec{H}$ , de sorte que le nombre d'inconnues ne dépasse pas le nombre d'équations.

Dans le vide de permittivité diélectrique notée  $\epsilon_0$  et de perméabilité magnétique  $\mu_0$ , ces expressions sont :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E} \quad (2-5)$$

$$\vec{B} = \mu_0 \cdot \vec{H} \quad (2-6)$$

Nous avons deux types de champs électriques : les champs électriques statiques produits par des charges fixes (loi de Gauss) et les champs électriques induits par un champ magnétique variable dans le temps (loi de Maxwell-Faraday) (Kohler, 2013).

### 2.2.1. Champ électrique statique

Toute charge électrique génère autour d'elle un champ électrique  $\vec{E}$ . Si la charge électrique est au repos, ce champ électrique est stationnaire, c'est-à-dire invariant dans le temps. Les lignes de champ électrique générées autour d'une ou deux charges immobiles dans le vide sont montrées dans la figure 2.1.

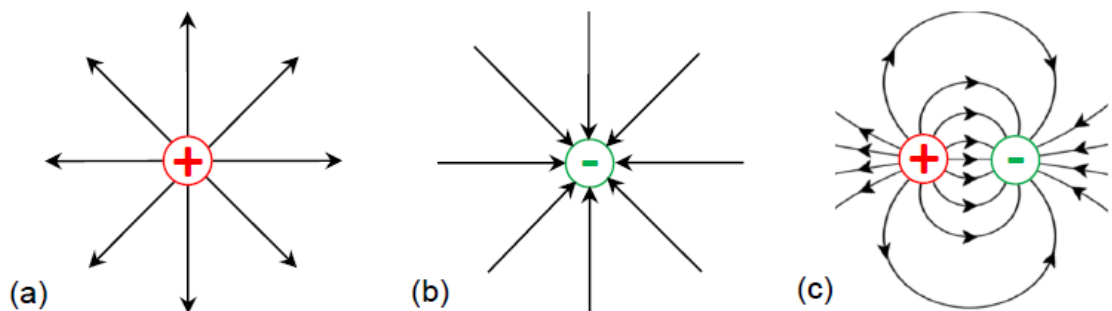


Fig.2.1: Lignes de champ électrique générées autour : (a) d'une charge ponctuelle positive, (b) d'une charge ponctuelle négative, (c) entre deux charges de signe opposé.

Une particule test de charge  $q$ , immobile en un point de l'espace où règne un champ électrique  $\vec{E}$  constant, est soumise à une force électrique  $\vec{F}$  d'expression :

$$\vec{F} = q \cdot \vec{E} \quad (2-7)$$

La direction du champ électrique en un point est donnée par la tangente à la ligne de champ passant en ce point. Dans les faits, les lignes de champ électrique sont générées dans toutes les directions de l'espace. À souligner que les lignes de champ électrique ne donnent pas d'indication sur la norme du champ électrique. Un champ électrique statique est toujours dirigé dans le sens des potentiels électriques décroissants. Les champs électriques statiques et les champs magnétiques statiques (induits par un courant continu ou un aimant) ne sont pas couplés, les uns peuvent exister sans les autres (Kohler, 2013).

### 2.2.2. Champ électromagnétique

D'après la loi de Maxwell-Ampère, une charge ponctuelle  $q$  en mouvement non uniforme engendre un champ magnétique variable dans le temps, et selon la loi de Maxwell-Faraday, ce champ magnétique génère un champ électrique. Pour différencier un champ électrique généré par une charge statique d'un champ électrique causé par un champ magnétique, on dit que ce dernier est un « champ électrique induit ».

En l'absence de charge libre ( $\rho = 0$  et  $\vec{j}_c = 0$ ), les équations de Maxwell impliquent qu'un champ magnétique à variation temporelle sinusoïdale induit un champ électrique à variation temporelle sinusoïdale de même fréquence  $f$  (Hz) et vice versa. Les champs magnétique et électrique sont alors couplés, l'un ne peut exister sans l'autre. L'association des deux champs est appelée « champ électromagnétique ». La figure 2.2 présente la relation entre le champ magnétique et le champ électrique (Kohler, 2013).

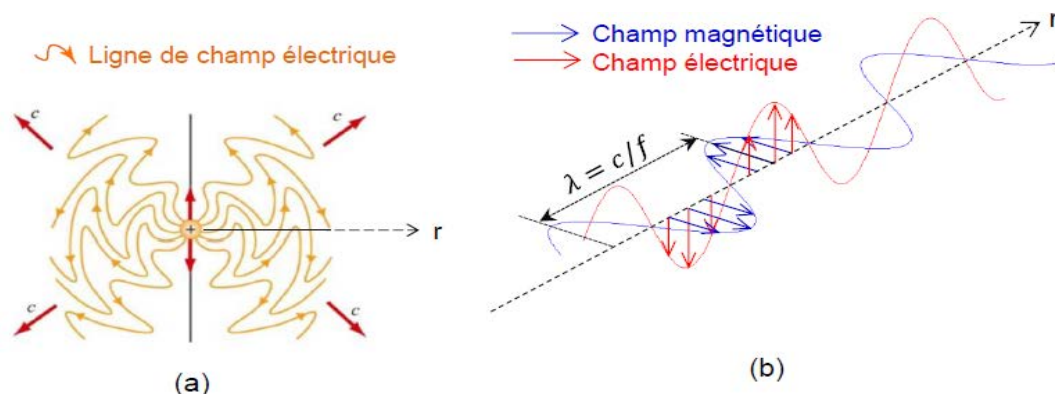


Fig.2.2: Lignes de champ électrique et champ électromagnétique :

(a) La direction du champ électrique ;

(b) Champ électrique et champ magnétique dans le champ lointain de la charge.

$C$  (m/s) : la vitesse de propagation de l'onde,  $f$  (Hz) sa fréquence d'oscillation et  $\lambda$  (m) sa longueur d'onde.

On distingue notamment deux zones, à savoir la zone de « champ proche » à proximité de la source (la charge oscillante) et la zone de « champ lointain » éloignée de la source. En champ proche, la relation entre le champ électrique et le champ magnétique dépend du point de l'espace considéré.

En champ lointain, le rapport  $Z_0$  ( $\Omega$ ) de l'intensité du champ électrique sur celle du champ magnétique est indépendant de la distance à la source et s'exprime selon :

$$Z_0 = \left(\frac{\mu_0}{\varepsilon_0}\right)^{1/2} \quad (2-8)$$

Des équations de Maxwell, on montre également que les champs électriques et magnétiques en champ lointain sont perpendiculaires entre eux et varient perpendiculairement à la direction de propagation (Kohler, 2013).

### 2.2.3. Champs électriques pulsés

L'exemple de l'évolution temporelle d'un champ électrique pulsé en un point de l'espace est montré dans la figure 2.3. Un champ électrique pulsé est caractérisé par son enveloppe. Celle-ci est définie par sa durée  $T$  et son amplitude  $E$ . Lorsque l'enveloppe présente une allure temporelle similaire à un rectangle, on spécifie également ses temps de montée  $t_r$  et de descente  $t_f$ . Dans le domaine fréquentiel, un champ électrique pulsé (aussi dit impulsion électrique) se caractérise par tout un spectre de composantes fréquentielles (Kohler, 2013).

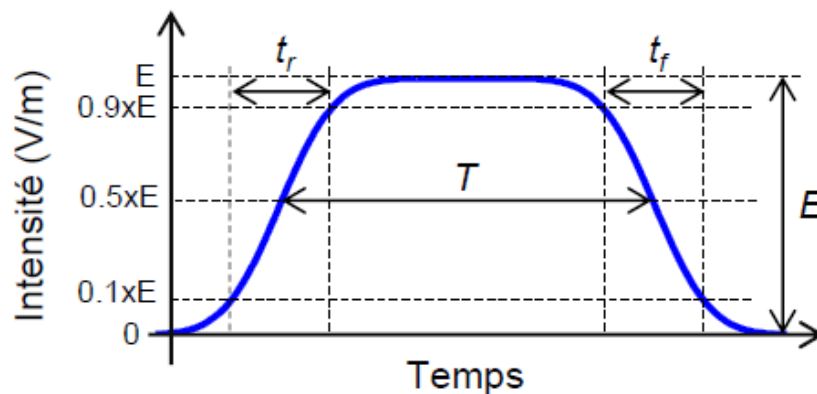


Fig.2.3: Description temporelle d'un champ électrique pulsé en un point de l'espace.

La durée  $T$ , des temps de montée  $t_r$ , de descente  $t_f$ , et de l'intensité  $E$  de l'enveloppe.

### 2.2.4. Milieu diélectrique soumis à un champ électrostatique

Un milieu diélectrique ne contient pas de porteurs de charge électrique libres mais des porteurs de charge fortement liés aux atomes. Sous l'action d'un champ électrostatique, ces porteurs de charge tendent à se réorienter, mais n'étant pas libres, ils ne peuvent qu'effectuer de petits déplacements par rapport aux dimensions atomiques (Kohler, 2013).



Le déplacement de ces charges liées, même faible, fait apparaître une densité de courant appelée densité de courant de déplacement, notée  $\vec{J}_D$ , et définie par :

$$\vec{J}_D = \epsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P} \quad (2-9)$$

$\vec{D}$  est appelé le vecteur déplacement et  $\vec{P}$  le vecteur de polarisation. La signification physique de  $\vec{P}$  est expliquée au paragraphe suivant pour les deux types de diélectriques existants, à savoir les diélectriques polaires et les diélectriques apolaires.

Un diélectrique polaire est caractérisé par la présence de molécules polaires comme par exemple la molécule  $H_2O$ . Ces molécules, tout en étant globalement neutres, sont assimilables à des dipôles électriques. Un diélectrique apolaire est quant à lui dépourvu de molécules polaires ; il contient uniquement des molécules apolaires telles que la molécule  $CO_2$ . Dans ces molécules, le centre de gravité des pôles positifs et celui des pôles négatifs sont confondus (Kohler, 2013).

### 2.2.5. Milieu diélectrique soumis à un champ électrique à variation sinusoïdale

Supposons désormais que le milieu diélectrique est plongé dans un champ électrique qui varie de manière sinusoïdale dans le temps. Si la permittivité du milieu diélectrique (la capacité d'un diélectrique à se polariser) est réelle, alors la polarisation  $\vec{P}$  est constamment alignée avec  $\vec{E}$  ; les dipôles permanents et induits présentent un mouvement oscillatoire en phase avec celui du champ électrique.

En réalité, la rotation des dipôles est limitée par leur inertie. Cette inertie se manifeste par un retard d'orientation de  $\vec{P}$  sur  $\vec{E}$ . Si le retard est négligeable lorsque la variation du champ électrique est lente, il devient significatif à très haute fréquence (Kohler, 2013).

De manière analytique, le déphasage est pris en compte en attribuant une permittivité  $\epsilon^*$  complexe au milieu diélectrique :

$$\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon'' \quad (2-10)$$

Où :  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  sont des réels.

Physiquement, la partie réelle de  $\epsilon$  reflète la capacité du matériau à se polariser tandis que la partie imaginaire  $\epsilon''$ , appelée facteur de pertes, traduit les pertes diélectriques. La capacité d'un matériau à transformer l'énergie électrique en énergie thermique (c'est-à-dire le caractère dissipatif du matériau) augmente avec  $\epsilon''$  (Kohler, 2013).

### 2.2.6. Milieu conducteur et diélectrique soumis à un champ électrique sinusoïdale

La plupart des matériaux possèdent à la fois des caractéristiques de diélectrique à pertes et de conducteur. La densité de courant totale  $\vec{J}_{\text{tot}}$  apparaissant dans un tel matériau soumis à un champ électrique extérieur est la somme de la densité de courant de conduction  $\vec{J}_C$  et de la densité de courant de déplacement  $\vec{J}_D$  :

$$\vec{J}_{\text{tot}} = \vec{J}_C + \vec{J}_D \quad (2-11)$$

Lorsque la fréquence du champ électrique augmente, les charges se déplacent sur des distances toujours plus courtes. À partir de la gamme des micro-ondes (à titre indicatif), les charges libres ne sont plus capables de se déplacer. C'est alors la polarisation par orientation dipolaire qui contribue principalement à la polarisation du milieu. La polarisation par orientation dipolaire est liée à la rotation des dipôles permanents et induits.

Lorsque la polarisation par orientation disparaît dans la gamme des infrarouges la polarisation ionique (aussi appelée atomique) devient dominante. Elle résulte de la séparation des ions positifs et négatifs dans les cristaux ioniques soumis au champ électrique. Les déplacements des ions sont faibles car le réseau tend à s'y opposer.

Enfin, aux fréquences du domaine visible et de l'ultraviolet, lorsque la polarisation ionique s'efface à son tour, il reste la polarisation électronique. Cette polarisation, qui apparaît également sous forme de résonance, est due au déplacement du nuage électronique chargé négativement relativement au noyau atomique chargé positivement (Kohler, 2013).

## 2.3. Théories d'électroporation

L'électroporation est le processus par lequel une membrane cellulaire biologique est soumise à une intensité de champ électrique élevée via un train d'impulsions suffisamment haute tension (HT) (Kotnik *et al.*, 2012).

Le processus peut être réversible ou irréversible selon que la perméabilité est temporaire et capable de se refermer, ou permanente, provoquant la rupture de la membrane. Cependant, les mécanismes par lesquels ces pores sont créés et l'origine de ces pores ne sont pas entièrement compris et encore controversés. Une explication du processus d'électroporation est qu'une augmentation de la tension transmembranaire est censée entraîner une voie aqueuse temporaire à travers la membrane.

La figure 2.4 illustre l'effet de l'électroporation sur une membrane cellulaire biologique (Elgenedy, 2018).

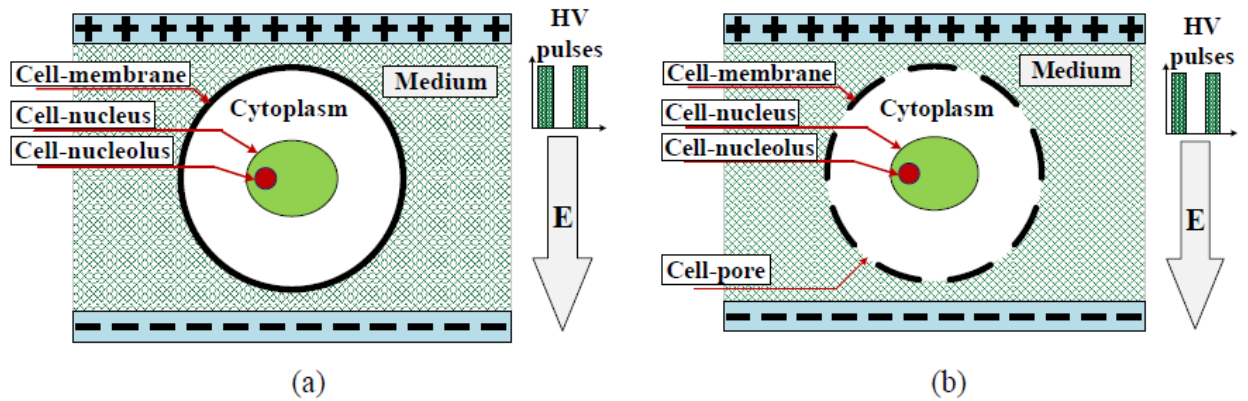


Fig.2.4: Effet de l'électroporation sur une membrane cellulaire biologique

Parmi les différentes théories décrivant la création des pores membranaires sous champ électrique, les plus souvent citées et utilisées sont :

- ❖ La théorie de l'électrocompression proposé par (Zimmermann, 2005),
- ❖ La théorie de l'état métastable proposé par (Weaver and Chizmadzhev, 1996).

### 2.3.1. Electroperméabilisation selon la théorie de l'électrocompression

(Zimmermann, 1986) a proposé un autre modèle d'électroporation, basé sur la compression électromécanique de la membrane cellulaire. Le champ électrique pulsé crée une attraction de charges opposées induites sur la membrane interne et externe, créant ainsi une force de compression. Si l'intensité et la durée du champ sont suffisamment élevées, la force de compression peut rendre la bicouche lipidique perméable au milieu. La largeur d'impulsion et l'intensité du champ électrique sont deux paramètres très importants et la possibilité de les contrôler dans différentes plages est une propriété utile d'une alimentation pulsée. La largeur d'impulsion et de l'intensité du champ électrique sont nécessaires pour différentes applications (Grenier, 2006).

L'effet du champ électrique sur un tissu végétal peut être décrit par la théorie de l'électrocompression utilisant la notion de potentiel transmembranaire (PTM) ( $U_m$ , en V). Ce dernier représente la tension à laquelle la membrane est soumise lors de l'activation d'un champ électrique externe. L'attraction entre les charges de signes opposés accumulées de part et d'autre de la membrane provoque une compression de cette dernière (Figure 2.5) (Shynkaryk, 2007). Une force élastique tend à s'opposer à cette électro-compression (Grenier, 2006).

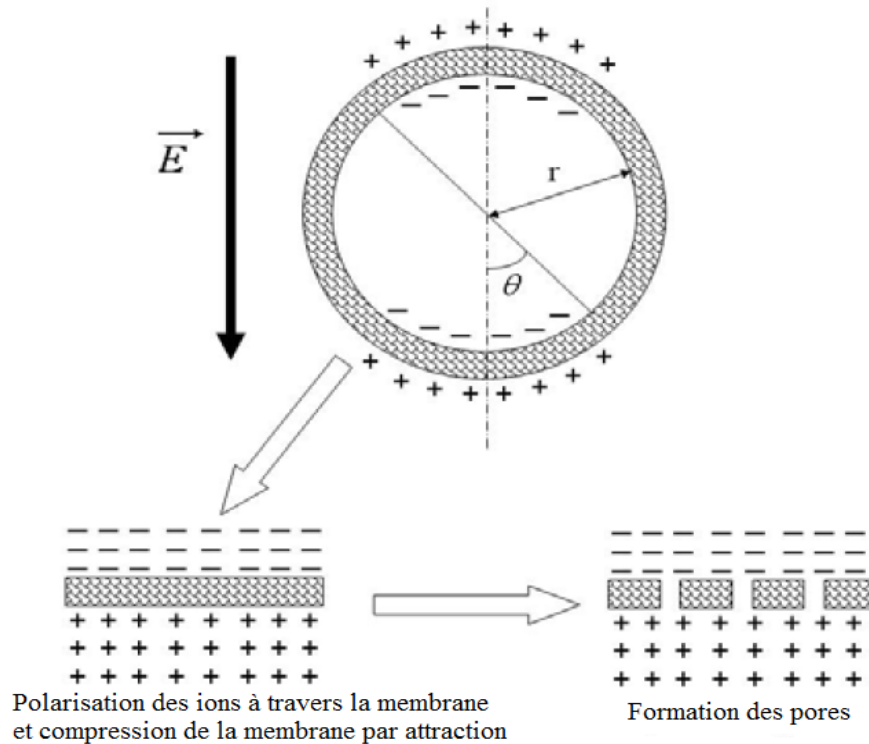


Fig.2.5: Schémas de l'électroperméabilisation des membranes cellulaires

(Neumann *et al.*, 1992) ont donné l'expression de ce PTM ( $U_m$ ) dans le cas d'un courant continu ou d'une impulsion rectangulaire unique :

$$U_m = \alpha f d_c E \cos\theta \quad (2-12)$$

Avec :

$\alpha$ : constante dont la valeur dépend de la forme de la cellule ;  $\alpha=0,75$  pour une cellule sphérique et  $\alpha=1$  pour une cellule rectangulaire ou allongée,

$f$ : paramètre dépendant des propriétés électriques et de la géométrie des cellules,

$\theta$ : angle défini par la direction du champ électrique et celle du potentiel mesuré ( $^\circ$ ),

$E$ : amplitude du champ électrique appliqué ( $V.m^{-1}$ ),

$d_c$ : diamètre de la cellule (m).

Lorsque le champ électrique dépasse une valeur critique ( $E > E_{cr}$ ), la force électro-compressive devient supérieure à la force élastique, on assiste à l'apparition de pores et/ou l'élargissement de ceux déjà présents au niveau de la membrane. A ce stade, l'électroporation est supposée être encore réversible. Une augmentation de l'amplitude du champ électrique et/ou de la durée de son application provoquerait alors une intensification de la perméabilisation et une destruction irréversible de la membrane cellulaire.

Des études sur l'optimisation du traitement par champ électrique ont démontré que la perméabilisation cellulaire se produit quand le PTM est de l'ordre de 1 V . Le diamètre d'une cellule végétale est compris entre 10 et 100  $\mu m$ , donc un CEP (champ électrique

pulsé) d'intensité modérée comprise entre 100 et 1000 V/cm suffit à atteindre un PTM de l'ordre de 1 V et donc à perméabiliser la cellule (Shynkaryk, 2007).

### 2.3.2. Electroperméabilisation selon la théorie de l'état métastable

(Weaver and Chizmadzhev, 1996) proposent un autre mécanisme de formation des pores, basé sur la théorie de l'état métastable des membranes. L'état du pore (énergie de pore F) peut être caractérisé par l'équilibre entre l'énergie de stabilisation et l'énergie de déstabilisation (Figure 2.6) :

$$F = F_s - F_d = 2\pi\omega r_p - \pi\gamma r_p^2 \quad (2-13)$$

Avec :

$$F_s = 2\pi\omega R_p,$$

$$F_d = \pi\gamma R_p^2,$$

$\omega$ : tension linéaire d'un pore (N.m<sup>-1</sup>),

$\gamma$ : tension de surface membranaire (N.m<sup>-2</sup>),

$r_p$ : rayon du pore (m).

Pour une membrane lipidique, les valeurs des tensions de surface et linéaire sont :  
 $\gamma \approx 2 \cdot 10^{-3}$  N.m<sup>-1</sup> et  $\omega \approx 1,69 \cdot 10^{-11}$  N (Shynkaryk, 2007).

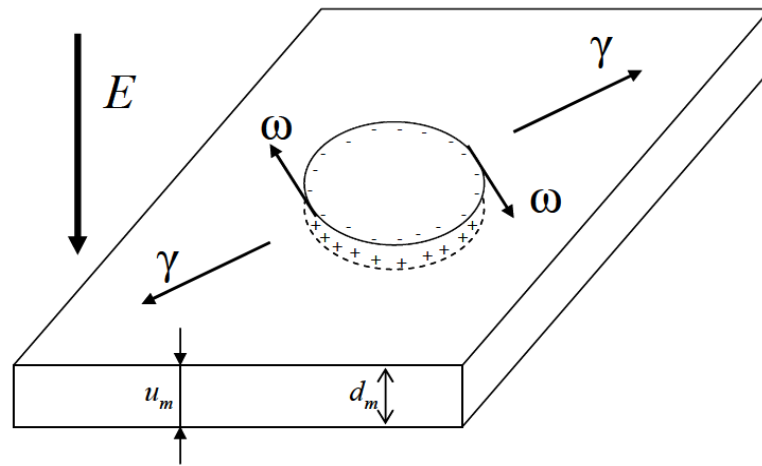


Fig.2.6: Schéma de la formation du pore membranaire selon la théorie de l'état métastable

Le champ électrique est un facteur de déstabilisation. Après la formation d'un pore, la matière diélectrique de la membrane est remplacée par la matière du milieu extérieur (ordinairement proche de l'eau) (Shynkaryk, 2007).

### 2.3.3. Modélisation d'électroporation

Afin de modéliser l'électroporation, une décomposition des éléments de la chambre de traitement est indispensable selon (Elgenedy, 2018).

La figure 2.7 montre le modèle électrique détaillé d'une cellule biologique sous traitement où une chambre de traitement contient un milieu et au moins une cellule biologique. Le milieu peut être décrit par une résistance  $R_s$  et une capacité  $C_s$  qui sont liées linéairement à la résistivité du milieu et à sa constante diélectrique, respectivement (Elgenedy, 2018).

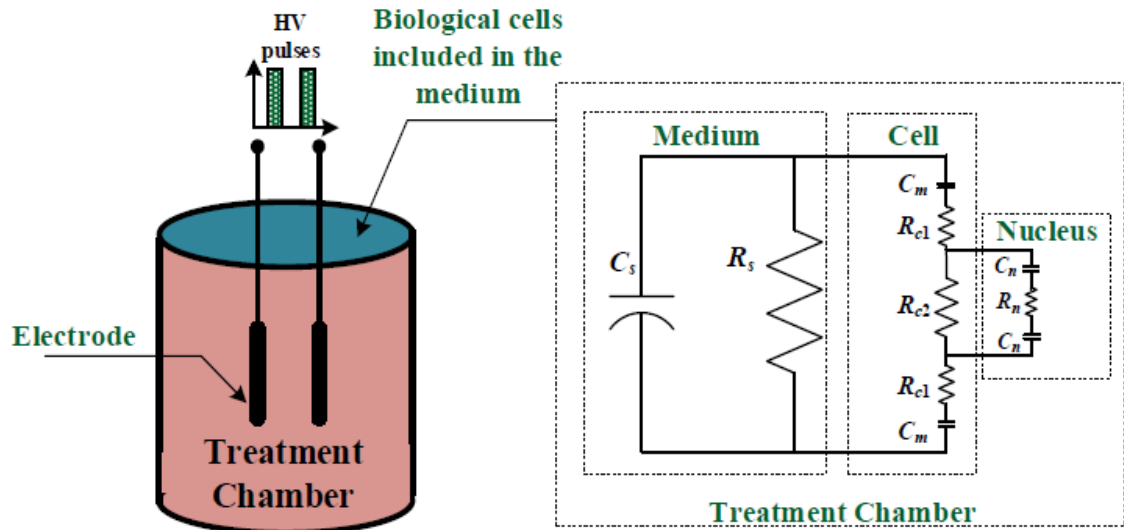


Fig.2.7: Modèle électrique détaillé d'une cellule biologique sous traitement

La cellule biologique est formée de trois sous-structures, à savoir : la membrane cellulaire, le cytoplasme et le noyau. En tenant compte des sous-structures cellulaires, l'intérieur de la cellule peut être modélisé par des résistances ( $R_{c1}$  et  $R_{c2}$ ) et les membranes entourant la cellule, modélisées par des condensateurs,  $C_m$ . Les deux éléments sont en série à la résistance décrivant le cytoplasme à l'extérieur du noyau, qui peut à nouveau être modélisé par la résistance  $R_n$  et sa membrane environnante par des condensateurs  $C_n$ . Fondamentalement, l'échantillon sous traitement, ainsi que le milieu, sont modélisés par la résistance et la capacité. Mais sa modélisation est dépendante de la durée du CEP appliqué. Pour des durées d'impulsion comparables au temps de relaxation diélectrique (qui est typiquement de l'ordre de la nanoseconde) du milieu, la composante capacitive de l'impédance peut être négligée (Elgenedy, 2018).

## 2.4. Techniques de perméabilisation des cellules

L'amélioration de l'extraction des composés d'intérêts passe par une étape de prétraitement qui vise à dénaturer au moins partiellement la membrane et/ou paroi des cellules (végétales ou animales) pour faciliter le transfert. Dans l'industrie agroalimentaire, plusieurs méthodes de prétraitement sont utilisées ; à savoir la fragmentation mécanique de

la matière première et la dénaturation partielle des cellules par voie thermique, chimique ou biologique. D'autres nouvelles techniques sont en cours de développement comme les traitements électriques, électrothermiques, les hautes pressions, les micro-ondes ou les ultrasons (Grimi, 2009).

#### **2.4.1. Méthodes conventionnelles**

##### **2.4.1.1. Méthode mécanique : découpage ou broyage**

La fragmentation (découpage ou broyage) du tissu végétal est une étape très importante lors des opérations de séparation solide-liquide (pressage, diffusion, séchage...). Elle consiste à diviser la matière en fines particules et à altérer les tissus et les parois cellulaires afin de libérer le jus intracellulaire et d'augmenter la surface d'échange entre le solide et le liquide. Lors de l'extraction de jus à partir des fruits et légumes par pressage, la réduction de la taille des particules augmente favorablement le rendement en jus (Grimi, 2009).

Les contraintes appliquées sur des petites particules sont plus importantes que celles sur des grosses particules ou sur des produits non fragmentés. La définition de la taille optimale dépend fortement de la texture du produit, de ses principaux constituants et des applications qui suivent. Toutefois, une réduction de la taille de particules n'est pas toujours la meilleure solution pour un procédé global (extraction, clarification, filtration).

Le broyage du produit en très fines particules peut influencer négativement la sélectivité de l'extraction et la pureté du jus obtenu à la fin du procédé. De plus, la séparation des deux phases (solide et liquide) devient difficile (Grimi, 2009).

Ainsi, lors du pressage dans un filtre presse ou une presse à bandes, l'utilisation de petites tailles de particules a un effet bénéfique sur le rendement d'extraction, mais la teneur en particules dans le filtrat augmente considérablement ce qui nécessite des étapes ultérieures de filtration et de clarification. Enfin, le problème de colmatage des filtres apparaît avec la diminution de la taille des particules. Le dépôt des solides sur la membrane s'accroît et la filtration (passage du liquide à travers le filtre lors du pressage par exemple) se poursuit jusqu'à ce que la résistance du gâteau à l'écoulement n'autorise plus une extraction de liquide suffisamment rapide. L'utilisation du découpage ou broyage du produit n'est pas toujours suffisante pour assurer une bonne perméabilisation cellulaire. De ce fait, on a souvent recours à d'autres traitements comme le traitement thermique avant ou au cours de l'extraction (Grimi, 2009).

#### **2.4.1.2. Méthode thermique**

Le traitement thermique est l'une des techniques de référence afin de perméabiliser les cellules et accélérer la cinétique d'extraction. Le chauffage (par conduction ou convection) est un traitement classique très employé dans de nombreuses applications agro-industrielles.

L'extraction industrielle de sucres à partir des betteraves ou d'inuline à partir des chicorées consiste à porter le produit à des températures dépassant les 70°C pendant 1 à 1h30. Ces conditions constituent une étape essentielle du procédé d'extraction afin de casser les barrières cellulaires des membranes et d'atteindre l'équilibre thermique nécessaire à l'obtention d'une cinétique d'extraction rapide. L'augmentation de la température a un effet positif sur l'amélioration de l'extraction des polyphénols. La cellule vivante possède une pression osmotique nommée pression de turgescence. Une fois la cellule détruite, cette pression chute rapidement (Boussetta *et al.*, 2009).

Malgré les effets positifs de ce type de traitement, il existe certains désavantages notamment une consommation énergétique assez importante. De plus, le traitement thermique (> 60°C) provoque une altération de la qualité du produit. En effet, à hautes températures, il se produit une dénaturation des protéines, des pigments et une inactivation irréversible des vitamines. Le procédé d'extraction de sucres se déroule à 75°C environ et une grande quantité de pectine (principaux constituant des parois cellulaires) passe dans le jus. Cette quantité augmente avec l'accroissement de la température du milieu d'extraction (Grimi, 2009).

#### **2.4.1.3. Méthode de traitement enzymatique**

Le prétraitement enzymatique est une technique de destruction cellulaire à température ambiante ou modérée (<45°C). La paroi cellulaire aide au maintien de la rigidité cellulaire et son altération/absence rend le protoplaste sensible aux dommages extérieurs. L'ajout d'enzymes capables de dépolymériser les macromolécules pariétales permet de dégrader la paroi cellulaire. La variété de ces enzymes dépend de la composition de la paroi. Les enzymes sont spécifiques à la nature des oses, au type de liaisons impliquées et par leurs activités. On distingue plusieurs types d'enzymes : cellulases, xylanases ou hémicellulases, pectinases.... Ainsi, le prétraitement enzymatique a été utilisé afin de faciliter l'extraction aqueuse des huiles des plantes, l'extraction de jus de pomme et d'autres composés. Les enzymes dégradent les parois cellulaires des végétaux. Les rendements en jus et



l'extraction des pigments et des tanins ont également été améliorés après un traitement enzymatique lors de la macération de raisins (Grimi, 2009).

Malgré l'intérêt de cette technologie pour la détérioration des cellules, la fragmentation des chaînes polymériques conduit à la détérioration de la qualité du jus d'extraction et réduit le champ d'application de ce genre de prétraitement aux produits pour lesquels d'autres méthodes (électriques, mécaniques, chimiques,...) sont inapplicables (Grimi, 2009).

#### **2.4.1.4. Méthode chimique**

Dans l'industrie agroalimentaire, les produits chimiques (acides ou bases) sont largement utilisés pour l'amélioration de la séparation solide-liquide. Plusieurs travaux rapportent l'efficacité de ce traitement dans la perméabilisation des membranes cellulaires.

Le traitement alcalin des cossettes de betteraves a été utilisé afin d'améliorer le rendement d'extraction de jus. Ce procédé a permis d'endommager la structure cellulaire par dénaturation des pectines. Les résultats obtenus lors de l'utilisation de la chaux combinée au traitement thermique ont permis d'obtenir un rendement de jus de pressage de 93% contre 43% sans ces deux traitements. Les auteurs suggèrent qu'un simple traitement alcalin des cossettes, à froid, ne permet pas une dénaturation complète des parois cellulaires. Malgré l'efficacité démontrée de ce procédé, aucune application industrielle n'a vu le jour.

Ceci est essentiellement dû au fait que les gâteaux de pressage, à l'issue de la déshydratation, sont relativement concentrés en chaux ce qui rend impossible leur valorisation en tant qu'aliment pour le bétail. De plus, cette technologie compliquerait les opérations de cristallisation du sucre. D'autres exemples d'applications industrielles des produits chimiques existent. Ainsi, l'extraction par ajout de SO<sub>2</sub> est utilisée pour améliorer l'extraction des polyphénols à partir des marcs de raisins (Grimi, 2009).

#### **2.4.2. Méthodes alternatives**

Afin de réduire la durée d'extraction et la consommation énergétique ces facteurs, les techniques conventionnelles se sont vues assistées par de nouvelles méthodes d'intensification telles que les ultrasons, les micro-ondes, l'extraction par fluide supercritique, les hautes-pressions, l'extrusion, la détente instantanée contrôlée (DIC), les champs électriques pulsés et les décharges électriques de haute tension. Ces techniques d'intensification agissent selon différents mécanismes sur les membranes et/ou parois

cellulaires et elles facilitent ainsi l'extraction des composés phénoliques dans le milieu environnant (Bouras, 2015).

#### **2.4.2.1. Ultrasons**

Les ultrasons sont une technique développée à l'échelle industrielle et sont largement utilisés dans le traitement des polluants de l'eau, le séchage, le dégazage et l'élimination de la mousse, le découpage, la production d'émulsions, l'inactivation des spores, enzymes et microorganismes, etc. Les ultrasons sont des ondes ultrasonores qui génèrent des vibrations mécaniques dans un solide, un liquide ou un gaz (Li *et al.*, 2014).

Ils sont classés en deux catégories selon la gamme de fréquence utilisée. En effet, lorsque la fréquence des ultrasons est élevée (2 à 10 MHz) et que la puissance est faible, on parle d'ultrasons de diagnostic. On parle d'ultrasons de puissance lorsque la fréquence est faible (20 à 500 kHz) et que la puissance est élevée. Les applications des ultrasons de diagnostic sont différentes des applications des ultrasons de puissance. Généralement, les ultrasons de diagnostic sont utilisés dans le domaine médical alors que les ultrasons de puissance trouvent des applications dans l'extraction (Li *et al.*, 2014).

Lorsque les ultrasons sont appliqués dans un milieu solide-liquide, les ondes ultrasonores induisent l'apparition de deux cycles : cycle de compression à haute pression et un cycle de dépression à basse pression. Lors du cycle de dépression, les ondes créent des bulles de vapeur appelées « bulles de cavitation ». Ces bulles de cavitation implosent lors du cycle de compression quand elles ne peuvent plus absorber d'énergie et ce phénomène est appelé « cavitation ultrasonore ». Lors de cette cavitation, des températures et pression locales peuvent atteindre 50 MPa et 5000°C. La cavitation ultrasonore génère à son tour des micro-jets de liquide qui endommagent les membranes cellulaires qui se trouvent à proximité et permettent de créer une agitation au niveau de la couche limite. Ainsi, les effets physiques de la cavitation permettent d'améliorer l'extraction des composés d'intérêt en améliorant l'accès du solvant à l'intérieur de la matrice du solide (Chemat *et al.*, 2004).

Plusieurs paramètres gouvernent l'action des ultrasons et leur performance. On peut citer les paramètres liés à l'extraction de manière générale tels que la composition du solvant, le rapport liquide/solide, la taille des particules, etc. et les paramètres spécifiques aux ultrasons tels que la fréquence, la température de l'extraction par ultrasons, la puissance, etc. Il est nécessaire d'étudier l'effet de ces paramètres sur l'extraction afin d'optimiser et de maximiser les quantités extraites. Les équipements de traitement et d'extraction par ultrasons sont différents selon si l'on travaille à l'échelle du laboratoire ou

dans un environnement industriel. En effet, à petite échelle, on recense deux dispositifs : le bain à ultrasons et la sonde à ultrasons (Bouras, 2015).

Dans le cas des bains à ultrasons, les fréquences utilisées sont comprises entre 25 et 50 kHz avec des puissances acoustiques de 1 à 5 W.cm<sup>-2</sup> et ils sont principalement utilisés pour la désinfection. Cependant, les sondes à ultrasons sont utilisées dans le domaine de l'extraction et la configuration de la sonde permet une propagation axiale des ondes sonores avec des dissipations radiales dans la suspension (solide et liquide).

A l'échelle industrielle (pharmaceutique, cosmétique, etc.), on recense plusieurs dispositifs parmi lesquels on trouve des systèmes composés de : a) un réacteur sous agitation dans lequel est immergée une sonde ultrasonore ; b) un réacteur sous agitation avec des émetteurs d'ultrasons placés au niveau de la paroi ou à la base du réacteur ; c) réacteur ultrasonore avec double enveloppe (Bouras, 2015).

#### **2.4.2.2. Micro-ondes**

Les micro-ondes sont une technologie mature aujourd'hui. En effet, la première utilisation s'est faite en 1950 après le dépôt d'un brevet par la société Raytheon suite à la découverte en 1945 des micro-ondes grâce au physicien Percy Spencer. A cette date, le four était destiné à faire cuire les aliments et il a été commercialisé en 1953. C'est seulement en 1986, que des recherches ont été entreprises pour l'utilisation des micro-ondes pour l'extraction (Ganzler *et al.*, 1986).

Aujourd'hui, cette technologie est utilisée que ce soit à titre professionnel (laboratoire et industrie pour la pasteurisation, séchage, etc.) et à titre personnel (four à micro-ondes pour la décongélation et la cuisson). Dans le spectre électromagnétique, les micro-ondes sont situés entre les ondes radiodiffusion et l'infrarouge et sont composés d'ondes électromagnétiques avec une fréquence comprise entre 300 MHz à 300 GHz. Le chauffage par micro-ondes est connu pour être plus efficace que le chauffage classique. La différence réside dans le mécanisme d'action du four à micro-ondes. Les ondes électromagnétiques ont la particularité de pouvoir interagir avec les molécules d'eau ou du solvant polaire à l'intérieur d'une matrice solide. De ce fait, les transferts de chaleur et de matière se font dans le même sens, de l'intérieur de la matrice vers le milieu environnant contrairement au chauffage classique où le transfert de chaleur se fait de l'extérieur vers l'intérieur et le transfert de matière de l'intérieur vers l'extérieur.

La propagation des ondes électromagnétiques et leur absorption par le solvant et le matériau dépend des propriétés diélectriques des molécules les composant. Ces propriétés

sont définies comme étant la permittivité  $\varepsilon$  ( $F.m^{-1}$ ) qui dépend de plusieurs facteurs tels que la puissance et la fréquence appliquées, la température, etc (Bouras, 2015).

Dans un four à micro-ondes, on retrouve un générateur à micro-ondes appelé le magnétron dans lequel l'onde électromagnétique est générée grâce au courant électrique ; un guide d'onde qui sert à transporter les ondes du générateur à micro-ondes vers l'applicateur et un applicateur dans lequel est placé l'échantillon à traiter (Bouras, 2015).

Le magnétron se compose d'un tube à vide circulaire muni d'une cathode, pouvant être entourée d'un filament hélicoïdal en tungstène ou thorium, et d'une anode cylindrique creuse composée de plusieurs cavités résonnantes de formes différentes selon le magnétron. Il règne dans ce tube un vide poussé, appelé « espace d'interaction », qui effectuera la conversion de l'énergie électrique en une énergie cinétique circulaire d'électrons et enfin, en une énergie magnétique rayonnante à haute fréquence. Le guide d'onde permet de convoier et de guider les ondes émises par le magnétron. Il est sous forme de conducteur ou tube creux de dimensions précises recouvert d'un métal conducteur (Bouras, 2015).

L'applicateur est la chambre de traitement dans laquelle l'échantillon est placé et il existe deux types d'applicateur selon le mode de propagation des ondes : monomode et multimode. Le réacteur monomode permet un seul mode de propagation de l'onde via le contrôle du champ électrique. Cependant, ce mode n'est réservé qu'au petit volume de produit à traiter contrairement au réacteur multimode. Ce dernier est présenté sous forme d'une enceinte dans laquelle les ondes électromagnétiques sont envoyées par le guide d'onde en direction du produit mais étant donné que l'enceinte est large, des réflexions multiples de ces ondes ont lieu sur les parois. De ce fait, dans un réacteur multimode, il est difficile de contrôler la propagation des ondes à l'intérieur de l'enceinte (Bouras, 2015).

#### 2.4.2.3. *Chauffage ohmique*

Le chauffage ohmique (CO) est un chauffage volumique par conduction électrique directe au sein du produit. L'énergie électrique est dispersée par effet Joule dans chaque élément de volume du produit et permet de le réchauffer dans sa masse. Le CO consiste à appliquer au produit un champ électrique d'une intensité relativement faible ( $E < 100$  V/cm) pendant une durée assez longue ( $t \approx 10^{-10}$  s). La variation de la température lors du chauffage ohmique  $T(t, r)$  est décrite par l'équation de l'équilibre thermique (Shynkaryk, 2007) :

$$\frac{\partial(\rho CT)}{\partial t} = \nabla(\lambda \nabla T) + Q \quad (2-14)$$

Avec:

$\rho = \rho(r)$ : masse volumique de la matière ( $\text{kg.m}^{-3}$ ) ;  $C = C(r)$ : capacité calorifique ( $\text{J.K}^{-1}\text{kg}^{-1}$ ),  
 $\lambda = \lambda(r)$ : conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) ;  $r$ : coordonnée spatiale (m) ;  $Q$ : vitesse du chauffage volumique ( $\text{W.m}^{-3}$ ).

Un facteur très important pour l'efficacité du chauffage ohmique est la conductivité électrique du produit. La conductivité électrique augmente avec la température, et pour les biomatériaux, la conductivité électrique est en général une fonction linéaire de la température (Davies *et al.*, 1999) telle que:

$$\sigma = \sigma_0 (1 + mT) \quad (2-15)$$

Avec:

$\sigma_0$ : constante ( $\text{S.m}^{-1}$ ),  
 $m$ : coefficient de conductivité électrique ( $\text{S.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ ),  
 $T$ : température ( $^{\circ}\text{C}$ ).

La chaleur générée  $\Delta Q$  est fonction de la géométrie des cellules, de la conductivité électrique du fluide ( $\sigma$ ) et de la tension appliquée (Grimi, 2009) :

$$\Delta Q = \sigma.E^2.A.\Delta z.dt \quad (2-16)$$

Le chauffage ohmique agit par l'endommagement ou l'électroporation des cellules. Les méthodes de chauffage entraînent des modifications structurales des produits alimentaires et une amélioration de la diffusion pendant et après le traitement (Grimi, 2009).

La fréquence et la forme des impulsions sont les paramètres les plus importants pour le chauffage ohmique. Le chauffage ohmique est plus rapide à 50 Hz. Ceci a été expliqué par les effets d'électroporation (Shynkaryk, 2007).

Un autre facteur très important pour le chauffage ohmique est la viscosité de la phase liquide. L'augmentation de la viscosité s'accompagne en effet d'une réduction des flux convectifs. Cela mène à des températures élevées dans les zones de densité maximale de courant électrique. La génération d'énergie au cours du chauffage ohmique dépend de la température. Des chambres d'écoulement paraissent avantageuses pour une meilleure agitation du liquide, ce qui produit un chauffage ohmique beaucoup plus homogène (Shynkaryk, 2007).

#### 2.4.2.4. Détente instantanée contrôlée

Récemment, une nouvelle technique thermo-mécanique appelée Détente Instantanée Contrôlée (DIC) semble rencontrer un succès croissant ; il s'agit de l'autovaporisation explosive qui consiste à réaliser une détente instantanée amenant très rapidement le produit à une pression relativement basse. La D.I.C. (Figure 2.8) est un traitement à haute

température et de courte durée. Le principe de fonctionnement comprend 4 étapes principales (Grimi, 2009) :

- a) Une mise sous vide : cela permet d'instaurer un vide préliminaire dans l'enceinte de traitement où est placé le produit et d'assurer un bon contact entre le produit et la vapeur d'eau.
- b) Une injection de vapeur : cette étape permet d'instaurer une pression  $P$  de vapeur d'eau et de porter le produit en quelques secondes à une température maîtrisée ( $T < 200^{\circ}\text{C}$ ,  $P < 20$  bar) et maintenue durant quelques dizaines de secondes.
- c) Une détente vers le vide : c'est une étape très importante car il faut assurer un refroidissement ultra-rapide ( $< 200$  ms) du produit par autovaporisation d'une partie de son eau.
- d) La remise à la pression atmosphérique .

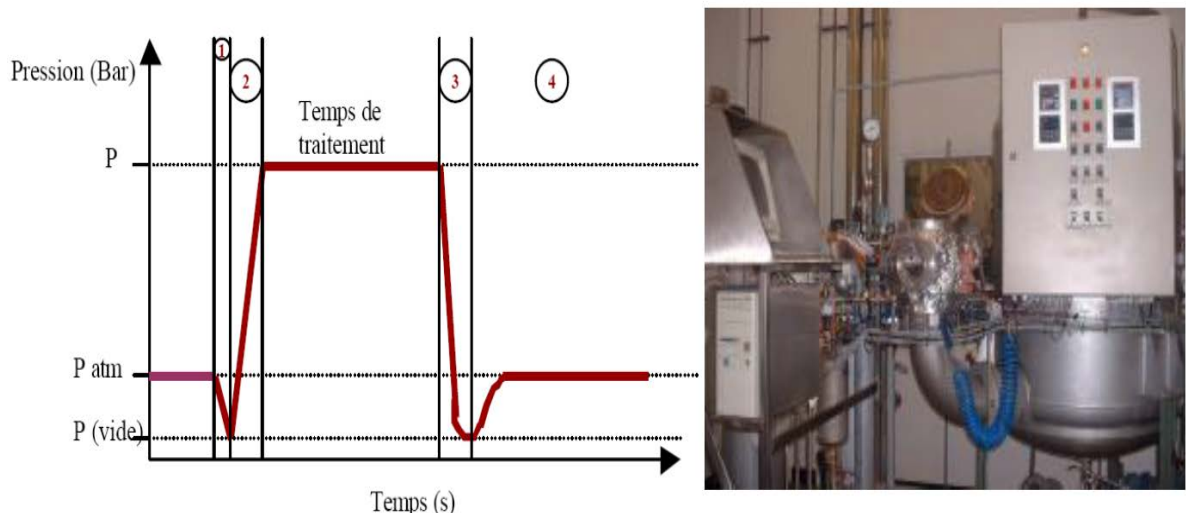


Fig.2.8: Principe et photo du pilote de DIC

Plusieurs travaux de recherche (Bardaweel *et al.*, 2018) ont montré que la paroi cellulaire est perméabilisée après traitement par DIC. Lors des procédés d'extraction solide-liquide, ces études ont montré une bonne efficacité de ce type de prétraitement pour l'amélioration du rendement d'extraction, du séchage, de la réhydratation et de la réduction des microorganismes (Grimi, 2009).

#### 2.4.2.5. Décharges électriques de haute tension

Le nom assez générique de « décharges électriques » englobe plusieurs aspects qui peuvent être utilisés séparément ou conjointement :

- a) L'aspect « prédécharge » qui indique que le champ électrique appliqué joue le rôle principal,

- b) L'aspect « effet couronne » qui indique que le phénomène d'ionisation prédomine avec la formation d'une avalanche électronique (streamers),
- c) L'aspect « arc » qui désigne la formation d'ondes de choc,
- d) L'aspect « leader » qui indique que la thermalisation joue un rôle significatif,
- e) L'aspect « faisceaux d'électrons » (plasmas non thermiques) dans lesquels les électrons sont très énergétiques.

On désigne par plasma un gaz dont les molécules sont ionisées. Les décharges électriques peuvent produire, très soudainement, des effets thermiques, des effets photoniques, des effets de chocs ou faire apparaître des radicaux libres qui rendent les milieux très réactifs. Les phénomènes mis en jeu lors de l'application des décharges électriques de haute-tension dépendent fortement du milieu dans lequel elles sont appliquées: milieu aqueux ou milieu gazeux (Boussetta *et al.*, 2009).

Le traitement par décharges électriques de haute tension (DEHT) est une technique qui consiste à appliquer un champ électrique de haute intensité entre deux électrodes immergées dans l'eau. L'intensité élevée du champ et la forme des électrodes (électrodes pointes ou planes) permettent la formation d'un arc électrique. Le mécanisme de formation des décharges électriques reste très complexe. Sous l'effet du champ appliqué, des électrons provenant d'une première électrode sont accélérés et entrent en collision avec les autres molécules environnantes. Ces dernières acquièrent à leur tour suffisamment d'énergie pour ioniser et/ou exciter d'autres molécules. Une avalanche d'électrons est ainsi formée et se propage vers la deuxième électrode. Il en résulte alors la création d'un arc électrique (Grimi, 2009).

Pendant la décharge, plusieurs phénomènes ont lieu telles que la production de radicaux libres à partir de l'eau, de fortes radiations UV, la propagation d'ondes de chocs et la production d'ozone à partir des bulles d'oxygène présentes dans le produit. La combinaison de ces effets favorise la fragmentation des particules solides ce qui facilite et accélère la cinétique d'extraction solide-liquide à partir des produits végétaux secs (Barskaya *et al.*, 2000). Les décharges électriques ont été utilisées comme moyen de dégradation des composés organiques contenus dans l'eau (Sugiarto and Sato, 2001).

L'inactivation des micro-organismes (Zuckerman *et al.*, 2002) et l'amélioration de l'extraction de composés d'intérêt à partir de bioproduits comme les polyphénols à partir de marcs de raisins (Boussetta *et al.*, 2009), ou les antioxydants à partir de fenouils (El-Belghiti *et al.*, 2008). Ces performances de traitement par décharges électriques ont été attribuées par plusieurs auteurs à la dénaturation cellulaire lors du passage du courant

électrique à travers le produit. Il a également été démontré que lors du traitement par décharges électriques, des turbulences provoquent l'agitation du milieu et facilitent ainsi davantage les phénomènes de transfert de la matière (Grimi, 2009).

Malgré les effets bénéfiques de ce type de traitement dans l'amélioration de l'extraction, le tissu est complètement fragmenté et les cellules (paroi et membrane) sont complètement détruites. Des étapes ultérieures de filtration et de séparation sont à envisager ce qui augmente les coûts du procédé. Les essais de traitement par décharges électriques se font jusqu'à présent en mode discontinu à l'échelle laboratoire et à l'échelle pilote. Les pilotes de traitement en continu ne sont actuellement pas disponibles en raison de la complexité de leur construction et de l'adaptation des générateurs de haute tension (Grimi, 2009).

Le traitement par DEHT nécessite un générateur électrique et une cellule de traitement. Les décharges électriques sont générées avec de forts courants et/ou de fortes tensions. Pour les forts courants, toute une gamme de générateurs existe, le plus souvent, à partir de semi-conducteurs de puissance (thyristors, IGBT, GTO...) (Boussetta *et al.*, 2009).

Le domaine des hautes tensions est moins classique mais on trouve, néanmoins, un certain nombre d'architectures permettant de générer de tels signaux : transformateurs à lignes, transformateurs de Tesla, générateurs de Marx...

L'énergie fournie par une alimentation est emmagasinée dans un condensateur ou une inductance de stockage puis est déchargée très rapidement par un commutateur au niveau des électrodes. Lors de la rupture diélectrique (claquage) au niveau de l'intervalle inter-électrodes dans l'eau, l'onde de tension est caractérisée par les différentes grandeurs : sa valeur maximale  $U_m$ , sa décroissance en  $\exp(-tRC)$ , sa valeur  $U_b$  à l'instant  $t_b$  du claquage (breakdown), sa chute de tension  $\Delta U = U_m - U_b$  (ou sa valeur relative  $\Delta U/U_m$ ), sa largeur  $\Delta t = t_b - t_0 \approx t_b$ .

La phase de pré-décharge peut durer jusqu'à quelques centaines de  $\mu s$ . Pendant la décharge électrique, les profils de tension et de courant sont des oscillations décroissantes amorties. Notons la chute de tension  $\Delta U$  au moment de l'apparition de l'arc. L'émission lumineuse ne commence qu'après une dizaine de microsecondes de l'application de l'onde de tension. L'émission devient impulsionnelle au moment de l'arc. L'onde de pression quant à elle survient après l'apparition de l'arc. Les formes d'électrodes les plus communément utilisées sont les combinaisons pointe-plan, plan-plan et pointe-pointe où les électrodes sont entièrement ou partiellement immergées dans l'eau. Cette dernière configuration est particulièrement utilisée pour la création d'arc électrique afin de



concentrer les lignes de champs électriques. Le rayon de courbure des pointes a alors tout intérêt à être le plus faible possible. Le champ électrique, par le biais de la géométrie des électrodes et de l'amplitude de la tension appliquée, a une influence considérable sur la structure, la vitesse et le mode de propagation des décharges dans les liquides (Beroual *et al.*, 1998).

Dans le cas d'une configuration d'électrodes pointe-plan, le champ électrique maximal est donné par l'équation suivante :

$$E = \frac{2 U}{r_0 \ln\left(\frac{4d}{r_0}\right)} \quad (2-17)$$

Avec :

d : la distance inter-électrodes ,

U : la tension

r<sub>0</sub> : le rayon de courbure de la pointe.

La réduction du rayon de courbure de la pointe permet ainsi l'obtention d'un champ électrique élevé. Pour des électrodes plan-plan, le champ électrique ne dépend que de la tension et de la distance inter-électrodes :

$$E = \frac{U}{d} \quad (2-18)$$

Avec :

d : la distance inter-électrodes ; U : la tension.

Ici, la génération des DEHT nécessite des tensions élevées surtout lorsque les électrodes sont éloignées (Boussetta *et al.*, 2009).

## 2.5. Champ électrique pulsé (CEP)

La technologie de traitement par champs électriques pulsés implique l'application d'impulsions de haute tension (kV/cm) à des aliments placés entre deux électrodes. Le traitement par CEP est mené à température ambiante, et durant un temps de traitement de moins d'1 s (µs ou ms). Généralement les paramètres du traitement sont (Vorobiev and Lebovka, 2010):

- ❖ Intensité du champ de 15 à 80 kV/cm et durée des impulsions de 1 à 5 µs pour l'inactivation microbienne ;
- ❖ Intensité du champ de 0,1 à 5 kV/cm et durée des impulsions de 10 à 1000 µs pour l'électroporation des cellules végétales et l'extraction non-thermique des composés intercellulaires à partir des aliments solides.

Les technologies d'énergie pulsée en général, se caractérisent par la concentration d'énergie, à la fois dans le temps et dans l'espace, à des impulsions de haute intensité. La pulsation de l'énergie augmente l'efficacité énergétique et permet de nouvelles applications qui ne sont pas possibles avec un flux d'énergie continu conventionnel.

Les processus chimiques et physiques sont souvent caractérisés par le fait qu'ils sont non linéaires, où un seuil critique, tel que l'énergie d'activation, doit être dépassé avant que la réaction ou le processus n'ait lieu. En fournissant l'énergie par impulsions, la puissance crête des impulsions peut largement dépasser le seuil critique tout en conservant une demande de puissance moyenne modérée. Le flux élevé d'énergie dans l'objet traité est également souvent beaucoup plus rapide que le transport d'énergie hors de la zone traitée, empêchant l'énergie d'être « diluée » dans la pièce. Ce phénomène, souvent appelé échauffement adiabatique, concentre l'énergie dans l'objet traité de sorte que le seuil critique peut être dépassé et que le traitement peut être concentré, par exemple uniquement sur la surface de l'objet (Mansson, 1999).

L'intensité moyenne du champ électrique est déterminée en mesurant la tension aux bornes des électrodes et la distance entre les deux plaques parallèles (équation 2.18). Le temps entre les impulsions est beaucoup plus long que la largeur d'impulsion. Par conséquent, la génération d'impulsions implique une charge lente et une décharge rapide. La largeur d'impulsion est définie comme le temps nécessaire pour diminuer la tension à 37% de sa valeur de crête. Les formes d'onde de pouls les plus couramment appliquées sont sous la forme d'ondes à décroissance exponentielle et carrées (Arévalo, 2003).

### **2.5.1. Première application du champ électrique pulsé**

L'application de champs électriques pour améliorer l'extraction des plantes alimentaires n'est pas nouvelle. (Flaumenbaum, 1949) a rapporté que l'application de champs électriques alternatifs utilisant 220V et d'une fréquence industrielle de 50 Hz augmente le rendement en jus des pruneaux, des pommes et des raisins.

(Zagorulko, 1957) a rapporté que l'application des champs électriques continus et alternatifs ont amélioré l'extraction du jus des betteraves sucrières. Dans ces premières études, les champs électriques avec des intensités de 0,5 à 2 kV/cm ont été obtenus par un faible espacement entre les électrodes de 1 à 3 mm. L'augmentation du rendement d'extraction a été expliquée à la suite d'une rupture électrique des membranes cellulaires et a été nommée électroplasmolyse. Mais les tentatives antérieures d'industrialisation de ce procédé dans les années 1950 et 1960 n'ont pas abouti en raison de difficultés techniques

dues à la faible distance entre les électrodes (claquage, limitation du débit, etc.) et à l'échauffement excessif des particules tranchées.

Puis, dans les années 1970, les études ont été principalement consacrées à l'application de champs électriques à faible intensité de 10 à 100 V/cm accompagnés d'un chauffage ohmique (Rogov and Gorbatov, 1974). L'amélioration rapportée de l'extraction avec des champs électriques à faible intensité a été attribuée à la fois à la destruction thermique et électrique du tissu cellulaire (Vorobiev *et al.*, 2004).

L'intérêt de l'application de champs électriques alternatifs à faible gradient pour améliorer l'extraction des plantes alimentaires a été renouvelé en Europe et en Amérique du Nord dans les années 1990. (Halden *et al.*, 1990) ont rapporté l'amélioration de la diffusion du colorant de betterave avec un chauffage ohmique. (Kim and Pyun, 1995) ont utilisé le chauffage ohmique pour améliorer la diffusion du lait de soja à partir de graines de soja.

(Jemai, 1997) a découvert qu'un champ alternatif à faible gradient (<100V/cm) améliore la perméabilité et le coefficient de diffusion des matières solubles pour les tissus de betterave à sucre, mais provoque un échauffement et une consommation d'énergie importante. Le prétraitement par chauffage ohmique a également été trouvé par (Wang, 1995) et (Lima and Sastry, 1999) pour améliorer le pressage des pommes.

Contrairement au chauffage ohmique, le champ électrique pulsé (CEP) d'une durée de quelques microsecondes a principalement des influences non thermiques sur la structure cellulaire. Le champ électrique pulsé a été intensivement étudié depuis les années 1980 en biologie moléculaire et en génétique végétale pour le transfert de gènes, électrofusion de cellules, électroinsertion de protéines dans les membranes cellulaires, etc. Le concept de formation de pores membranaires ou d'électroperméabilisation a été utilisé pour expliquer le mécanisme non-thermique d'endommagement de la membrane dans le champ électrique externe (Weaver and Chizmadzhev, 1996). Les champs électriques pulsés élevés en tant que nouvelle méthode non thermique de conservation des aliments ont été étudiés depuis le début des années 1990 (Barbosa-Cánovas *et al.*, 1999).

L'application réussie de champs électriques pulsés dans différentes zones et le développement de générateurs d'impulsions à haute tension ont encouragé les études axées sur cette technologie non thermique pour l'amélioration de l'extraction. Plusieurs équipes de recherche ont rapporté les résultats de leur étude de l'application du CEP aux procédés d'extraction (Eshtiaghi and Knorr, 2002).

Les résultats obtenus au cours des 5 dernières années sont très encourageantes et suscitent un intérêt croissant de la part des industriels. Ces études montrent que l'extraction non thermique assistée par CEP à partir d'aliments végétaux peut être une véritable alternative à l'extraction thermique car elle offre des produits de meilleure qualité et des produits thermiquement non dégradés. De plus, les dommages électriques des membranes cellulaires d'une majorité de plantes fruitières et légumières peuvent être atteints à des champs électriques modérés de 0,5 à 1 kV/cm. Ainsi, la mise en œuvre industrielle des dispositifs CEP semble tout à fait probable avec les générateurs d'impulsions haute tension disponibles. Les études de recherche portent maintenant sur la compréhension de l'influence du CEP sur la structure cellulaire des aliments végétaux ainsi que sur l'optimisation technologique des paramètres du CEP en combinaison avec les paramètres des procédés d'extraction (Vorobiev *et al.*, 2004).

### **2.5.2. Système de traitement par champ électrique pulsé**

Le système de traitement par CEP est composé essentiellement d'un générateur d'impulsions haute puissance, d'une cellule de traitement, d'appareils de mesure de tension et de courant. Une cellule de traitement traditionnelle est constituée de deux électrodes maintenues en parallèle par un matériau isolant qui forment une enceinte contenant les aliments à traiter. Étant donné que des plaques parallèles produisent une distribution uniforme de l'intensité du champ électrique sur la zone encerclée par les électrodes, ce type de cellule de traitement est l'option la plus pratique. La mise en forme adéquate des électrodes est une tâche essentielle dans la conception des procédés CEP (Arévalo, 2003).

Le système de traitement CEP est un système électrique simple composé d'un certain nombre de composants, notamment une alimentation haute tension, un banc de condensateurs de stockage d'énergie, une résistance de charge, un interrupteur, une ou plusieurs chambres de traitement, des sondes de tension, de courant et de température, un système de refroidissement et un panneau de commande pour surveiller les opérations de l'ensemble du système CEP. Dans le cas d'un système continu, une pompe est utilisée pour conduire les aliments liquides à travers la ou les chambres de traitement. Le système de refroidissement est normalement utilisé pour diminuer l'effet de chauffage ohmique et maintenir la température de l'échantillon dans la chambre de traitement (Xiang, 2009).

Dans la technologie CEP, l'énergie dérivée d'une alimentation haute tension est stockée dans un ou plusieurs condensateurs et déchargée pour générer le champ électrique

nécessaire dans l'aliment (Barbosa-Cánovas *et al.*, 1999). La capacité (C, Farad) du condensateur de stockage d'énergie est donnée par l'équation suivante (Xiang, 2009) :

$$C = \tau/R = \tau\sigma A/d \quad (2-19)$$

Avec :

C : la capacité du condensateur de stockage d'énergie (F),

$\tau$ : la largeur d'impulsion (seconde),

R : la résistance électrique ( $\Omega$ ),

A : la surface de la surface de l'électrode ( $m^2$ );

$\sigma$ : la conductivité électrique de l'aliment ( $S m^{-1}$ ) ;

d : l'espace inter-électrodes (m).

L'énergie stockée dans un condensateur ( $Q [J m^{-3}]$ ) est donnée par l'équation suivante :

$$Q = \frac{1}{2} CV^2 \quad (2-20)$$

Avec :

C : la capacité (F) ; V : la tension de charge (kV) .

L'énergie stockée dans les condensateurs peut être déchargée quasi instantanément (en une nanoseconde) à des puissances très élevées. La décharge se produit dans une chambre de traitement dans laquelle les aliments sont placés ou circulent à travers un petit espace entre deux électrodes (Barbosa-Cánovas *et al.*, 1999).

Lorsqu'un signal de déclenchement est activé, un interrupteur haute tension est fermé et la charge stockée dans le condensateur traverse les aliments dans la chambre de traitement (Barsotti and Cheftel, 1999) . Afin d'éviter des effets thermiques indésirables, de l'eau froide est circulée à travers les électrodes pour dissiper la chaleur générée par le courant électrique traversant les aliments(Xiang, 2009).

### **2.5.2.1. Alimentation haute tension**

En général, l'alimentation haute tension est utilisée pour charger le banc de condensateurs puis stocker l'énergie. La figure 2.9 représente un schéma des installations électriques pour la génération de deux types d'impulsions (exponentielles et rectangulaires) (Grimi, 2009).

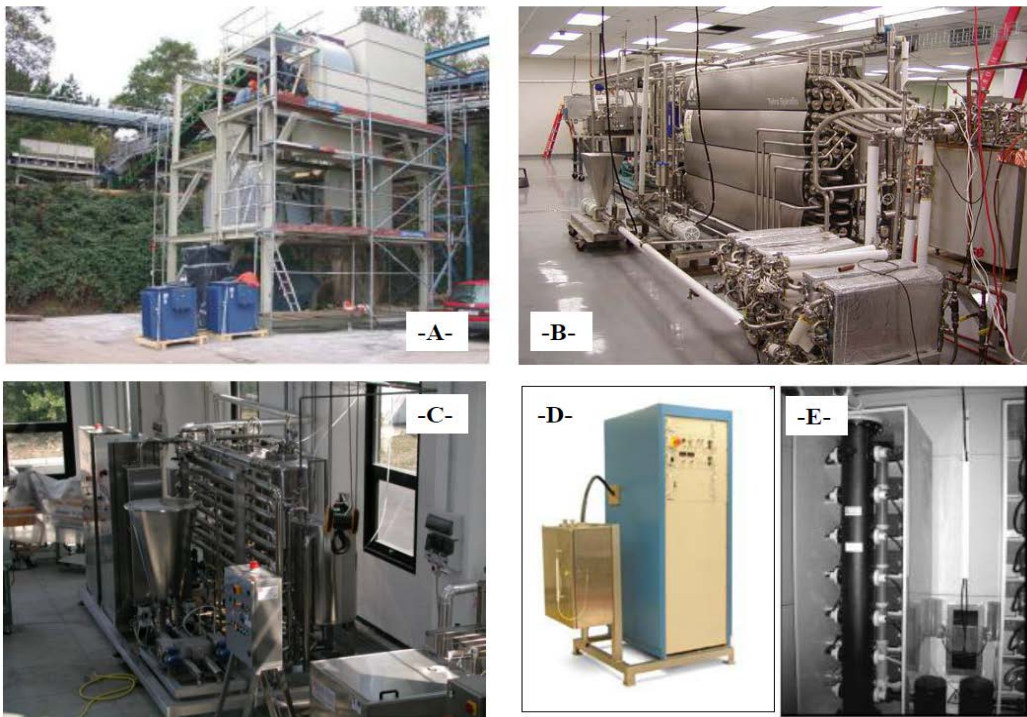


Fig. 2.9: Générateur de champ électrique

A : en Allemagne ; B : au Etats Unis ; C : en Italie ; D : au Etats Unis ; E : en Allemagne

#### 2.5.2.2. Interrupteur

L'interrupteur ou le commutateur (Switch) joue un rôle important dans l'efficacité du système CEP et il est sélectionné en fonction de sa capacité à fonctionner à haute tension et à taux de répétition. Un interrupteur est utilisé pour décharger instantanément l'énergie de la batterie de condensateurs de stockage à travers les aliments contenus dans la chambre de traitement.

Les commutateurs sont couramment utilisés dans les générateurs de puissance pulsés pour des applications industrielles. Le développement de dispositifs semi-conducteurs de puissance a amélioré les performances des dispositifs de commutation rapides et de forte puissance. Les progrès réalisés dans la mise au point de tous les générateurs d'énergie à impulsions à l'état solide sont examinés en mettant particulièrement l'accent sur les applications environnementales.

Ces dernières années, la recherche et le développement d'applications industrielles pratiques de la puissance pulsée répétitive a été fait en utilisant un commutateur à semi-conducteur et un commutateur magnétique. Le choix de la technologie de commutation affecte les performances des générateurs (forme et amplitude des impulsions, taux de répétition, efficacité de commutation, temps de montée et durée de vie). Les commutateurs à base de semi-conducteurs de puissance peuvent être classés selon leurs possibilités de

commande : composants non commandables (diode), composants commandables à la fermeture (thyristor) et les composants commandés à la fois à la fermeture et à l'ouverture (transistor bipolaire, transistor MOS, IGBT) (El Amari, 2011; Miloudi, 2018).

### **2.5.2.3. Chambre de traitement**

Les aliments liquides peuvent être traités dans une chambre de traitement statique ou dans une chambre de traitement continu par l'intermédiaire d'une pompe. Pour les études préliminaires à l'échelle du laboratoire, la chambre de traitement statique est utilisée, mais une ou plusieurs chambres de traitement en continu sont souhaitables pour l'usine pilote ou les opérations à l'échelle industrielle.

La chambre de traitement se compose généralement d'au moins deux électrodes ; l'une est reliée au générateur et l'autre est reliée à la terre. Les deux électrodes sont séparées par un isolant électrique. Selon l'application, la chambre de traitement peut être construite selon différentes configurations géométriques : rectangulaire (électrodes plates en parallèles) et cylindrique (électrodes coaxiales ou électrodes colinéaires) (Grimi, 2009).

Les différentes chambres de traitement sont présentées par la figure 2.10 (Zhang *et al.*, 2022) :

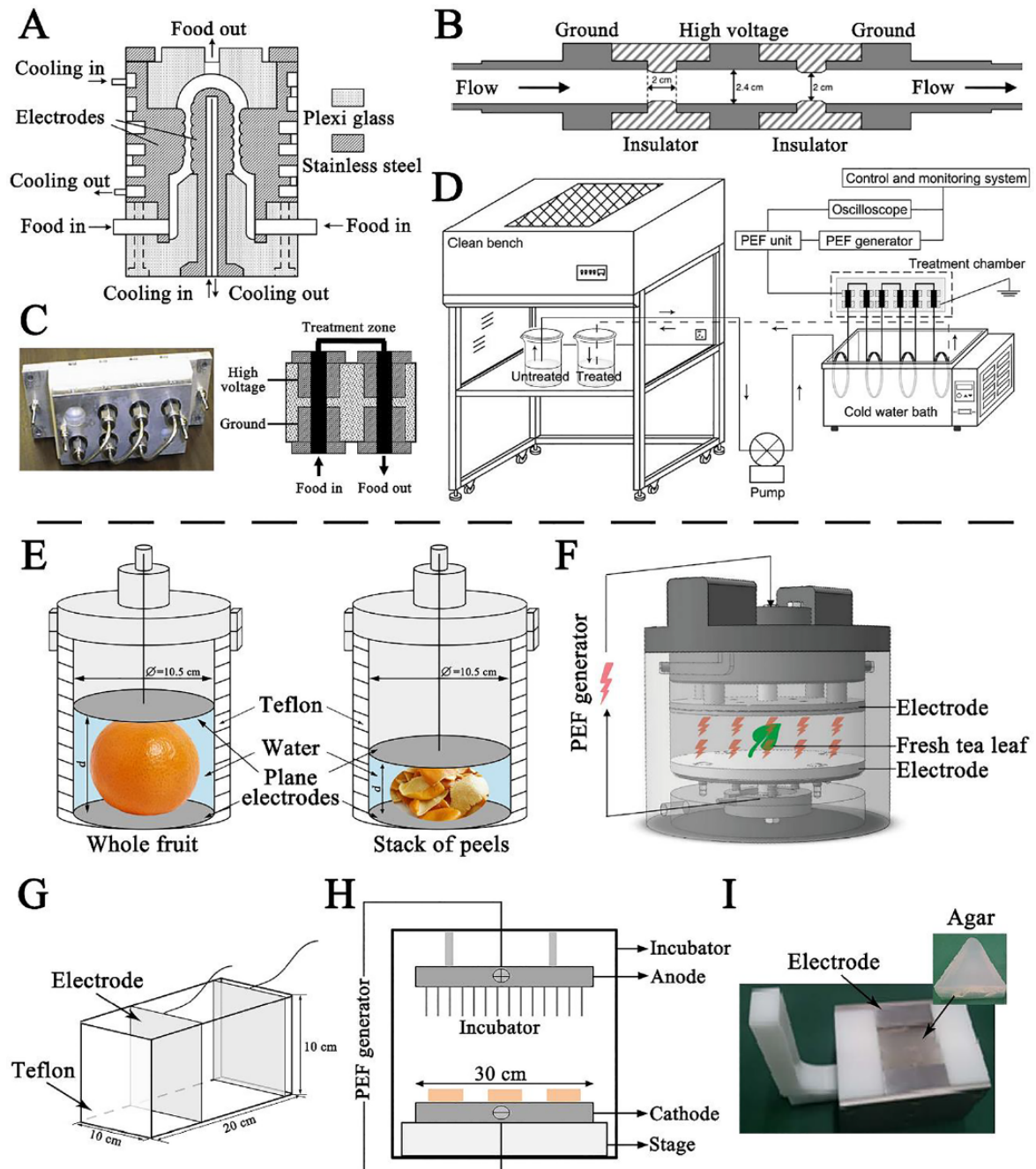


Fig. 2.10 : Schéma de différentes chambres de traitement

A : Chambre de traitement coaxiale ; B : Chambre de traitement colinéaire ; C : Chambre de traitement CEP ; D : Schéma de principe de l'unité de traitement CEP à l'échelle du banc pour les aliments liquides ; E : Chambre de traitement statique pour l'extraction des polyphénols des agrumes ; F : Chambre de traitement statique utilisée pour aider à l'extraction des polyphénols dans le thé adaptée ; G : Chambre de traitement statique pour la préparation de croustilles à faible teneur en huile ; H : Chambre de traitement statique pour le prétraitement du saumon atlantique congelé-décongelé ; I : Chambre de traitement statique pour le traitement du tissu conjonctif du muscle pectoral de bœuf.



Les chambres de traitement en continu présentent l'avantage de pouvoir facilement s'implanter dans les lignes de production déjà existantes et fonctionnant à débit assez élevé, pour peu que l'on puisse obtenir une épaisseur de produit à traiter et appliquer un champ par le générateur adapté au voltage/cm souhaité dans le traitement. Le tout en tenant bien sûr compte du temps de passage du produit. Le champ électrique est plus uniforme (par rapport aux autres configurations) lorsque les électrodes sont planes et parallèles (Grimi, 2009).

L'érosion des électrodes lors du traitement électrique a été rapporté récemment par plusieurs auteurs (Morren *et al.*, 2003) ont suggéré d'utiliser l'or, le platine, le carbone et les oxydes métalliques comme alternatives aux électrodes d'acier inoxydable qui sont généralement les plus utilisées.

Pour éviter le contact entre le produit traité et les électrodes, (Lubicki and Jayaram, 1997) ont développé un système de traitement où l'anode est protégée par une couche de verre ; ceci a pu confirmer que l'inactivation microbienne pouvait être obtenue sans contact direct .

### **2.5.3. Facteurs affectant le résultat de traitement par CEP**

Les facteurs les plus importants dans le système CEP sont l'intensité du champ électrique, le nombre d'impulsions, la forme d'onde d'impulsion, la largeur d'impulsion, le temps de traitement et la température de traitement. Mais les enzymes et les protéines sont généralement plus résistantes à l'intensité du champ électrique et aux impulsions que les micro-organismes. Cela nécessite des recherches plus approfondies, en particulier sur les effets du pH, de la température, de la résistivité et de la composition de l'enzyme ou du milieu contenant des protéines ou du système alimentaire (Xiang, 2009).

#### **2.5.3.1. Intensité du champ électrique**

L'intensité du champ électrique est l'un des principaux facteurs qui influencent l'inactivation microbienne et l'inactivation enzymatique. L'inactivation microbienne augmente avec une augmentation de l'intensité du champ électrique, au-dessus d'un potentiel transmembranaire critique. Ceci est cohérent avec la théorie de l'électroporation, dans laquelle la différence de potentiel induite à travers la membrane cellulaire est proportionnelle à l'intensité du champ électrique appliqué. Les effets du CEP sur les enzymes ou d'autres protéines semblent dépendre des propriétés des protéines, des

caractéristiques du système CEP utilisé et des paramètres du processus électrique, en particulier l'intensité du champ électrique et le nombre d'impulsions (Barsotti *et al.*, 2001).

Pour les électrodes statiques à plaques parallèles, l'intensité du champ électrique est donnée par l'équation (2-18). Pour obtenir une inactivation microbienne, l'intensité du champ électrique appliqué doit être supérieure à l'intensité critique du champ électrique pour un micro-organisme particulier (Castro *et al.*, 1993).

Il est important que l'intensité du champ électrique soit uniformément répartie dans la chambre de traitement pour obtenir un traitement efficace. Des intensités de champ électrique inférieures à 4-8 kV/cm n'affectent généralement pas l'inactivation microbienne. En général, l'intensité du champ électrique nécessaire pour inactiver les micro-organismes dans les aliments se situe entre 12 et 45 kV/cm. Le fait que l'inactivation microbienne augmente avec l'augmentation de l'intensité du champ électrique appliqué et peut être attribué à la haute énergie fournie à la suspension cellulaire dans un produit liquide (Liu *et al.*, 1997). Parce que les enzymes et les protéines sont généralement plus résistantes à l'intensité du champ électrique et aux impulsions que les micro-organismes, une plus grande intensité de champ électrique et un plus grand nombre d'impulsions sont nécessaires, surtout des impulsions avec une grande largeur d'impulsion (Barsotti and Cheftel, 1999).

#### **2.5.3.2. Formes d'ondes**

La décroissance exponentielle et les formes d'onde d'impulsion carrée sont les deux formes d'onde d'impulsion les plus couramment utilisées. Les impulsions d'onde carrée portent plus d'énergie et sont plus mortelles que les impulsions de forme d'onde à décroissance exponentielle puisque sous impulsions carrées, le traitement appliqué est maintenu à une intensité constante sur toute la durée de l'impulsion (Xiang, 2009).

(Zhang *et al.*, 1994) ont signalé une inactivation de *Saccharomyces cerevisiae* supérieure de 60 % lors de l'utilisation de formes d'onde d'impulsions carrées par rapport aux formes d'onde d'impulsions à décroissance exponentielle.

Les deux formes d'onde d'impulsion peuvent être appliquées de manière mono ou bipolaire. Les impulsions bipolaires sont plus mortelles que les impulsions monopolaires parce que les impulsions bipolaires provoquent des changements alternés dans le mouvement des molécules chargées qui entraînent un stress supplémentaire dans la membrane cellulaire et améliorent sa dégradation électrique (Barsotti and Cheftel, 1999).

### **2.5.3.3. Temps de traitement**

Le temps de traitement CEP est calculé comme le nombre d'impulsions multiplié par la largeur d'impulsion (Barbosa-Canovas *et al.*, 2000). La largeur d'impulsion est définie comme le temps pendant lequel le champ de crête est maintenu pour les impulsions d'onde carrée ou le temps jusqu'à la décroissance à 37 % pour les impulsions de décroissance exponentielle. En règle générale, l'augmentation du nombre d'impulsions entraîne une augmentation du temps de traitement, car la largeur d'impulsion est fixée par la configuration de génération d'impulsions.

(Martín-Belloso *et al.*, 1997) ont découvert que la largeur d'impulsion influençait l'inactivation microbienne. Une largeur d'impulsion plus longue a entraîné une plus grande inactivation. Cependant, une augmentation de la largeur d'impulsion peut également entraîner une augmentation indésirable de la température des aliments et favoriser les réactions électrolytiques et l'électrodéposition aux surfaces des électrodes. En général, les traitements CEP sont appliqués sous forme d'impulsions courtes pour éviter un échauffement excessif ou des réactions électrolytiques indésirables (Xiang, 2009).

Mais pour les enzymes et les protéines dans les aliments, le système doit avoir une large largeur d'impulsion pour obtenir de bons résultats et affecter la modification structurale des protéines (Perez and Pilosof, 2004).

### **2.5.3.4. Température de traitement**

La température de traitement CEP est également un facteur très important affectant l'inactivation microbienne et la modification des protéines. En général, la létalité des traitements CEP augmente avec une augmentation de la température de traitement ; par conséquent, un dispositif de refroidissement approprié est nécessaire pour maintenir les températures en dessous des niveaux qui affectent les propriétés nutritionnelles, sensorielles ou fonctionnelles des produits alimentaires (Wouters *et al.*, 1999).

L'application de CEP à des températures douces (50 à 60°C) a été suggérée comme moyen d'améliorer l'efficacité des traitements CEP. La température de traitement a un effet hautement synergique sur l'efficacité du traitement CEP, car elle a une influence significative sur la fluidité et la stabilité de la membrane cellulaire (Xiang, 2009).

(Barbosa-Cánovas *et al.*, 1999) ont confirmé que le maintien d'un traitement à température modérée (environ 50-60°C) pouvait avoir un effet synergique sur le taux d'inactivation.

### 2.5.3.5. *Composition de l'aliment*

Les composants alimentaires tels que les graisses et les protéines ont été associés aux effets protecteurs des micro-organismes contre le CEP, tels que la capacité de certaines substances à protéger les micro-organismes d'un champ appliqué, ou la capacité de certaines espèces chimiques à stabiliser ou à empêcher la migration des ions. Cependant, cet effet protecteur n'est pas toujours le cas, lorsque l'on considère différents micro-organismes (Zhang *et al.*, 2022).

### 2.5.3.6. *Conductivité électrique*

La conductivité électrique d'un milieu ( $\sigma$ , S m<sup>-1</sup>), qui est définie comme la capacité à conduire le courant électrique, est une variable importante dans le traitement CEP. La conductivité électrique est donnée par (Jayaram *et al.*, 1992) :

$$\sigma = d/RA \quad (2-21)$$

Avec :

$\sigma$  : la conductivité électrique (S m<sup>-1</sup>),  
 R : la résistance de l'aliment liquide ( $\Omega$ ),  
 A : la surface d'électrode (m<sup>2</sup>),  
 d : l'espace inter-électrodes (cm).

Les aliments à conductivité électrique élevée (faible résistivité) présentent des champs électriques plus petits dans la chambre de traitement et ne sont donc pas idéaux pour les traitements CEP. En effet, une augmentation de la conductivité électrique résulte d'une augmentation de la force ionique d'un liquide et une augmentation de la force ionique d'un aliment entraîne une diminution du taux d'inactivation. De plus, une augmentation de la différence entre la conductivité électrique d'un milieu et le cytoplasme microbien affaiblit la structure membranaire en raison d'un flux accru de substance ionique à travers la membrane.

### 2.5.3.7. *pH et force ionique*

(Vega-Mercado *et al.*, 1996) ont étudié l'effet de la force ionique du milieu (ultrafiltrat de lait simulé) pendant le traitement CEP. Ils ont confirmé que plus le pH et la force ionique sont bas, plus le taux d'inactivation est élevé.

Lorsque la force ionique a diminué de 168 à 28 mM, le taux d'inactivation a augmenté d'en dessous des limites de détection à 2,5 cycles logarithmiques. De plus, lorsque le pH est passé de 6,8 à 5,7, le taux d'inactivation a augmenté de 1,5 à 2,2 cycles logarithmiques. Le traitement PEF et la force ionique étaient responsables de l'électroporation et de la

compression de la membrane cellulaire, tandis que le pH du milieu affectait le cytoplasme lorsque l'électroporation était terminée (Xiang, 2009).

## **2.6. Domaines d'applications du CEP**

En conséquence, le produit alimentaire, qu'il soit liquide ou solide, est exposé à un champ électrique, ce qui provoque la formation de pores dans les membranes cellulaires. L'utilisation du CEP pour stériliser et inactiver les enzymes dans les aliments liquides tels que les jus et le lait a été largement étudiée, et ses applications commerciales sont progressivement devenues populaires. Cependant, l'application du CEP aux aliments solides en est encore à ses débuts par rapport à son application aux aliments liquides car la plupart des espèces de micro-organismes ne sont pas affectées par un traitement du CEP de faible intensité. Par conséquent, l'électroporation provoquée par le CEP en fait un excellent candidat pour le prétraitement des aliments solides avant le séchage, la cuisson et même la congélation, via un transfert de masse et d'énergie accru (Zhang *et al.*, 2022).

### **2.6.1. Traitement des aliments solides par CEP**

#### **2.6.1.1. Extraction**

La séparation d'une substance d'une matrice, qui peut être liquide ou solide, est généralement le but de l'extraction. Le transfert de masse est essentiel dans les opérations d'extraction à partir d'aliments solides. De nombreuses études ont exploré le CEP en tant que technique de désintégration cellulaire et ont suggéré qu'il peut augmenter le rendement d'extraction et minimiser les coûts et le temps du processus.

Il existe une abondante littérature qui rend compte de l'effet de paramètres du système de CEP sur le rendement d'extraction des composés bioactifs. Parmi ces paramètres, les principaux facteurs qui affectent le rendement d'extraction sont l'intensité du champ électrique, l'énergie spécifique, le temps de traitement et la température (Zhang *et al.*, 2022).

#### **2.6.1.2. Séchage**

Le séchage peut être une technique de conservation qui élimine l'eau du produit. La durée de conservation du produit est prolongée en raison de la diminution de l'activité de l'eau.

Des taux de diffusion plus élevés réduisent la température de séchage, le temps de séchage et la qualité du produit puisque la vitesse de transfert de masse d'eau est une

caractéristique clé du séchage. La déshydratation osmotique peut être utilisée comme prétraitement pour les produits sensibles à la chaleur. Par conséquent, le traitement par CEP peut conduire à l'électroporation de la membrane cellulaire, améliorant le transfert de masse et l'évacuation de l'humidité pendant le séchage (Shorstkii *et al.*, 2022).

### **2.6.1.3. Altérations de texture**

Le dépouillement est une partie indispensable de la transformation des aliments et est utilisé pour éliminer les parties non consommables des fruits et légumes. L'ensemble de l'échantillon alimentaire est traité avec du CEP, séparant facilement la peau et la pulpe. À l'échelle industrielle, la vapeur chauffée est utilisée pour séparer la peau des tomates et nécessite 2 kJ/kg d'énergie de plus que les échantillons prétraités au CEP. De plus, le traitement par CEP est effectué à température ambiante ou même inférieure, évitant les impacts thermiques néfastes sur la qualité du produit. Une étude a montré que le traitement par CEP de fruits et légumes entiers sous un champ électrique de 4 kV/cm pouvait réduire la force nécessaire pour retirer la pelure (Zhang *et al.*, 2022).

### **2.6.1.4. Congélation et décongélation**

Les aliments peuvent être conservés frais par congélation, mais la qualité est considérablement affectée par une série de changements physiques et chimiques pendant la congélation et la décongélation. La congélation et la décongélation des aliments entraînent une perte de poids, une dénaturation des protéines, une oxydation des lipides et une détérioration de la couleur et de la texture. Le chauffage est la méthode de décongélation traditionnelle, qui repose principalement sur l'air et l'eau comme supports de transfert de chaleur, mais présente des limites telles qu'une décongélation lente, une perte de poids et une contamination de surface. Il a été démontré que le traitement par CEP améliore la qualité des aliments congelés-décongelés. Récemment, des études ont montré que l'application de CEP pour aider à la congélation et à la décongélation du saumon atlantique pourrait réduire le temps de décongélation de 20 min de -2 à 0 °C (Li *et al.*, 2020).

## **2.6.2. Application du CEP sur les aliments préparés**

### **2.6.2.1. Viande**

La viande est une source importante d'acides aminés et de minéraux nécessaires au maintien des muscles, mais elle est difficile à digérer en raison de sa structure compacte ou de sa forte teneur en tissu conjonctif. Le traitement par CEP produit des changements microstructuraux dans la viande qui ont le potentiel d'augmenter la tendreté et la jutosité.

Le CEP augmente la protéolyse, ce qui augmente la douceur de la viande. Il peut favoriser la dégradation myofibrillaire en libérant des protéases des lysosomes. De plus, le prétraitement par CEP pourrait améliorer considérablement la digestibilité *in vitro* des protéines de viande et l'émulsification (Zhang *et al.*, 2022).

La viande riche en collagène traitée au CEP (1,0–1,5 kV/cm, 50–100 J/kg) améliore la tendreté et raccourcit le temps de cuisson. Actuellement, le mécanisme des effets du CEP sur les protéines est généralement supposé suivre la théorie de la polarisation. Le CEP peut détruire le champ électrostatique local et l'interaction électrique des chaînes polypeptidiques dans les protéines (Zhang *et al.*, 2022).

#### **2.6.2.2. Aliment frit**

Les aliments frits sont très populaires dans le monde entier en raison de leurs propriétés organoleptiques particulières. Malheureusement, la teneur élevée en graisses et en calories des aliments frits pourrait augmenter le risque de conséquences néfastes pour la santé telles que l'obésité, l'hypertension, les maladies cardiovasculaires, le diabète et les cancers (Khawaja *et al.*, 2020).

Récemment, certains chercheurs ont appliqué le CEP comme prétraitement pour la friture des aliments et ont découvert que cette méthode pouvait réduire la teneur en huile des pommes de terre. Il a été rapporté que les impulsions électriques pouvaient provoquer des fissures et un effondrement des parois cellulaires des tranches de pomme de terre, entraînant davantage de pores à l'intérieur des croustilles (Zhang *et al.*, 2022).

Ce résultat pourrait aider à accélérer l'évaporation de l'eau pendant le processus de friture tout en réduisant simultanément l'absorption d'huile. De même, le prétraitement par CEP pourrait conduire à une couche de vapeur d'eau plus épaisse à la surface des frites, réduisant ainsi la perte de poids des frites et l'absorption d'huile pendant la friture. En fait, la friture est un processus d'échange d'eau et d'huile, et la teneur en humidité initiale de la pomme de terre affectera la teneur en huile du produit (Fauster *et al.*, 2018).

#### **2.6.2.3. Riz**

Le CEP pourrait modifier la digestibilité en diminuant la teneur en amidon lentement digestible, en augmentant l'amidon rapidement digestible et en endommageant légèrement la structure amorphe et cristalline de l'amidon. De plus, il pourrait favoriser la formation d'une structure poreuse et augmenter le degré d'hydrolyse et l'indice glycémique du riz cuit.

Ce type de riz est parfois demandé par ceux qui ont besoin d'un approvisionnement énergétique rapide comme les marathoniens et les gros travailleurs. L'amidon est le composant principal du riz, et l'effet du CEP sur le riz peut être compris comme l'effet sur les polysaccharides (amidon) au niveau microscopique (Zhang *et al.*, 2022).

Actuellement, les mécanismes par lesquels le traitement par CEP modifie la microstructure et les interactions macromoléculaires des polysaccharides font l'objet de recherches (Zhang *et al.*, 2022).

### **2.6.3. Application du CEP en biotechnologie**

Une autre utilisation du traitement par CEP est l'induction de stress pour les micro-organismes. Les micro-organismes présents dans le produit ne sont pas détruits lorsqu'une intensité de traitement plus faible est choisie ; au lieu de cela, ils sont stimulés ou une réponse au stress est générée. Cet effet est utilisé en biotechnologie pour améliorer la vitesse de fermentation, modifier le métabolisme, générer d'autres produits chimiques ou augmenter la concentration du composant souhaité, par exemple les graisses ou les acides aminés.

Le traitement des microalgues est un exemple de ce genre d'utilisation. La culture et l'extraction de microalgues deviennent indispensables pour produire de la phycocyanine à partir d'algues spirulines ou d'acides gras polyinsaturés. Le traitement par CEP des algues crée des produits chimiques plus précieux à l'intérieur de la cellule, qui peuvent être récoltés.

En plus de la stimulation de la croissance des algues, le CEP peut être utilisé comme approche de perturbation physique des cellules. En raison de l'utilisation croissante du pigment bleu d'algue spiruline dans divers produits, le marché du colorant est également en croissance. Le taux d'extraction a été amélioré de 0,2 à 66,4 mg/ml avec le traitement par CEP. L'utilisation de CEP dans les processus d'extraction permet une extraction hautement sélective des produits intracellulaires, évitant ainsi la perte de qualité et le fractionnement ultérieur des extraits non purs, et les produits ont également des valeurs antioxydantes plus élevées (Zhang *et al.*, 2022).

## **2.7. Conclusion**

Ce chapitre a été consacré à l'étude théorique du traitement par champ électrique pulsé. La compréhension de l'électroporation a permis de dégager les différents facteurs régissant



la formation de pores lors de l'application du champ électrique pulsé sur une cellule vivante.

Pour générer une haute tension pulsée, une alimentation électrique HT connectée à un banc de condensateurs et un commutateur est nécessaire dans la conception d'un système de CEP. La chambre de traitement, qui abrite deux électrodes, est l'un des composants clés du processus de traitement par CEP, car elle doit conférer un champ électrique uniforme aux aliments avec une augmentation minimale de la température. Les électrodes eux aussi doivent être conçues pour minimiser l'effet de l'électrolyse.

Une attention particulière a été portée sur les facteurs les plus importants dans le système CEP dont l'intensité du champ électrique, le nombre d'impulsions, la forme d'onde d'impulsion, la largeur d'impulsion, le temps de traitement et la température de traitement.

**IMPACT DU CHAMP ELECTRIQUE PULSE SUR  
L'EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE DE  
*LAVENDER***

### 3.1. Introduction

Les huiles essentielles sont utilisées comme matière première de base dans l'industrie des cosmétiques, savonneries et parfums. Ce secteur se caractérise par une très grande variété de produits, de quantité relativement faible et de prix souvent élevé (Lubbe and Verpoorte, 2011). L'huile essentielle peut généralement être extraite de la plante par différentes méthodes d'extraction, y compris la distillation par entraînement à la vapeur, la distillation sous vide, l'extraction par solvant et l'extraction au CO<sub>2</sub> supercritique. La teneur en huile et peut varier considérablement selon le lieu d'origine, la saison des récoltes et la météo. De plus, la méthode pour l'obtention de l'huile essentielle joue un rôle primordiale et détermine la qualité de l'huile (Yajun *et al.*, 2017).

Bien que le rendement en huile essentielle soit faible, Il faut ainsi une très grande quantité de plantes fraîches pour obtenir quelques millilitres d'huiles essentielles. Certains des tentatives ont été faites pour améliorer le rendement en huile et qualité de l'huile (Nogaret, 2011; Yajun *et al.*, 2017).

Pour améliorer le rendement global, le champ électrique pulsé (CEP), avec avantages des performances non thermiques, rapidité, l'efficacité, la faible puissance et la faible pollution, a été présenté comme méthode non conventionnelle pour extraire l'huile essentielle. Le processus n'affecte pas la qualité des produits extraits et améliore les taux d'extraction et les rendements de différents principes actifs (Azmir *et al.*, 2013).

L'objectif de cette étude était d'analyser l'effet du prétraitement par CEP sur le rendement, l'activité anti-oxydante, anti-inflammatoire et la composition chimique de *Lavender* (*Lavandula angustifolia*).

### 3.2. Présentation botanique de la plante étudiée

*Lavender* appartient à la famille des Lamiacées et est une plante herbacée vivace largement distribuée dans les régions subtropicales et tempérées. *Lavender* (Figure 3.1) est un petit arbuste produisant de l'huile essentielle avec une odeur herbacée très parfumée, rafraîchissante, douce et balsamique donnant une sensation de 'propre ' et des nuances boisées (Smigielski *et al.*, 2009). Dans l'industrie alimentaire, l'HE de *Lavender* est utilisée pour aromatiser les boissons, les glaces, les bonbons, les chewing-gums et les pâtisseries (Kiran Babu *et al.*, 2016). Dans les temps modernes, *Lavender* est cultivée dans le monde entier et les huiles parfumées des fleurs sont utilisées en aromathérapie, pâtisserie, bougies,

cosmétiques, détergents, gelées, huiles de massage, parfums, poudres, shampoing, savon  
....



Fig.3.1 : *Lavender* : a) Fleurs ; b) Graines

L'infusion des parties aériennes des espèces de *Lavender* est utilisée comme stimulant de l'appétit ainsi que pour la guérison de l'asthme, de la bronchite, des coliques, contre de nombreuses espèces de bactéries du rhume et de la fatigue (Jianu *et al.*, 2013).

### 3.3. Aperçu sur les méthodes d'extraction des huiles essentielles

Contrairement à ce que le terme pourrait laisser penser, les huiles essentielles ne contiennent pas de corps gras comme les huiles végétales obtenues avec des pressoirs (huile de tournesol, de maïs, d'amande douce, etc.). Il s'agit de la sécrétion naturelle élaborée par le végétal et contenue dans les cellules de la plante. Le terme « huile » s'explique par la propriété que présentent ces composés de se solubiliser dans les graisses et par leur caractère hydrophobe. Le terme « essentielle » fait référence au parfum, à l'odeur plus ou moins forte dégagée par la plante (Miloudi, 2018).

Une essence et une huile essentielle sont deux substances différentes tant en nature qu'en composition, notamment en raison de modifications biochimiques que subit l'essence au cours de sa distillation. Toutefois dans l'usage courant le terme « essence » est souvent utilisé pour parler d'une huile essentielle. Il existe l'HE de citron et l'essence de citron. L'essence de citron est directement extraite par expression mécanique à froid et non pas par distillation à la vapeur d'eau. L'hydrolat aromatique est l'eau distillée que l'on sépare de l'HE à la sortie de l'alambic. Elle est plus ou moins aromatisée selon les plantes distillées car elle se charge de molécules aromatiques hydrosolubles au cours de la

distillation. Les huiles essentielles sont obtenues avec des rendements très faibles ce qui en fait des substances fragiles, rares, et précieuses (Miloudi, 2018).

Ainsi, les différentes techniques d'extraction des huiles essentielles ou extraits aromatiques doivent d'une part, tenir compte de ces caractéristiques et d'autre part, apporter des performances quantitatives satisfaisantes (Miloudi, 2018).

### **3.3.1. Entraînement à la vapeur d'eau**

L'entraînement à la vapeur est l'un des procédés les plus anciens d'extraction des matières volatiles. Cette technique d'extraction est basée sur le fait que la plupart des composés odorants volatiles contenus dans les végétaux sont entraînés par la vapeur d'eau. Cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile.

Pour l'obtention à l'échelle industrielle, un courant de vapeur d'eau traverse l'alambic et sous l'effet d'une source de chaleur, l'eau se transforme en vapeur qui traverse alors la cuve contenant les plantes aromatiques. La vapeur d'eau ayant volatilisé et entraîné l'HE se condense ensuite dans le serpentín du réfrigérant et retourne donc à l'état liquide pour se séparer dans l'essencier ou vase florentin (Lucchesi, 2005).

### **3.3.2. Hydrodistillation**

Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un ballon lors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel rempli d'eau placé sur une source de chaleur. La chaleur permet l'éclatement des cellules végétales et la libération des molécules odorantes qui y sont contenues. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité.

Au laboratoire, le système utilisé pour l'extraction des huiles essentielles est le Clevenger. Cette méthode est généralement indiquée pour les huiles essentielles dont les constituants chimiques sont thermorésistants. Cependant, l'inconvénient majeur de cette méthode est la non maîtrise de la température du récipient contenant le mélange (eau +

organes végétaux) et la modification de la couleur, de l'odeur et de la composition de l'huile essentielle au cours de la distillation (Herzi, 2013).

### **3.3.3. Hydrodiffusion**

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur, consiste à faire passer un courant de vapeur d'eau à très faible pression (0,1 bar) à travers la masse végétale. Dans cette technique, la matière végétale n'est pas en contact direct avec l'eau en ébullition mais seulement avec sa vapeur qui est pleinement saturée et humide mais jamais super-chauffée.

Cette vapeur est générée par une réserve d'eau contenue dans un ballon qui est amené à ébullition à l'aide d'une mante chauffante. L'ensemble générateur de vapeur-hydro-diffuseur est rattaché à un réfrigérant qui condense le distillât. Ce dernier est recueilli de la même manière que précédemment soit en solution dans un solvant organique soit directement sous forme d'huile (Lucchesi, 2005).

De plus, l'hydrodiffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur. L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc moins dommageable pour les composés volatils et de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau (Lucchesi, 2005).

### **3.3.4. Extraction par le dioxyde de carbone supercritique**

L'extraction par le CO<sub>2</sub> fait partie des plus récents procédés d'extraction de substances naturelles. Cette technologie utilise le CO<sub>2</sub> à l'état liquide ou supercritique. Le CO<sub>2</sub> passe à l'état supercritique lorsqu'il est soumis à une pression supérieure à 73 bars et à une température supérieure à 31,4°C. Dans ces conditions, il possède un bon pouvoir dissolvant plus ou moins sélectif selon la température, la pression et la nature des solutés, qui vont déterminer le rendement d'extraction et la composition de l'extrait. L'extraction par le CO<sub>2</sub> se caractérise par une absence de toxicité et de résidus qui permet d'obtenir des produits de meilleure qualité comparée aux procédés classiques d'extraction des huiles essentielles.

La principale limite de ce procédé d'extraction est liée au coût élevé de l'appareillage capable de travailler à des pressions élevées. Ce mode d'extraction est peu valorisable en milieu rural africain car il nécessite des procédés coûteux et difficiles à mettre en œuvre compte tenu des contraintes techniques et logistiques.

Le développement de cette technologie continue à s'appuyer sur des traitements et/ou des produits qui n'affectent pas l'environnement et les consommateurs. Le changement des

températures et/ou des pressions réduites des fluides critiques offre une profusion d'opportunités, dont un excellent exemple est constitué par l'état critique relatif de l'eau (Bousbia, 2011).

### **3.3.5. Extraction par ultrasons**

L'extraction des composés bioactifs par ultrasons (20 – 100 kHz) est une technique émergente qui offre beaucoup de reproductibilité en peu de temps, trois fois plus rapide qu'une extraction simple par solvant. Elle est facile à mettre en œuvre et peu consommatrice de solvant et d'énergie. En effet, la matière première est immergée dans l'eau ou dans le solvant, et en même temps elle est soumise à l'action des ultrasons.

Cette technique peut être utilisée pour l'extraction des composés aromatique ou des essences de plantes, mais elle a surtout été développée pour l'extraction de certaines molécules ayant un intérêt thérapeutique. Les principaux avantages de ce procédé sont l'accélération de la cinétique d'extraction et l'amélioration du rendement (Herzi, 2013).

### **3.3.6. Extraction assistée par microondes**

L'hydrodistillation par micro-ondes est une méthode très rapide (temps de travail divisé par 5 à 10 par rapport à l'hydrodistillation traditionnelle), peu consommatrice d'énergie et de qualité supérieure à l'hydrodistillation traditionnelle. Elle consiste à chauffer sélectivement une plante par un rayonnement micro-ondes dans une enceinte où la pression est diminuée de façon séquentielle : l'HE est alors entraînée dans un mélange azéotropique formé par la vapeur d'eau de la plante traité (sans ajout d'eau pour les produits traités en frais). Les fréquences utilisables par les applications industrielles des micro-ondes sont réglementées pour éviter le risque d'interférence avec la radiocommunication et les radars, qui sont les principales utilisations des micro-ondes. La fréquence de 2,45 GHz ( $\lambda = 12,2$  cm) est généralement utilisée (Miloudi, 2018).

En effet, contrairement à un chauffage classique, c'est le produit traité qui est la source de chaleur. Le dégagement de chaleur s'effectue de l'intérieur vers l'extérieur, tout le contraire d'un chauffage classique. Ce procédé basé entièrement sur le principe de l'hydrodistillation classique consiste à placer une partie du montage d'hydrodistillation dans le four à micro-ondes. Le matériel végétal est donc placé en présence d'une quantité d'eau suffisante dans un ballon disposé dans l'enceinte du four à micro-ondes. Le système de réfrigération ainsi que la partie prévue pour la récupération des essences sont situés à

l'extérieur du four. Les avantages cités par ces auteurs sont la rapidité et la similitude de la composition de l'huile par rapport à une hydrodistillation classique (Miloudi, 2018).

### **3.4. Protocole d'extraction de l'huile essentielle de *Lavender***

La méthode choisie ne doit pas conduire à la séparation entre les composés polaires et apolaires, ni induire de réactions biochimiques, de dégradations thermiques, d'oxydation, de réduction, d'hydrolyse, de changement de pH ou entraîner une perte de composés volatils. Pour cela, différents paramètres et propriétés sont à prendre en compte (Fernandez and Cabrol-Bass, 2007).

L'extraction par hydrodistillation a été réalisée à l'aide d'un appareil de type Clevenger normalisé selon l'Organisation Européenne. Plusieurs distillations ont été réalisées en faisant bouillir 60 g de matière végétale avec de l'eau. Les expériences de rendement pour chaque paramètre et chaque méthode ont été répétées au moins 04 fois, et les valeurs moyennes ont été rapportées. L'huile essentielle a été stockée à 4°C dans l'obscurité avant de procéder à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC/MS).

Le rendement d'extraction de l'huile essentielle (Y) est défini comme le rapport entre la masse m de l'huile essentielle extraite et la masse totale M de la matière végétale traitée, comme suit :

$$Y (\%) = (m / M) \times 100 \quad (3-1)$$

### **3.5. Protocole de traitement par champ électrique pulsé**

L'échantillon de 60 g avec de l'eau placé entre les électrodes est soumis à un champ électrique d'intensité :

$$E = U/d \quad (3-2)$$

Avec :

U : tension ; d : distance entre électrodes.

Le rapport de l'eau au matériau était de 3/1 (mL/g). La chambre de traitement est constituée de deux électrodes parallèles en acier inoxydable séparées de d=1,5cm qui représente l'épaisseur de l'échantillon.

Le système de traitement par CEP (figure 3.2) comprend une source haute tension continue (U = 10 kV), un condensateur de stockage d'énergie, un interrupteur à éclateur et une chambre de traitement. L'alimentation haute tension charge l'ensemble des



condensateurs jusqu'à ce que l'éclateur claque, provoquant ainsi l'application d'une tension brutale (choc) à la charge (chambre de traitement où est disposé l'échantillon).

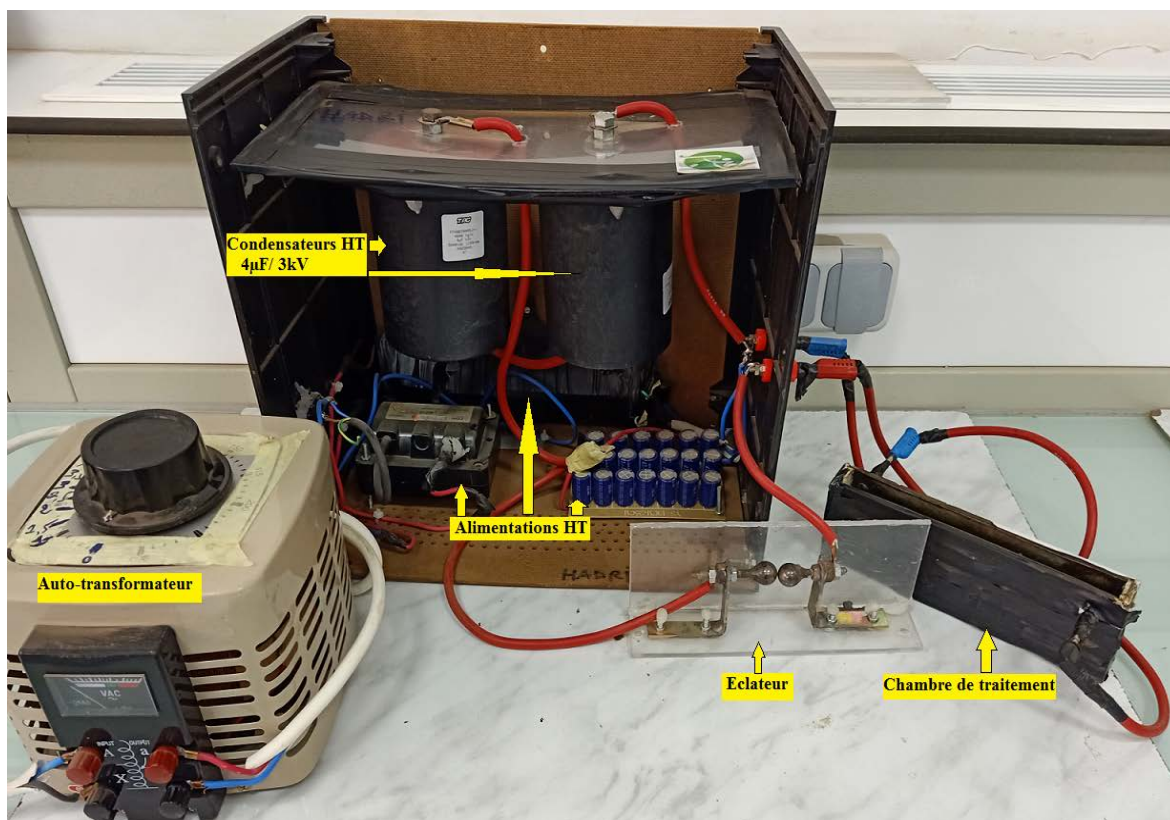


Fig.3.2 : Système de traitement par CEP

### 3.6. Analyses physico-chimiques de l'huile essentielle de *Lavender*

#### 3.6.1. Aperçu sur les méthodes d'identification des composés des huiles essentielles

L'analyse des huiles essentielles est une opération délicate qui nécessite la mise en œuvre de plusieurs techniques. Parmi les techniques performantes pour l'identification des huiles essentielles (Lucchesi, 2005) :

##### a) *La Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG) :*

La CPG est une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. C'est la technique de séparation la plus utilisée dans le domaine des huiles essentielles. Elle réalise à la fois une analyse qualitative et quantitative.

***b) Le couplage Chromatographie en Phase Gazeuse / Spectrométrie de Masse (CPG/SM) :***

Le couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectrométrie de masse (CPG/SM) permet d'effectuer simultanément la séparation et l'analyse des différents constituants d'un mélange complexe. Les systèmes actuels de CPG/SM sont très performants pour la séparation, la détection et l'identification des molécules.

***c) Le couplage de la CPG avec IRFT***

Le couplage de la CPG avec un spectromètre infrarouge par transformée de Fourier (CPG/IRFT) est une technique particulièrement intéressante lorsqu'il s'agit d'analyser des composés fonctionnalisés en permettant d'identifier des molécules dont les spectres de masse ne sont pas suffisamment différenciés.

***d) La Résonance Magnétique Nucléaire du carbone-13 (RMN- 13 C)***

Une alternative aux méthodes d'analyse décrites précédemment est la RMN du carbone 13 des mélanges, sans séparation préalable des constituants. Le principe consiste à attribuer les raies de résonance de chacun des carbones de chaque composé à partir du spectre unique du mélange et de les comparer à des produits de référence.

***e) Chromatographie liquide haute performance (HPLC)***

Elle permet l'identification, la séparation et le dosage de composés chimiques dans un mélange. Sa grande précision permet la recherche de traces et il est possible de la coupler à un spectromètre de masse.

**3.6.2. Analyse par GC-MS de l'huile essentielle de *Lavender***

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) des échantillons volatils produits par différentes techniques d'extraction (méthode conventionnelle et traitement par CEP) a été réalisée sur le chromatographe en phase gazeuse de marque GC-2010 plus, GCMS-TQ8030 de Shimadzu (Tokyo, Japon) au laboratoire de Chimie Physique des macromolécules et interfaces Biologiques de l'université de Mascara . Cet appareil équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) et BP-20 (SGE International, Ringwood, Australie ) colonne capillaire, longueur 30 m × diamètre interne 0,25 mm, épaisseur de film 0,25 µm (polyéthylène glycol, traité TPA), température du four programmée comme suit : Température du four à colonne : 50,0°C ; Température d'injection : 230 °C. Mode d'injection : fractionné ; Pression : 11,4 kPa ; Débit total : 61,4 mL/min ; Débit de la colonne : 1,42 mL/min ; Vitesse linéaire : 43,3 cm/sec ; Débit de purge : 3,0 ml/min et rapport de division : 40,0. La température de la

colonne a été programmée de 50,0°C à 220,0°C avec une vitesse de 5,00°C/min. Les conditions du spectromètre de masse (SM) étaient les suivantes : température de la source d'ions : 200,00 °C ; Température d'interface : 230,00 °C ; Temps de coupure du solvant : 3,00 min et gain du détecteur : 0,80 kV. La plage de masse de balayage était de 20 à 600 m/z, la durée totale de fonctionnement était de 32 minutes (Scan Start : 45,00 m/z et Scan End : 600,00 m/z) et Scan Speed : 2000.

Les produits chimiques authentiques sont identifiés par la base de données NIST WebBook Chimie 2021.

### **3.7. Protocole de mesure de pH**

Il est envisagé de comparer la stabilité du pH ( potentiel hydrogène) de l'huile essentielle conventionnelle et de celle traitée en fonction des différentes températures. Par conséquent, les valeurs de pH des deux huiles essentielles ont été mesurées par immersion de l'électrode de pH dans l'échantillon de 0,2 ml à l'aide d'un pH-mètre (ORION STAR A111, USA) . Chaque mesure a été prise après 5 minutes de maintien en température.

### **3.8. Détermination de l'activité anti-oxydante**

L'activité antioxydant de l'huile essentielle de *Lavender* a été évaluée sur la base de l'effet anti-radicalaire de l'activité radicalaire du DPPH (Essai de piégeage des radicaux) décrit par (Brand-Williams *et al.*, 1995).

Le DPPH est un radical libre stable de couleur violacée qui absorbe à 517 nm. En présence de composés antiradicalaires, le radical DPPH est réduit et change de couleur en virant au jaune. Les absorbances mesurées servent à calculer le pourcentage d'inhibition du radical DPPH, qui est proportionnel au pouvoir antiradicalaire de l'échantillon. Cette méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants à piéger le radical DPPH (Bentabet *et al.*, 2014; Parejo *et al.*, 2003).

Différentes concentrations des deux extraits ont été préparées. Deux millimètre de solution méthanoïque de DPPH (4 mg/100 ml) a été fraîchement préparés et ajoutés à 1 ml de l'extrait. Ces solutions ont été maintenues dans l'obscurité pendant 16 min et la densité optique a été mesurée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible. L'acide ascorbique a été utilisé comme standard. L'activité de piégeage des radicaux libres DPPH est indiquée par le degré de transformation de la couleur du violet au jaune, qui est exprimé en pourcentage de piégeage à l'aide de la formule :

$$DPPH (\%) = [(A1-A2)/A1] \times 100 \quad (3-3)$$

Avec :

A1 : absorbance du contrôle (solution du DPPH sans extrait).

A2 : absorbance en présence d'extrait.

### 3.9. Détermination de l'activité anti-inflammatoire

Pour l'activité anti-inflammatoire, un test de stabilisation de la membrane HRBC (Membrane des globules rouges humains) a été réalisé comme décrit par les auteurs (Sunmathi *et al.*, 2016).

Un (01) millimètre de différentes concentrations des extraits (125, 250, 500, 1000 µg/ml) a été ajouté à 1 ml de tampon phosphate, 2 ml de solution saline hypo (0,25 % w/v NaCl) et 0,5 ml de suspension HRBC. Le mélange réactionnel a été incubé à 37°C pendant 30 min puis centrifugé à 300 tr/min pendant 20 min. Le diclofénac sodique a été utilisé comme médicament de référence pour ce test. La teneur en hémoglobine de la solution surnageant a été estimée par spectrophotométrie à 560 nm à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Stabilisation membranaire (\%)} = 100 - [(A1-A2)/A1 \times 100] \quad (3-4)$$

Avec:

A1 : Absorbance de la solution saline tamponnée hypotonique seule ;

A2 : Absorbance d'un échantillon d'essai

### 3.10. Rendement de l'extraction sans traitement par CEP

Dans la présente étude, nous avons montré sur la figure 3.3 les rendements d'extraction de l'HE de *Lavender* à différents temps d'extraction. Les résultats étaient respectivement de 0,799% en 15 min de distillation, 2,331% en 30 min, 2,820% en 45 min, et 2,953% en 60 min et le rendement maximum obtenu dans notre étude était de 3,150% en 120 min de distillation (Hadri *et al.*, 2023) . Certains travaux menés antérieurement affichent des rendements de 2,13 % (Slimani *et al.*, 2022), 1,5 % (Elharas *et al.*, 2013) et 2,34 % (Verma *et al.*, 2010).

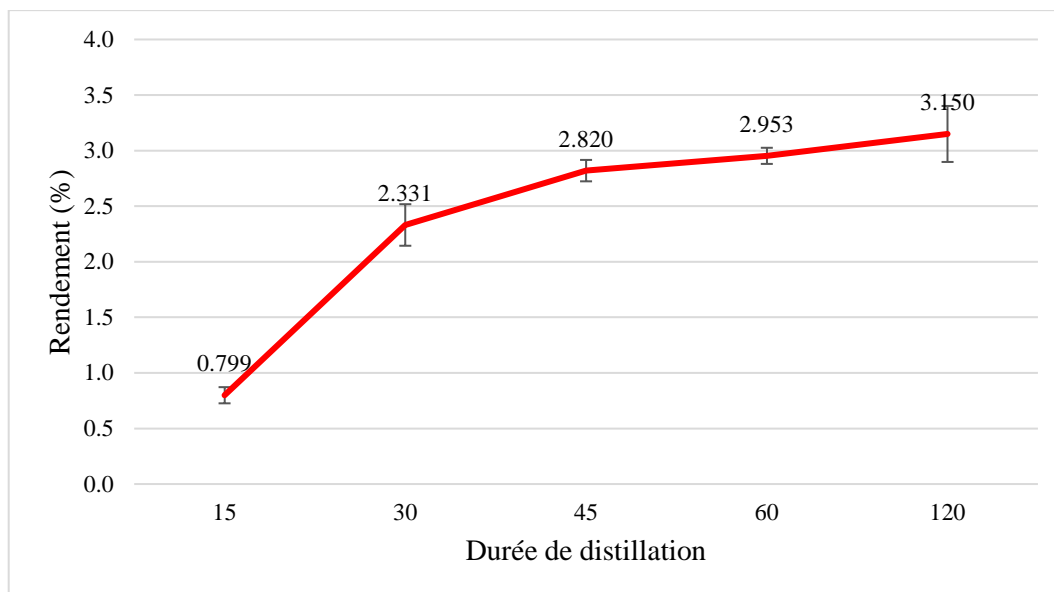


Fig.3.3 : Rendement de l'huile essentielle de *Lavender* sans traitement par CEP

Le changement de localisation géographique entraîne cette différence de quantité d'huiles (altitude et latitude), la variation de la nature du sol, la saison de récolte et les conditions climatiques (Bowles, 2020). Nous avons montré que les rendements d'extraction seront les plus élevés pour des temps de distillation plus longs. En effet, nous avons observé que lorsque le temps de distillation passe de 15 min à 30 min, le taux d'augmentation du rendement de distillation de l'huile est de 191,74 %. Ensuite, l'augmentation du processus d'extraction de 15 min (de 30 min à 45 min) a augmenté le rendement de 20,98 %. De plus, un taux d'augmentation de 4,72% a été observé entre 45min et 01h. Lorsque nous avons augmenté le temps de distillation à 2h (01h de distillation en plus), nous avons constaté une augmentation non significative de 6,67%. A partir de ces résultats, on peut dire que le temps minimum de distillation de *Lavender* est de 30 min et l'optimum est de 01 h de distillation par extraction conventionnelle.

### 3.11. Effet du traitement par CEP sur l'extraction de l'huile essentielle de *Lavender*

L'application d'un traitement par CEP avant l'extraction de l'huile essentielle de *Lavender* par hydrodistillation a généralement et significativement augmenté le rendement, comme le montrent les figures 3.4 et 3.5. Les meilleurs rendements en huile ont été obtenus avec une intensité de champ électrique de 1 kV/cm (figure 3.4).

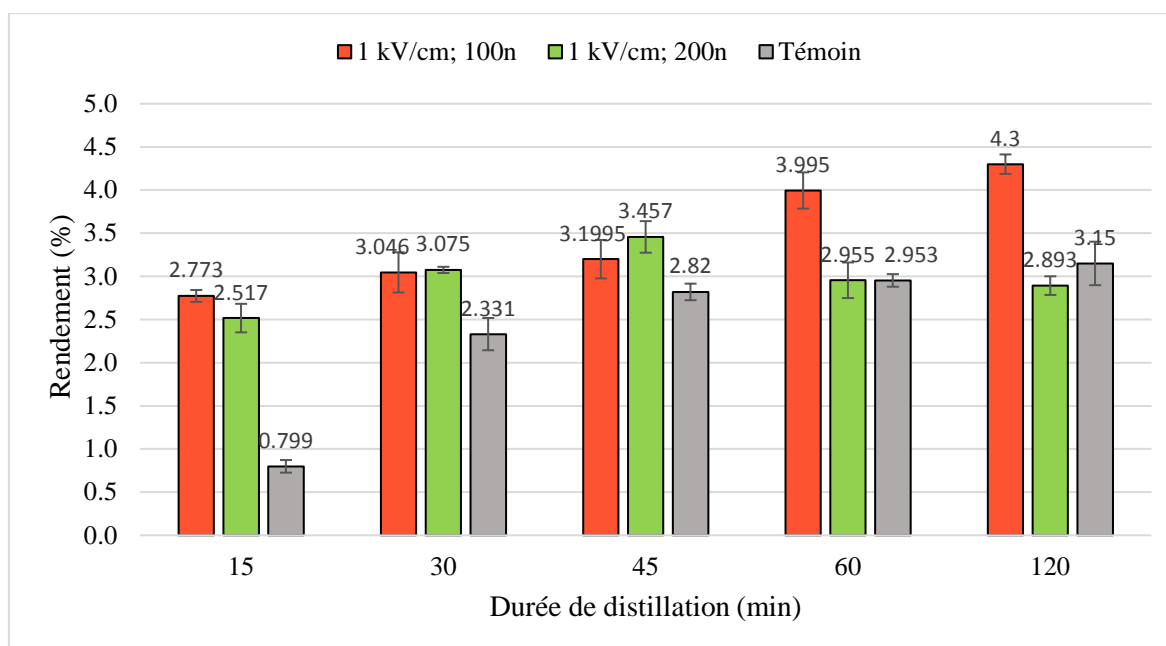


Fig.3.4 : Effet du CEP (1kV/cm) sur l'extraction de l'huile essentielle de *Lavender*

En seulement 15 min, la quantité d'huile obtenue par CEP (1 kV/cm, 100 impulsions (n)) a augmenté de 18,96 % par rapport à la référence (30 min de distillation).

De plus, la quantité d'huile extraite avec CEP (1kV/cm, 100 impulsions) et CEP (1 kV/cm, 200 impulsions) était beaucoup plus grande en 30 min de distillation avec des rendements de 3,046 % et 3,075 %, respectivement, que la quantité d'huile obtenue en 60 min par la méthode classique (Control) qui était de 2,953 % (Hadri *et al.*, 2023).

Suite à ces résultats, le traitement par CEP a permis de réduire de 50% l'énergie consommée par le procédé de distillation. Nous avons obtenu en 30 min de distillation avec traitement par CEP une quantité égale ou supérieure à la quantité d'huile obtenue en 60 min de distillation par la méthode conventionnelle.

Cette réduction d'énergie influence considérablement le coût de production et de vente de l'huile essentielle. Ces résultats sont cohérents avec d'autres travaux qui ont utilisé le traitement par CEP pour intensifier les rendements des huiles essentielles de différentes plantes (Bowles, 2020; Miloudi *et al.*, 2018; Yajun *et al.*, 2017; Tintchev *et al.*, 2012).

L'impact du CEP sur le rendement de l'huile s'explique par le phénomène d'électroporation qui du fait de l'application du champ électrique, une rupture des membranes cellulaires va avoir lieu et qui facilite la perméabilité de l'intracellulaire et, par conséquent le transfert de masse (Vorobiev and Lebovka, 2011; Zimmermann *et al.*, 1974; Angersbach *et al.*, 2000).

Le rendement d'extraction d'HE obtenu avec un traitement par CEP d'intensité de 1 kV/cm, 200 impulsions était inférieur à celui obtenu avec un CEP de 1 kV/cm, 100 impulsions. Ce phénomène a été observé lorsque le temps de distillation atteignait ou dépassait 60 min. Nous n'avons pas observé d'augmentation significative après l'application d'un CEP de 2 kV/cm, 100 et 200 impulsions par rapport à la référence pour des temps de distillation égaux ou supérieurs à 30 min comme il est indiqué sur la figure 3.5.

Ces résultats indiquent que l'augmentation de l'intensité du champ et du nombre d'impulsions (temps de traitement) n'a pas d'impact sur le rendement en huile car la forte intensité du champ et le long traitement endommagent les cellules, ce qui explique les faibles rendements observés avec le CEP de 2 kV/cm, 100 et 200 impulsions ce qui est en accord avec le comportement observé par d'autres auteurs (Vorobiev and Lebovka, 2011).

La plus grande amélioration du rendement en huile essentielle a été obtenue lorsqu'un CEP de 1 kV/cm et 100 impulsions ont été appliqués. Le rendement a augmenté de 3,046 % pour 30 min de distillation (méthode conventionnelle = 2,331 %) jusqu'à 3,995 % pour 60 min de distillation (méthode conventionnelle = 2,953 %).

Nous avons observé une augmentation significative de 31,16% lorsque le temps de distillation passe de 30 min à 60 min et une augmentation non significative de 7,63% lorsque le temps de distillation passe de 60 min à 120 min. Avec 120 min de distillation, nous avons obtenu un rendement maximum de 4,3% plus élevé que celui de la méthode conventionnelle qui est 3,150 % (Hadri *et al.*, 2023).

Ce résultat nous conduit à choisir 01 heure de distillation comme durée optimale pour l'obtention d'un rendement maximum de l'HE de *Lavender* après traitement par CEP de 1 kV/cm, 100 impulsions.

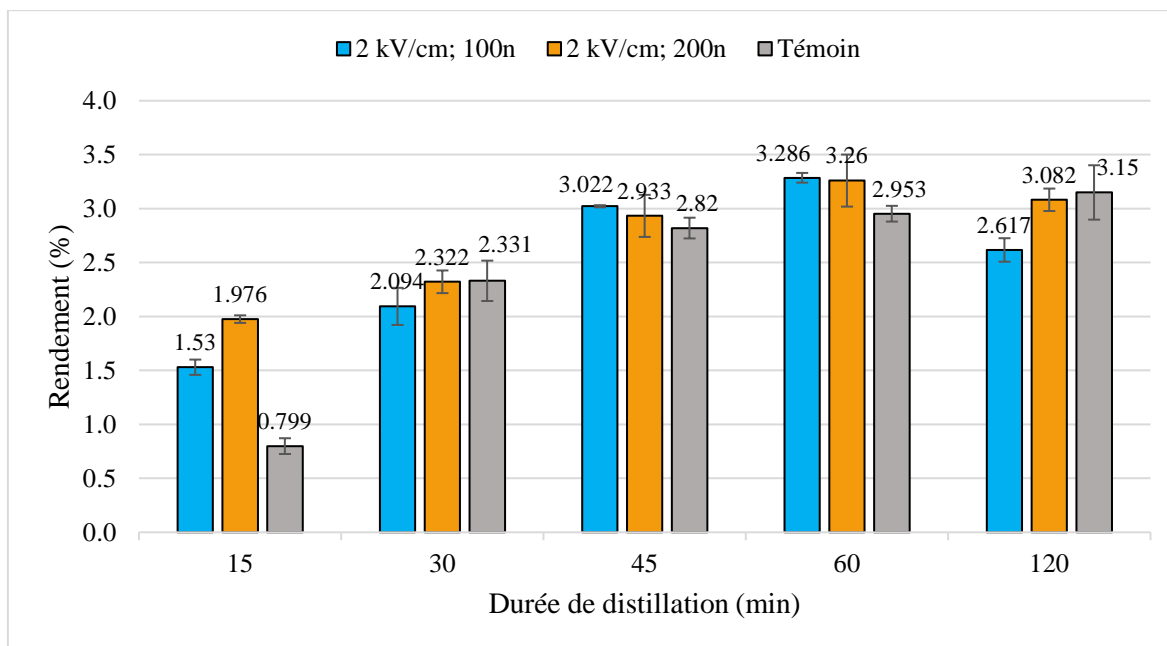


Fig.3.5 : Effet du CEP (2kV/cm) sur l'extraction de l'huile essentielle de *Lavender*

### 3.12. Effet du CEP sur le pH de l'huile essentielle de *Lavender*

Une étude de pH a été réalisée pour observer l'influence du CEP sur la dégradation de l'HE de *Lavender*. Les résultats de cette étude sont présentés sur la figure 3.6, nous avons utilisé le même protocole et les mêmes conditions opératoires.

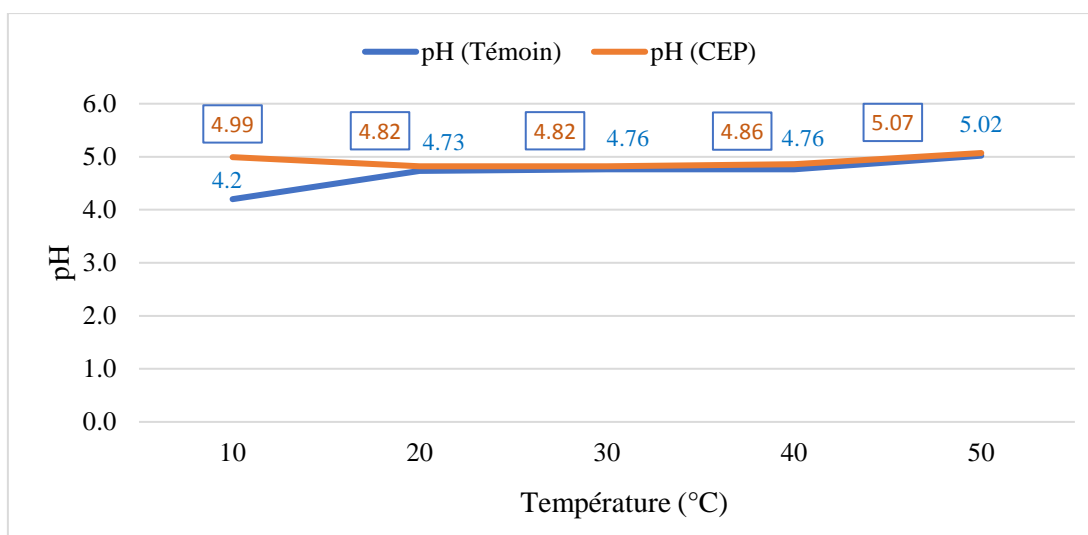


Fig.3.6 : Effet du CEP sur le pH de l'huile essentielle de *Lavender*

Pour suivre le pH d'un échantillon témoin et d'un échantillon traité par CEP, des températures de 10°, 20°, 30°, 40° et 50° ont été appliquées. Les résultats montrent que le CEP n'affecte pas les propriétés chimiques de l'huile essentielle. Par conséquent, le traitement par CEP est une méthode sûre pour obtenir l'huile essentielle car il n'a pas provoqué de changement de pH (Hadri *et al.*, 2023).



L'observation intéressante est que le pH de l'échantillon traité au CEP est plus stable que l'échantillon témoin à partir du point où la température était de 10° jusqu'à la température de 50°. Nous avons également observé que les valeurs de pH de l'échantillon traité au CEP étaient légèrement supérieures aux valeurs de l'échantillon témoin.

### 3.13. Effet du CEP sur l'activité antioxydante

L'activité antioxydante des HE de *Lavender* (méthode conventionnelle et CEP) à différentes concentrations a été déterminée à l'aide de la méthode DPPH (Essai de piégeage des radicaux). L'activité antioxydante était la plus élevée dans l'extrait de l'huile essentielle par la méthode conventionnelle ( $31 \pm 0,00 \%$ ) et la plus faible dans l'extrait de l'huile par CEP ( $24,95 \pm 0,00 \%$ ) à haute concentration (1000  $\mu\text{g/ml}$ ) (Hadri *et al.*, 2023). Le pourcentage d'inhibition de chaque concentration des deux HE est présenté dans la figure 3.7 par rapport au standard ( $33,97 \pm 0,00 \%$ ). En accord avec nos résultats, (Blažeković *et al.*, 2010) ont rapporté que *Lavender* a une forte capacité antioxydante extraite de différentes parties de la plante.

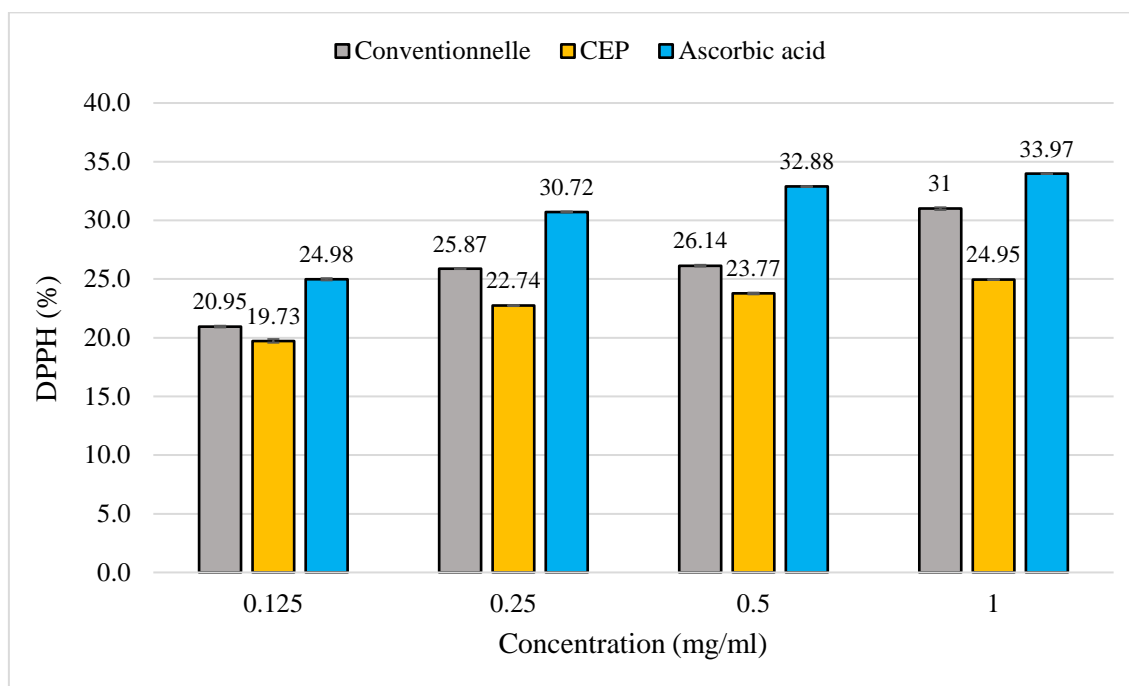


Fig.3.7 : Effet du CEP sur l'activité antioxydante

Des résultats similaires ont été démontrés par d'autres auteurs (Biesiada *et al.*, 2008; Spiridon *et al.*, 2011), qui ont observé une activité antioxydante plus élevée avec l'azote à une dose de 50 kg N·ha<sup>-1</sup>. Cependant, l'extrait de *Lavender* a moins d'activité dans l'étude basée sur la comparaison de trois plantes médicinales de même origine géographique.

Néanmoins, un bon nombre de ces composés antioxydants, principalement des composés polyphénoliques où une forte concentration de composés bioactifs dans ces échantillons de plantes, peuvent expliquer la forte activité antioxydante.

### 3.14. Effet du CEP sur l'activité anti-inflammatoire

Pour l'activité anti-inflammatoire de l'HE de *Lavender*, les résultats de stabilisation de la membrane HRBC (Membrane des globules rouges humains) ont montré une activité de stabilisation de la membrane HRBC non dose-dépendant pour les deux échantillons (méthode conventionnelle et CEP).

De plus, l'activité stabilisatrice exercée par l'échantillon traité par CEP de l'huile essentielle de *Lavender* était supérieure à celle de l'HE conventionnelle et du Diclofenac sodique (figure 3.8). Les résultats de l'activité de stabilisation HRBC de l'HE traitée avec du CEP étaient  $(24,11 \pm 0,57)$  % à 500  $\mu\text{g/ml}$  et  $(24,43 \pm 0,07)$  % à 1000  $\mu\text{g/ml}$  (Hadri *et al.*, 2023). De plus, des auteurs ont présenté les caractéristiques anti-inflammatoires et anti-oxydantes de l'huile essentielle de *Lavender* (Pokajewicz *et al.*, 2022).

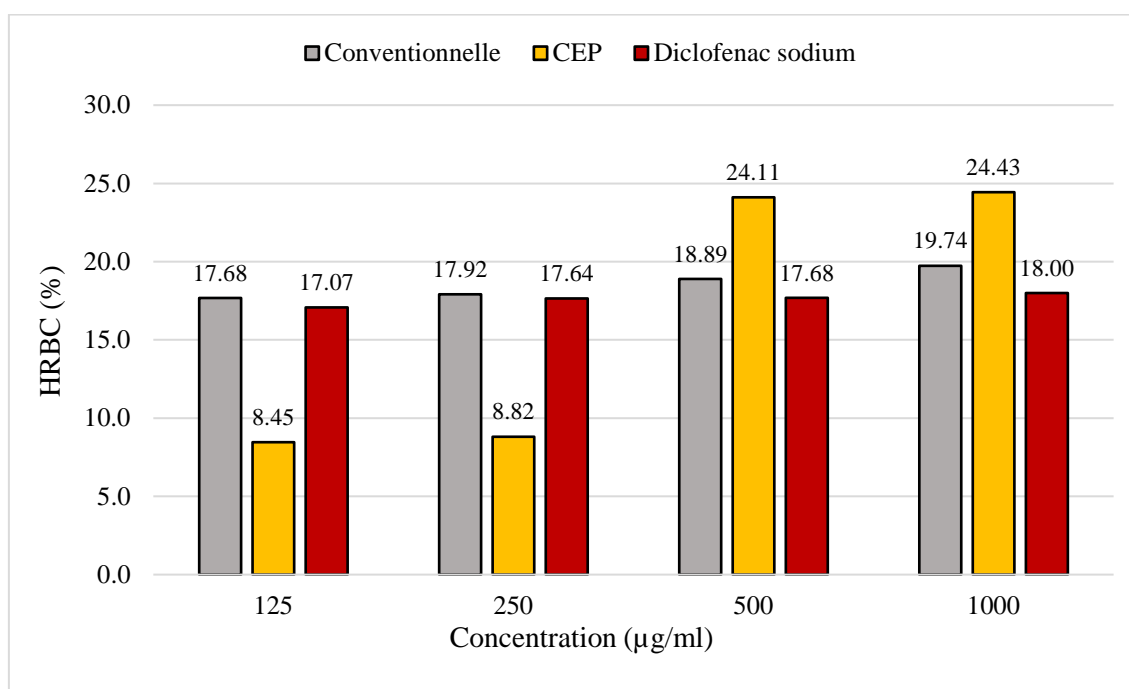


Fig.3.8 : Effet du CEP sur l'activité anti-inflammatoire

### 3.15. Effet du CEP sur la composition de l'huile essentielle de *Lavender*

Le tableau 1 présente les principaux composants ( $> 0,3\%$ ) de l'huile essentielle de *Lavender* extraite par la méthode conventionnelle (60 min de distillation) et la méthode de traitement par CEP (1kV/cm ;100 impulsions, 60 min). L'analyse GC/MS (Tableau 3-1) a

révélé des différences quantitatives mais non qualitatives entre les deux huiles essentielles obtenues par la méthode conventionnelle et après le traitement par CEP.

Tableau 3-1. Principaux composés chimiques

Composants chimiques*	Formules	Témoïn	CEP
Linalool	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	13.05	10.50
Camphor	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	8.86	6.38
Linalool, oxide	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	7.54	6.16
Linalool acetate	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	5.93	7.60
Borneol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	5.56	4.53
Eucalyptol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	4.54	3.86
Hexyl butyrate	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	0.93	1.00
Nerol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	0.57	0.54
Carvone	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	0.57	-
Hexyl acetate	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	0.54	0.40
3-Octanone	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	0.53	0.33
Lavandulyl acetate	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	0.50	0.45
Nerol acetate	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	0.50	0.50
Limonene oxide	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.48	-
2,6-Dimethyl-3,5,7-octatriene-2-ol, ,E,E-	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.42	0.23
Lavandulol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	0.41	0.49
Spatulenol	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	0.41	-
Linalyl oxide	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	0.38	-
Carvacrol	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	0.37	0.32
Cryptone	C <sub>9</sub> H <sub>14</sub> O	0.37	0.31
2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, acetate, (Z)-	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	0.36	0.41
Amitinol	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.32	0.21
Bornyl formate	C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	0.31	0.11
Hotrienol	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.31	0.42
Propanamide, 3-[4-(2-hydroxyethyl)piperazin-1-yl]-N-(3-bromophenyl)-	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> BrN <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	0.30	-
Amyl vinyl carbinol acetate	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	0.26	0.41
Lavender lactone	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	0.25	0.44
Anhydrolinalool oxide	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	0.23	0.38
n-Hexanol	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> OH	0.21	0.37
Limonene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.19	0.44
Myrcene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.18	0.34
Terpinolene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	0.13	0.36
p-Chlorothioanisole	C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> ClS	-	0.40
3,7-Dichloro-2-[4-chlorophenyl]-4-quinolinecarboxylic acid	C <sub>16</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>3</sub> NO <sub>2</sub>	-	0.33
Hexyl isobutyrate	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	-	0.33
Piperidinoxy, 4-hydroxy-2,2,6,6-tetramethyl-, acetate (ester)	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> NO <sub>3</sub> <sup>+</sup>	-	0.33
*surface > 0.3%			
(-) absence de composé			

Les principaux composants sont le linalol : 13,05 % - 10,50 % (CEP), le camphre : 8,86 % - 6,38 % (CEP), l'oxyde de linalol : 7,54 % - 6,16 % (CEP), l'acétate de linalol : 5,93 % - 7,60 % (CEP), bornéol : 5,56 % - 4,53 % (CEP), eucalyptol : 4,54 % - 3,86 % (CEP) et butyrate d'hexyle : 0,93 % - 1,00 % (CEP) (Hadri *et al.*, 2023).

Des composants similaires de l'huile essentielle de *Lavender* par la méthode conventionnelle ont été rapportés par d'autres auteurs (Ciobanu *et al.*, 2012) : linalol (9,68%), camphre (8,35%), oxyde de linalol (4,1%), acétate de linalol (3,23%), eucalyptol (2,46%).

Des études antérieures indiquent que le linalol et l'acétate de linalol, la fenchone, l'eucalyptol et le bornéol sont les principaux composés de l'HE de *Lavender* (Tardugno *et al.*, 2019; Bogdan *et al.*, 2020; Andrei *et al.*, 2018). La composition chimique influence les propriétés biologiques des huiles essentielles (Andrei *et al.*, 2018).

Des températures relativement basses facilitent la formation de linalol. La concentration en acétate de linalol détermine la qualité de l'huile essentielle de lavande utilisée en parfumerie, des quantités plus importantes étant associées à une qualité supérieure du parfum, d'autre part, la concentration en linalol influence les propriétés antimicrobiennes (Bogdan *et al.*, 2020).

De même, l'absence de composés spécifiques a également été rapportée dans d'autres études. La composition de l'huile essentielle est différente selon les facteurs génétiques et environnementaux. De plus, le milieu de culture appliqué a affecté la composition en pourcentage de chaque constituant d'huile essentielle (Wesołowska *et al.*, 2019).

Cependant, la plupart des huiles obtenues à partir de plantes cultivées en Afrique du Nord contenaient du 1,8-cinéole et du camphre comme principaux constituants. Le 1,8-cinéole et le bornéol dominent dans les huiles essentielles isolées des feuilles de *Lavender* récoltées près d'Ispahan, en Iran. Par ailleurs, la qualité des huiles essentielles dépend à la fois d'une teneur élevée en linalol, acétate de linalol et de leurs proportions mutuelles (de préférence supérieures à 1) (Wesołowska *et al.*, 2019).

Les huiles essentielles de *Lavender* italiennes sont riches en linalol (35–36%), acétate de linalol (12–21%), camphre (5–11%), 1,8-cinéole (3–10%), terpinen-4-ol (2–6%), farnesène (1–4%) et bornéol (2–4%). Ces changements dans la composition de l'huile essentielle pourraient provenir de plusieurs différences environnementales (climatiques, saisonnières, géographiques) et génétiques (Jianu *et al.*, 2013; Verma *et al.*, 2010).

Le champ électrique pulsé n'a pas affecté la qualité de l'huile. D'autres composants mineurs (<1,0 et >0,3%) identifiés dans l'huile essentielle de *Lavender* ont été largement étudiés en raison de leur intérêt commercial dans l'industrie de la parfumerie, de l'aromathérapie et dans la pharmacie pour ses effets thérapeutiques comme agent sédatif, antivirale et antibactérienne (Da Porto *et al.*, 2009; Kim and Lee, 2002).

Le linalol, aux notes florales douces et intenses à l'odeur boisée rappelant le muguet, est utilisé en arômes et parfums sous la forme de ses esters. Cela agit comme un sédatif et un antiseptique (Kiran Babu *et al.*, 2016). Il renforce l'activité antimicrobienne de plusieurs huiles essentielles (Tardugno *et al.*, 2019). Il s'est avéré être l'ingrédient actif le plus puissant contre de nombreux micro-organismes. Le linalol (10,50 % CEP) est un monoterpène aromatique, également identifié en grande quantité dans d'autres herbes aromatiques (Caprari *et al.*, 2021).

L'acétate de linalol est utilisé dans les cosmétiques décoratifs, les parfums fins, les shampooings, les savons et d'autres produits de toilette ainsi que dans les produits non cosmétiques, à savoir les nettoyeurs ménagers et les détergents à base d'ingrédients parfumés (Kiran Babu *et al.*, 2016). L'acétate de linalol est un monoterpène oxygéné à effet antimicrobienne (Cavanagh and Wilkinson, 2002).

Le bornéol, ayant une "odeur de camphre sec et de poivre boisé" sous sa forme d'acétate et de cétone (camphre), ajoute à l'arôme distinctif chaud, mentholé et herbacé de la lavande typique (Kiran Babu *et al.*, 2016). Le bornéol, également monoterpène, a des effets anti-inflammatoires, antalgiques, sédatifs et anti-nociceptifs (Oroian *et al.*, 2019). C'est un additif alimentaire et cosmétique largement utilisé qui possède des propriétés analgésiques, anti-inflammatoires et antibactériennes. Il est bien connu que le 1,8-cinéole et le camphre sont responsables de l'activité insecticide des plantes du genre *Lavandula* (Wesołowska *et al.*, 2019).

Avec son odeur spécifique de camphre, le camphre est utilisé commercialement comme antimite et comme conservateur dans les produits pharmaceutiques et cosmétiques (Wesołowska *et al.*, 2019). Il a de nombreuses applications pharmaceutiques, étant considéré comme antiseptique, anti-inflammatoire, anti-infectieux, analgésique topique, antiprurigineux, antispasmodique, expectorant léger, rubéfiant, antitussif, décongestionnant nasal et même contraceptif (Oroian *et al.*, 2019).

D'autres auteurs pensent que la plus grande quantité de camphre est moins appréciée en parfumerie mais plus efficace comme antimicrobienne (Pokajewicz *et al.*, 2022). De plus, il a été démontré que l'eucalyptol présente des propriétés antimicrobiennes (Jianu *et al.*, 2013).

### **3.16. Effet du CEP sur l'indice de réfraction**

Selon la définition de l'Organisation internationale de normalisation (ISO), le terme "huile essentielle" est réservé à un "produit obtenu à partir de matière première végétale, soit par distillation à l'eau ou à la vapeur, soit à partir de l'épicarpe d'agrumes par un procédé mécanique, ou par distillation sèche », c'est-à-dire par des moyens physiques uniquement. Ainsi, la plupart des huiles essentielles disponibles sur le marché sont obtenues par hydrodistillation (Turek and Stintzing, 2013). Les huiles essentielles, contrairement à l'utilisation du mot "huile", n'ont pas du tout une sensation huileuse. Il existe quelques techniques pour analyser la composition et la pureté des huiles essentielles. La norme de qualité commune pour les huiles essentielles consiste à mesurer les paramètres physiques.

L'indice de réfraction ( $n$ ) est une propriété matérielle fondamentale qui détermine l'interaction de la lumière avec un matériau (Krivosudský *et al.*, 2017). L'optique est une branche de la physique qui traite de l'étude de la lumière. En optique, l'indice de réfraction ou indice de réfraction  $n$  d'un support optique est un nombre sans dimension qui décrit comment la lumière, ou tout autre rayonnement, se propage à travers ce support. L'indice de réfraction est un paramètre optique important pour analyser les rayons lumineux traversant le milieu des matériaux. En laboratoire, l'indice de réfraction des liquides peut être déterminé par spectromètre à prisme creux (Sarkar *et al.*, 2015).

#### **3.16.1. Déterminants de la stabilité des huiles essentielles**

A un degré décisif, la dégradation des huiles essentielles dépend de plusieurs facteurs chimiques, physiques et biologiques qui influencent à la fois la possibilité de l'huile essentielle de s'oxyder ainsi que le déroulement de la réaction. Par conséquent, les facteurs externes tels que la température, la lumière et l'accessibilité à l'oxygène atmosphérique doivent être soigneusement pris en compte.

De plus, la composition des huiles essentielles, les structures des composés et la présence d'impuretés peuvent également régir la stabilité (Sarkar *et al.*, 2015).

##### **3.16.1.1. Lumière**

La lumière ultraviolette (UV) et la lumière visible sont considérées comme accélérant les processus d'auto-oxydation en déclenchant l'abstraction d'hydrogène qui entraîne la formation de radicaux alkyles (Choe and Min, 2006). De même, l'huile essentielle de laurier ainsi que l'huile de fenouil stockées dans l'obscurité (Misharina and Polshkov,

2005) ont fondamentalement subi les mêmes altérations que lors du stockage à la lumière, à savoir une diminution de l'acétate d'eugényle, de l'estragol, du trans-anéthole et de plusieurs monoterpènes ainsi qu'une augmentation de p-cymène, d'eugénol et d'anisaldéhyde. La même chose était vraie pour l'huile de citron dans laquelle des quantités décroissantes de gèranial, de terpinolène et de  $\gamma$ -terpinène ainsi qu'une augmentation du p-cymène ont été observées (Turek and Stintzing, 2013).

Cependant, les changements de composition se sont produits considérablement plus rapidement lorsque l'éclairage était impliqué. Il a été démontré que les monoterpènes, en particulier, se dégradent rapidement sous l'influence de la lumière (Misharina *et al.*, 2003). La même étude a également rapporté des réactions de transformation survenues dans l'huile de marjolaine lors d'un stockage sous lumière qui ont conduit à la formation de plusieurs composants mineurs non identifiés (Turek and Stintzing, 2013).

Les huiles de différentes espèces végétales réagissaient différemment. Alors que l'huile essentielle de thym n'a pas beaucoup changé, l'huile de romarin s'est avérée être très sensible à la lumière du jour qui entraînait facilement une modification de sa composition chimique. En outre, un composé mineur dans l'huile de lavande encore non identifié s'est totalement décomposé lorsqu'il est éclairé, tandis qu'une autre substance non identifiée s'est initialement accumulée au cours du 1er mois stocké sous la lumière mais s'est à nouveau dégradée lors d'un stockage avancé (Turek and Stintzing, 2013).

### **3.16.1.2. Température**

La température ambiante influence de manière cruciale la stabilité de l'huile à plusieurs égards : généralement, les réactions chimiques s'accélèrent avec l'augmentation de la chaleur en raison de la dépendance à la température. Une élévation de température de 10 °C double approximativement les taux de réaction chimique, une relation qui peut être consultée pour prédire la stabilité à différentes températures (Turek and Stintzing, 2013). Par conséquent, l'auto-oxydation ainsi que la décomposition des hydroperoxydes progressent avec l'augmentation de la température, d'autant plus que la chaleur est susceptible de contribuer à la formation initiale de radicaux libres (Choe and Min, 2006).

Au contraire, des températures plus basses favorisent la solubilité de l'oxygène dans les liquides, ce qui peut, à son tour, affecter négativement la stabilité de l'huile essentielle (Bernhard and Maar, 1960). Cependant, ce n'est que récemment que des études ont été réalisées et qui ont mis en évidence les réponses individuelles des huiles essentielles à des températures de stockage variables (Turek and Stintzing, 2013).

L'huile de romarin a démontré une stabilité prononcée à des degrés Celsius inférieurs et les réactions d'oxydation ont pu être évitées pendant la période d'étude de 3 mois lorsqu'elle est conservée à des températures de réfrigérateur. Dans l'huile essentielle de pin par contre, la formation de peroxyde, exprimée par l'indice de peroxyde, s'est même produite à 5°C, cependant, elle a été favorisée à 23°C (Turek and Stintzing, 2013).

Au contraire, les peroxydes étaient surtout accumulés dans la lavande stockée à 5°C par rapport à la température ambiante, tandis qu'à 38°C les peroxydes s'étaient presque complètement dégradés aussi bien dans l'huile de pin que dans l'huile de lavande. Au lieu de cela, l'augmentation de la température de stockage a apparemment entraîné une augmentation des produits d'oxydation secondaires polaires non encore identifiés qui ont été capturés par des analyses de conductivité et de pH (Turek and Stintzing, 2013).

Ces données soulignent que les huiles essentielles varient dans leur sensibilité à l'auto-oxydation à différentes températures de stockage. En général, la surveillance des extraits de plantes volatils et de la composition des huiles essentielles a démontré que la stabilité perd avec un temps de stockage prolongé ainsi qu'une élévation de température de 0 à 28°C (Gopalakrishnan, 1994), 4 à 25° (Braun and Franz, 1999), et 23 à 38°C (Turek and Stintzing, 2013).

Encore une fois, lors de l'accroissement de la température, des altérations dominantes des huiles essentielles de cardamome, de clou de girofle, de lavande, de pin et de romarin ont été révélées dans des quantités décroissantes d'hydrocarbures terpéniques (Turek and Stintzing, 2013). De plus, (Braun and Franz, 1999) ont souligné que le changement le plus frappant survenu lors du stockage de l'huile de fenouil à 25°C par rapport à 4°C était l'augmentation rapide du 4-anisaldéhyde qui s'est avéré être un bon marqueur de qualité. De plus, il a été rapporté que l'augmentation des degrés Celsius augmentait la quantité de plusieurs produits de polymérisation non identifiés formés à partir du myrcène (Dieckmann and Palamand, 1974).

### **3.16.1.3. Disponibilité en oxygène**

Les réactions d'oxydation étant parmi les principales causes d'altération des huiles essentielles, voire les plus fréquentes, il est évident que l'accès à l'oxygène joue un rôle déterminant dans la stabilité des huiles essentielles. La consommation d'oxygène lors du stockage de différents monoterpènes a été enregistrée et les changements de composition ainsi que les propriétés physicochimiques des huiles essentielles étaient généralement plus



prononcés dans des récipients à moitié remplis que lorsqu'il n'y avait que peu ou pas d'espace libre (Turek and Stintzing, 2013).

L'oxydation de l'huile s'accélère avec la concentration d'oxygène dissous, qui à son tour dépend largement de la pression partielle d'oxygène dans l'espace de tête ainsi que de la température ambiante. Sans agitation, la diffusion de l'oxygène dans l'échantillon se fait progressivement dans le temps (Choe and Min, 2006). La solubilité de l'oxygène est élevée à basse température et diminue considérablement avec une augmentation en degrés Celsius. Par conséquent, les radicaux peroxyde ainsi que les hydroperoxydes ont été signalés comme étant les composés les plus nombreux lors de l'oxydation des huiles à des températures plus basses (Turek and Stintzing, 2013).

Une étude récente a révélé le caractère individuel des huiles essentielles quant à leur sensibilité à l'oxydation : alors que la formation de peroxyde dans les huiles essentielles de romarin et de pin était favorisée à température ambiante, la solubilité de l'oxygène semblait jouer un rôle plus décisif pour le niveau de peroxyde présent dans l'huile de lavande, de l'huile de pin et de thym conservée à 5°C. Dans ces huiles, les peroxydes les plus élevés ont été trouvés lors du stockage dans le réfrigérateur (Turek and Stintzing, 2013).

À partir de ces résultats, on peut conclure qu'en fonction de l'huile essentielle particulière et de la température ambiante, l'oxydation ne sera pas nécessairement empêchée en évitant l'espace libre du récipient. Au lieu de cela, les huiles essentielles doivent être traitées avec un gaz inerte tel que l'argon, soigneusement purgé pour déplacer l'air restant, afin d'empêcher efficacement la formation de peroxydes (Turek and Stintzing, 2013).

#### **3.16.1.4. Contaminants métalliques**

Lors de la distillation dans des alambics primitifs ou pendant le stockage dans des récipients métalliques, des impuretés de métaux peuvent être libérées dans les huiles essentielles. A égalité avec la lumière et la chaleur, les métaux lourds, notamment les ions cuivre et ferreux, sont considérés comme favorisant l'auto-oxydation, en particulier si des hydroperoxydes sont déjà présents (Turek and Stintzing, 2013).

#### **3.16.1.5. Teneur en eau**

L'humidité a été considérée comme une raison possible de la détérioration des huiles essentielles. Par exemple, il a été démontré que les procédures de distillation de l'eau à environ 100°C déformaient les spectres des composés. (Rao *et al.*, 2011) n'ont pas pu

mettre en évidence de changements significatifs dans différentes huiles stockées en présence d'eau, même à une teneur en eau de 20% . Ce niveau est supérieur à la concentration qui pourrait éventuellement être distribuée dans les huiles essentielles après l'hydrodistillation lorsqu'elle est effectuée correctement (Turek and Stintzing, 2013).

### 3.16.2. Détermination de l'indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une substance ou d'un milieu est une mesure de la vitesse de la lumière dans ce milieu exprimée en vitesse de la lumière dans le vide par rapport à celle dans le milieu considéré (Boukhatem *et al.*, 2014). L'indice de réfraction d'une huile essentielle est un nombre unique qui désigne la façon dont l'huile réagit et dévie la lumière. Il s'agit essentiellement d'une mesure qui teste la modification de la vitesse de la lumière lors de son passage dans l'huile. L'indice de réfraction d'une huile peut être comparé à celui d'un échantillon fiable (Tableau 3-2) (Schmidt-Haensch, 2023).

Tableau 3-2 : l'indice de réfraction de quelques huiles essentielles

Huile essentielle	Indice de réfraction (à 589 nm, 20°C)
Citron	1.474 à 1.476
Lavender	1.459 à 1.464
Orange	1.470 à 1.474
Menthe verte	1.455 à 1.460
Rose	1.451 à 1.484

La détermination de l'indice de réfraction est effectuée par un réfractomètre spectral numérique entièrement automatique (DSR- $\lambda$ ) fabriqué par Schmidt +Haensch- Allemagne. La température du réfractomètre a été ajustée et l'échantillon d'huile a été étalé sur le prisme nettoyé et des lectures ont été prises. Une fois la mesure terminée, le prisme a été nettoyé à l'eau chaude. L'indice de réfraction à une température de 25°C est calculé à l'aide de la formule suivante (Cunniff and Washington, 1997; Dewi *et al.*, 2019) :

$$n = n' + k (T' - T) \quad (4- 1)$$

Avec :

n : Indice de réfraction,

n' : Indice de réfraction à la température T' (°C),

T : Température attendue (température standard) ,

T' : Température à laquelle les relevés sont effectués

k : Facteur de correction = 0,00045.

### 3.16.3. Effet du CEP sur l'indice de réfraction de l'HE de *Lavender*

Pour notre étude, nous avons déterminé les valeurs de l'indice de réfraction de l'huile essentielle de *Lavender* extraite par les deux méthodes : conventionnelle (Témoin) et après traitement par champ électrique pulsé (CEP).

L'indice de réfraction est le rapport entre la vitesse de la lumière dans l'air et dans une substance huileuse. La valeur de l'indice de réfraction de l'huile essentielle est influencée par les composants qu'elle contient.

Plus les composants à longue chaîne tels que les sesquiterpènes ou les composants oxygénés sont distillés, plus la densité des huiles essentielles sera élevée. En conséquence, la lumière incidente sera plus difficile à réfracter. Ce facteur peut entraîner un indice de réfraction de l'huile plus élevé. Plus la valeur de l'indice de réfraction de l'huile essentielle est élevée, plus l'huile sera pure ou meilleure et plus la valeur de l'indice de réfraction est faible, plus l'huile s'aggraverait (Dewi *et al.*, 2019).

La figure 3.9 représente la relation de dispersion de l'indice de réfraction – la longueur d'onde ( $n - \lambda$ ) pour l'huile essentielle de *Lavender* étudiée dans la gamme spectrale 511.3–902.2 nm à la température de 4°C. Elle montre que  $n$  variait entre 1.463 à  $\lambda= 511.3$  nm et 1.449 à  $\lambda= 902.2$  nm.

Aucun changement significatif n'a été observé après l'application du CEP pour une température de stockage de 4 °C. Les variations des indices de réfraction avec l'augmentation longueur d'onde s'est avérée être des fonctions décroissantes unies. Les résultats de cette étude sont en accord avec la littérature (Khodier, 2002).

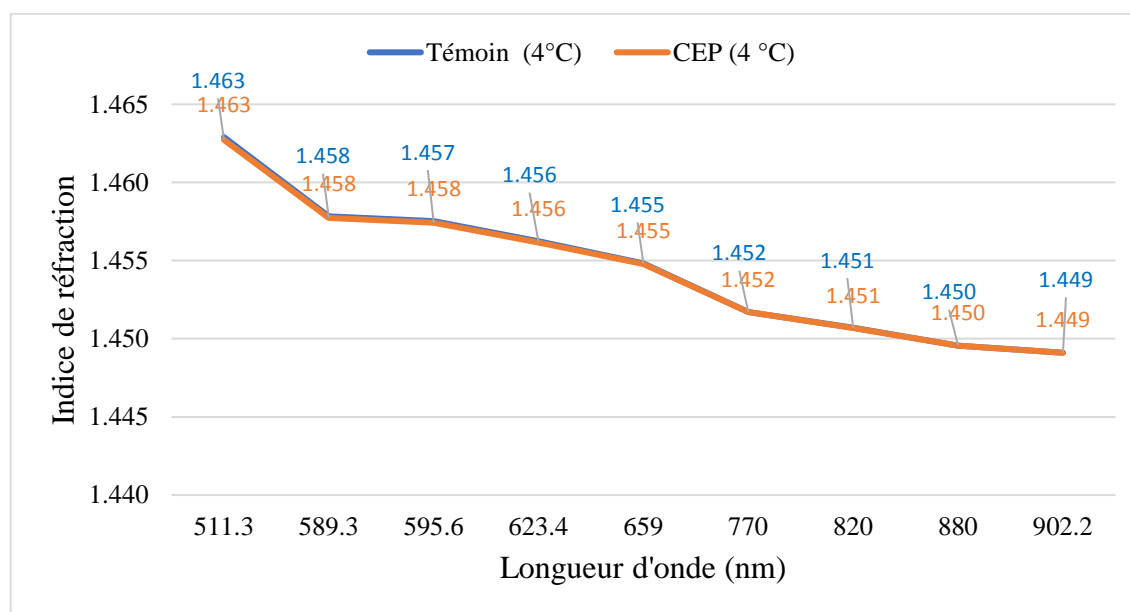


Fig.3.9 : Effet du CEP sur l'indice de réfraction à T= 4 °C

Les valeurs d'indice de réfraction des échantillons d'huile de *Lavender* à 25°C (figure 3.10) variaient de 1,463 à 1,449 pour des longueurs d'onde entre  $\lambda = 511.3$  nm et  $\lambda = 902.2$  nm. Les indices de réfraction de tous les échantillons (Témoin + CEP) n'étaient pas significativement différents après une (01) semaine de stockage (figure 3.11) sous une température de 25 °C. En général, pour les échantillons de l'huile essentielle de *Lavender*, l'indice de réfraction est élevé. Il est supérieur à l'indice de réfraction de l'eau 25° C qui est de 1,335. De plus, un indice de réfraction plus élevé représente également sa plus faible teneur en eau, ce qui contribue à un meilleur mélange avec d'autres substances (Dewi *et al.*, 2019)

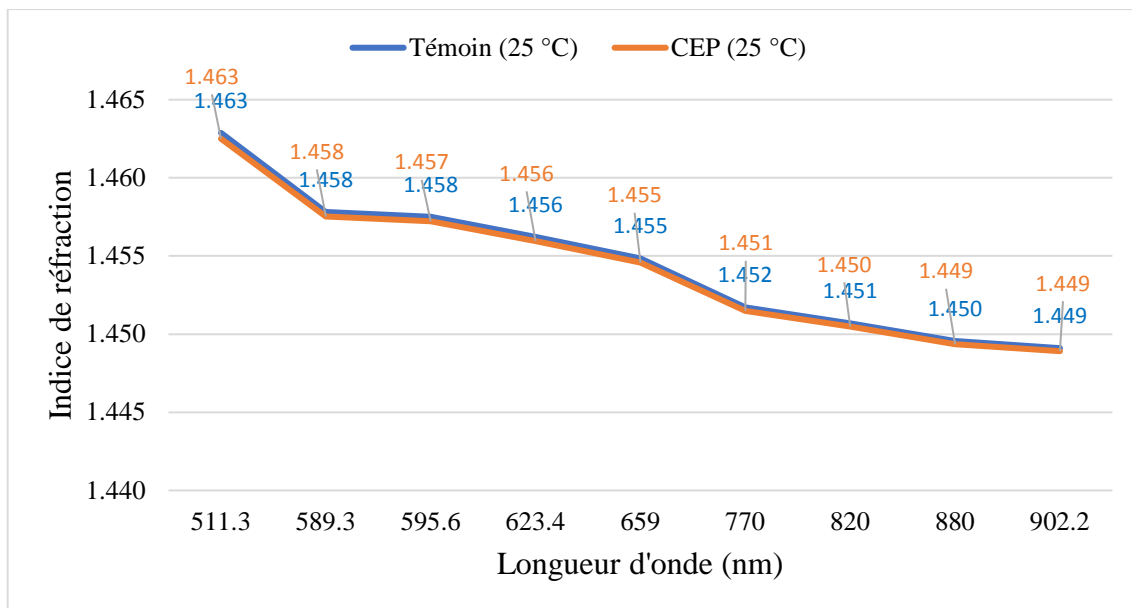


Fig.3.10 : Effet du CEP sur l'indice de réfraction à T= 25 °C

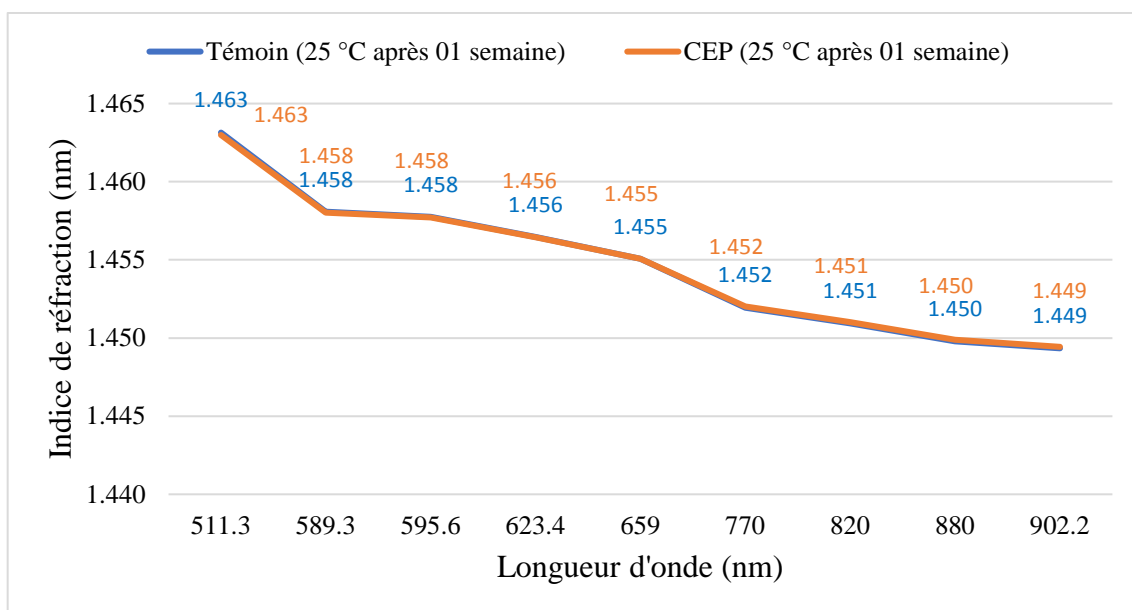


Fig.3.11 : Effet du CEP sur l'indice de réfraction pour une (01) semaine sous T = 25 °C

Cependant, le traitement par CEP nous a permis d'obtenir la même qualité de l'huile obtenu avec un échantillon non traité sous des températures standard.

L'influence de la température a un impact négatif. La température à 50 °C provoque un changement dans les caractéristiques de l'huile de *Lavender* extraite par la méthode conventionnelle comme il est présenté sur la figure 3.12. La dégradation de l'huile a été observée entre les longueurs d'onde  $\lambda = 511.3$  nm et  $\lambda = 770$  nm. L'indice de réfraction peut généralement être utilisé pour déterminer le niveau de pureté et la qualité de l'huile.

Des résultats similaires ont également été rapportés dans des études antérieures sur l'importance de l'indice de réfraction pour déterminer la qualité des huiles essentielles. Plus la teneur en eau est élevée, plus la valeur de l'indice de réfraction est petite. La valeur de l'indice de réfraction affecte également la couleur de l'huile. Par exemple, une huile claire a un indice de réfraction plus élevé (Alfikri *et al.*, 2020).

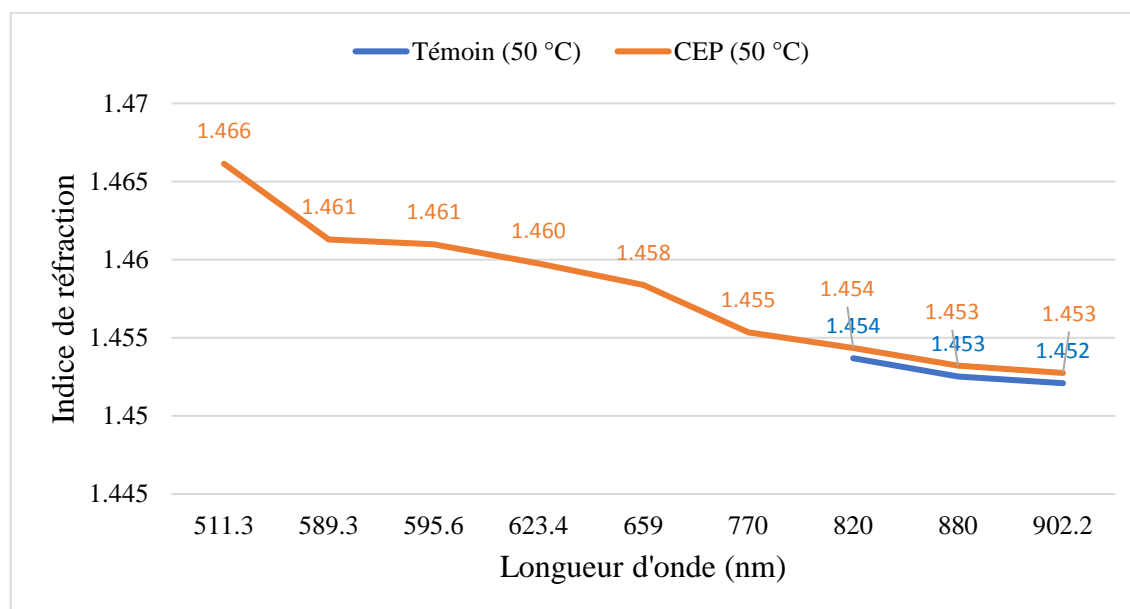


Fig.3.12 : Effet du CEP sur l'indice de réfraction à  $t = 50$  °C

L'observation intéressante de notre étude (Figure 3.13) est que les échantillons de l'huile essentielle de *Lavender* (Témoin + CEP) stockés pendant 01 semaine à une température de 50 °C ont subi un grand changement pour les échantillons extraits par la méthode conventionnelle (Témoin). Aucune lecture possible de l'indice de réfraction pour l'échantillon « Témoin ». Il est possible que le changement de la couleur de l'huile est la cause principale comme il a été signalé par plusieurs auteurs (Pujiarti *et al.*, 2011). Comme l'indice de réfraction est influencé par la couleur de l'huile, une plus grande clarté de l'huile augmente l'indice de réfraction. Un indice de réfraction plus élevé indique donc une huile de meilleure qualité.

L'huile extraite après un traitement par CEP n'a pas changé de manière significative pendant 01 semaine de stockage sous une température de 50 °C.

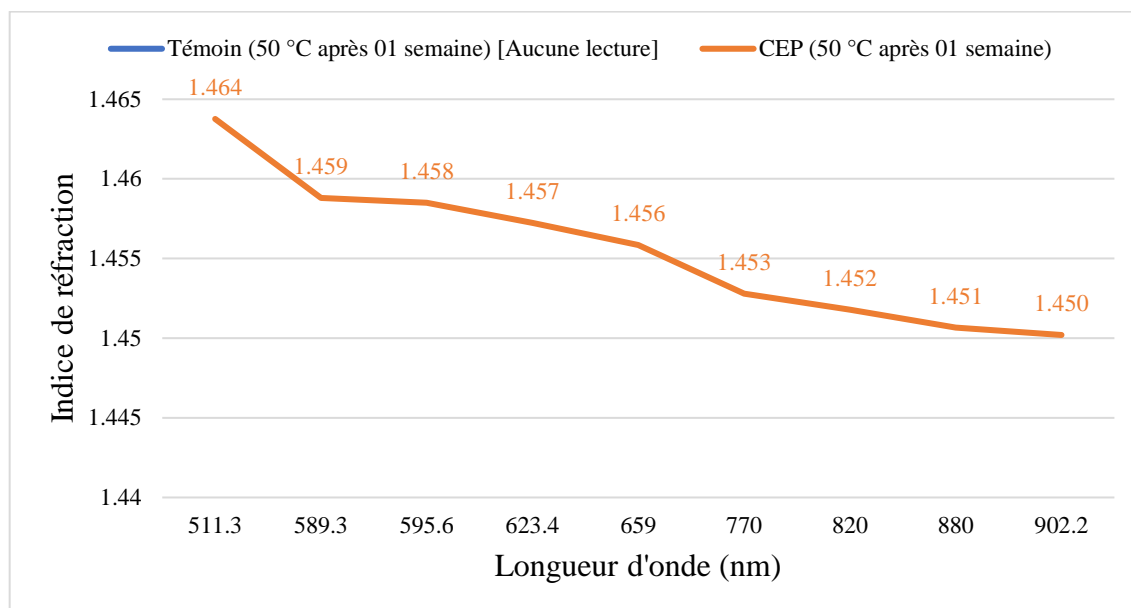


Fig.3.13 : Effet du CEP sur l'indice de réfraction pour 01 semaine sous T=50 °C

La figure 3.14 représente les indices de réfraction qui ont été mesurés à différentes températures de 4 °C , 25°C et 50°C pour les échantillons de l'huile essentielle de *Lavender* extraient par la méthode conventionnelle et après traitement par CEP à la longueur d'onde  $\lambda = 589 \text{ nm}$  qui représente la valeur de la longueur d'onde standard des huiles essentielles.

Nous avons observé que l'impact de la température de 50 °C est négatif pour les échantillons de l'huile de *Lavender* extraite par la méthode conventionnelle. L'échantillon du CEP présente une stabilité par rapport au Témoin.

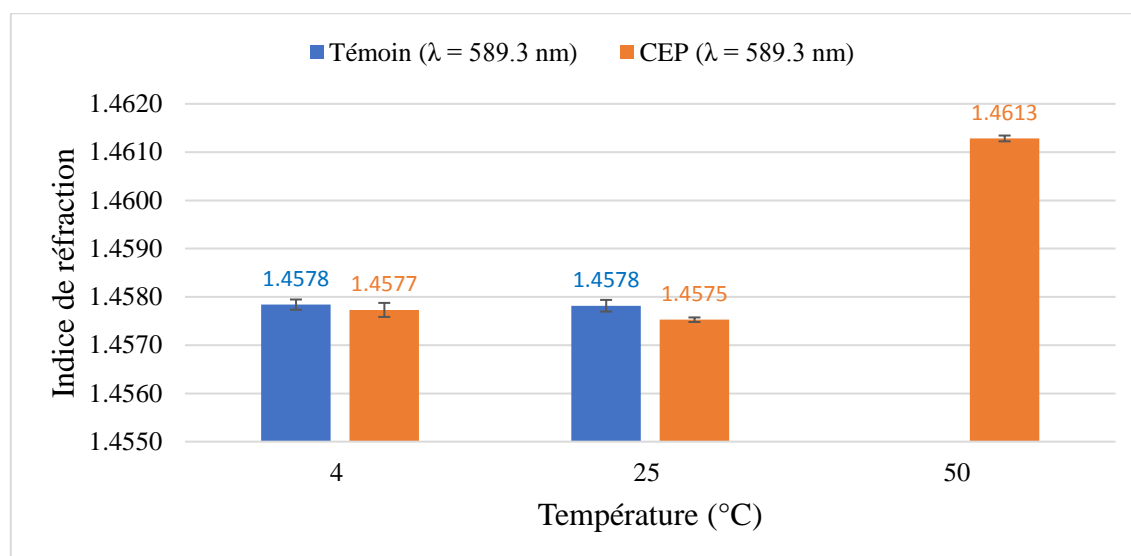


Fig.3.14 : Effet du CEP sur l'indice de réfraction à T= 4°C ; 25°C et 50 °C.

### 3.17. Conclusion

Le traitement par champ électrique pulsé à 1 kV/cm, 100 impulsions s'est avéré être une méthode de traitement efficace pour l'extraction de l'huile essentielle de *Lavender*, avec une réduction de la consommation d'énergie d'environ 50 %. Le rendement d'extraction après traitement par CEP était de 3,045 % en 30 min de distillation, alors que presque la même quantité (2,953 %) a été obtenue en 60 min de distillation par la méthode conventionnelle.

Cette étude montre que 60 min était le temps de distillation optimal pour extraire le maximum de l'huile après traitement par CEP. Pour cette même durée de distillation (60 min), le rendement obtenu par la méthode conventionnelle était inférieur de 35% par rapport à celui obtenu après traitement par CEP.

L'analyse GC-MS a montré la bonne qualité de l'huile obtenue après traitement par CEP car elle contient les principaux composés qui peuvent être déterminants dans les propriétés pharmacologiques et l'application industrielle.

Grâce à la composition variable de l'huile essentielle de *Lavender*, on peut considérer que cette plante peut induire diverses activités biologiques, antioxydantes et anti-inflammatoires élevée.

Les résultats obtenus dans cette étude prouvent que le CEP pourrait être une technologie appropriée pour améliorer le rendement en HE, économiser de l'énergie et pourrait ouvrir de nouvelles perspectives pour leur application industrielle.

**ETUDE DE L'EFFET DES PARAMETRES DU  
TRAITEMENT PAR CHAMP ELECTRIQUE PULSE  
PAR UN PLAN FACTORIEL COMPLET 2<sup>3</sup>**



## 4.1. Introduction

L'analyse des résultats est simplifiée grâce à la sélection préalable des expériences. L'interprétation de ces résultats sera à la fois facile et fructueuse. L'utilisation de logiciels a considérablement simplifié la construction des plans d'expériences et les calculs requis pour leur interprétation. De plus, ces outils encouragent l'utilisation des représentations graphiques qui mettent en valeur les résultats, améliorant ainsi la compréhension des phénomènes..

## 4.2. Aperçu historique

Les plans d'expériences sont issus des méthodes mathématiques et statistiques appliquées à l'expérimentation. Les agronomes ont été parmi les premiers scientifiques à se pencher sur la question de l'organisation des essais. Ils avaient en effet beaucoup de paramètres à étudier et n'avaient pas la possibilité de multiplier le nombre d'expériences. De plus, la durée des expériences constituait une contrainte supplémentaire forte.

C'est Fisher qui, pour la première fois en 1925, proposa une méthode avec laquelle on étudiait plusieurs facteurs à la fois. Cette méthode fut reprise puis développée par des statisticiens et des mathématiciens qui définirent des tables d'expériences permettant de réduire considérablement le nombre d'expériences à effectuer sans diminuer la pertinence de la campagne d'essais. Les grandes entreprises se sont ensuite intéressées à cette méthodologie dans le cadre de l'approche qualité à la suite des travaux du Docteur Taguchi (1924 – 2012, ingénieur et statisticien japonais). Il a fortement contribué à l'expansion de l'utilisation des plans d'expériences en milieu industriel au Japon dans les années 1960. Au cours de ces dernières années, cette méthodologie, du fait de la pertinence des informations apportées, c'est développée dans la plupart des secteurs d'activités (Faucher, 2006) .

## 4.3. Principe

La technique des plans d'expériences va permettre de répondre à nos exigences. En effet, son principe consiste à faire varier simultanément les niveaux d'un ou plusieurs facteurs (qui sont les variables, discrètes ou continues) à chaque essai. Ceci va permettre de diminuer fortement le nombre d'expériences à réaliser tout en augmentant le nombre de facteurs étudiés, en détectant les interactions entre les facteurs et les optimaux par rapport à une réponse, c'est-à-dire une grandeur utilisée comme critère et en permettant de

modéliser facilement les résultats. Le point délicat dans l'utilisation des plans d'expériences sera donc de minimiser le plus possible le nombre d'expériences à mener sans sacrifier la précision sur les résultats (Faucher, 2006).

Il existe actuellement un nombre important de plans différents. Chacun, par ses propriétés, permet de résoudre certains problèmes particuliers. On peut cependant diviser les plans d'expériences en deux grandes catégories :

- A. Les plans pour étudier (estimer et comparer) les effets des paramètres,
- B. Les plans pour régler les paramètres afin d'atteindre un optimum.

L'idée essentielle qui doit mener la démarche expérimentale de l'expérimentateur est que l'on met en œuvre un plan d'expériences afin de répondre à une problématique bien précise. Il faut donc choisir ou construire le plan qui donnera les informations recherchées. On ne pourra donc pas utiliser le même plan pour étudier efficacement les effets des paramètres tout en cherchant un optimum (Faucher, 2006).

#### **4.4. Objectif**

La méthode des plans d'expériences (MPE) cherche à déterminer une relation entre deux types de grandeurs :

- 1) La réponse : qui correspond à la grandeur physique étudiée ;
- 2) Les facteurs : qui correspondent aux grandeurs physiques modifiables par l'expérimentateur et sensées influencer sur les variations de la réponse.

La construction d'un plan d'expériences consiste à extraire du domaine expérimental, un nombre suffisant  $N$  de combinaisons particulières afin d'estimer, avec une incertitude à la fois minimale mais aussi homogène, les  $p$  inconnues du modèle (additif ou polynomial) tout en respectant au mieux les contraintes techniques et économiques de l'étude.

La méthode des plans d'expériences peut être utilisée dans deux types d'investigations: Les études de criblage ou screening,

- a) Les études de surface de réponse (MSR).

La technique du screening permet de déterminer, parmi les facteurs recensés par l'expérimentateur, ceux qui ont une influence statistiquement non négligeable sur les variations de la réponse. On recherche pourquoi la réponse varie (en fonction de quels facteurs). En plus des facteurs influents, il est également possible d'identifier les interactions de facteurs qui auront une influence significative sur la réponse (Rabier, 2007).

Dans une application de la méthodologie de surface de réponse (MSR), les variations de la réponse sont calculées en fonction des facteurs et interactions précédemment jugés influents.

Cette étude est davantage quantitative, le but étant de déterminer comment la réponse varie. Une dépendance fondamentale existe entre l'objectif recherché (screening ou MSR) et la définition du plan d'expériences. Cependant, dans les deux cas, les étapes de la démarche se déroulent dans un ordre similaire à savoir :

- Définition des objectifs et des réponses,
- Choix d'une stratégie expérimentale,
- Définition des facteurs,
- Définition du domaine expérimental,
- Définition du modèle empirique,
- Construction du plan d'expériences,
- Expérimentation,
- Analyse globale des résultats d'essais,
- Analyse mathématique des résultats d'essais,
- Analyse statistique du modèle,
- Analyse graphique du modèle,
- Validation du modèle et des informations obtenues (Rabier, 2007).

#### **4.5. Notion sur la productivité**

Le terme productivité désigne le rapport entre ce qui est retiré en sortie d'un système et ce qui lui a été fourni en entrée. Le rendement, un de ses synonymes, se définit comme la production évaluée par rapport à une norme ou à une unité de mesure, ou comme le rapport entre la production en sortie d'un système et les ressources consommées en entrée.

Dans un contexte industriel, la productivité ou le rendement désignent le ratio entre une quantité produite et les moyens mis en œuvre pour l'obtenir. Il s'agit d'un paramètre fondamental d'analyse, de gestion et de prise de décision. À l'investisseur ou au décideur, le bon sens commande de privilégier les solutions donnant le maximum de résultats pour un minimum d'investissements. Cela peut être le cas d'un investisseur recherchant la meilleure rémunération du capital qu'il investit, d'un consommateur recherchant le meilleur rapport qualité-prix, d'un chef d'entreprise cherchant à produire au moindre coût, etc (Hohmann, 2011).

## 4.6. Protocole d'étude par plan d'expérience

De manière générale, la méthode des plans d'expériences permet de créer un lien logique ou mathématique entre deux types de variables (Wognin *et al.*, 2010) :

- 1) La réponse : grandeur physique étudiée
- 2) Les facteurs : grandeurs physiques modifiables par l'expérimentateur et censées influencer la valeur de la réponse.

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. On doit s'assurer de la possibilité de les réaliser. De plus, les facteurs doivent être indépendants (non corrélés entre eux).

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.

### 4.6.1. Définition de l'objectif de l'étude

Il s'agit de la première étape de la démarche méthodologique qui consiste à bien décrire le problème et en particulier à clairement préciser ce qu'on attend de la campagne expérimentale. Voici quelques voies d'investigation pour lesquelles les plans d'expériences peuvent s'appliquer :

- Hiérarchiser les conséquences des changements de modalité des facteurs sur une variable réponse et identifier ainsi les facteurs ayant une influence significative sur cette réponse, comme ce sera le cas dans notre étude.
- Estimer les effets moyens des facteurs avec une incertitude minimale.
- Préciser les effets moyens des facteurs par des interactions.
- Proposer une orientation de réglage pour un processus.
- Mettre en œuvre l'ingénierie robuste (Rabier, 2007).

Il est également nécessaire de définir la/les réponses observées lors de l'expérimentation.

### 4.6.2. Définition de la réponse caractérisant l'objectif

L'estimation et la comparaison des effets des facteurs s'appuient sur l'analyse de résultats d'essais qui représentent les valeurs particulières de grandeurs que la terminologie

des plans d'expériences appelle des réponses. Les modifications des réglages de tout processus conduisent à l'observation des variations d'une ou plusieurs réponses.

Les réponses d'une étude correspondent à des traductions métrologiques des besoins industriels. Il est important de mener une réflexion approfondie sur le choix, la définition et les méthodes d'obtention des réponses. Les réponses doivent être de nature quantitative afin de permettre l'utilisation de méthodes d'analyses statistiques telles que l'analyse de la variance ou de régression dont les hypothèses sont généralement admises lors de la mise en œuvre d'un plan d'expériences (Rabier, 2007).

Les réponses quantitatives peuvent être de deux types :

- Discrètes, si la valeur de la réponse appartient à l'ensemble des entiers naturels.
- Continue, si la valeur de la réponse appartient à l'ensemble des nombres réels. C'est le cas de la majorité des études basées sur les méthodes de plan d'expériences. Pour un réglage donné des facteurs, les valeurs de la réponse obéissent à une variable aléatoire dont il n'est pas nécessaire de connaître systématiquement la distribution.

#### **4.6.3. Choix d'une stratégie expérimentale**

Choisir une stratégie expérimentale consiste à évoquer la/les méthodes à mettre en œuvre afin d'apporter des éléments de réponse aux questions que se posent les expérimentateurs. Parmi les différentes solutions envisageables, il est possible d'évoquer l'analyse de données existantes, l'étude d'un facteur à la fois et le recours à un modèle empirique pour la recherche d'éléments d'information. Notre choix se tournera naturellement vers cette dernière option et l'utilisation d'un plan de criblage pour y parvenir.

Les plans d'expériences pour l'étude des effets des facteurs constituent la méthode qui semble s'imposer, dès lors qu'il est impossible, pour des raisons souvent matérielles, de réaliser un plan complet c'est-à-dire l'ensemble des combinaisons des modalités des facteurs.

Lorsqu'on décide d'estimer et de comparer les effets des facteurs, il faut rendre les comparaisons les plus équitables possible de façon à uniformiser et à minimiser les incertitudes qui affectent les inconnues du problème. Quand le nombre de facteurs et de modalités augmente, il n'est plus possible de concevoir de manière intuitive, une stratégie expérimentale qui permette d'atteindre de façon rationnelle les objectifs fixés. Il faut alors remplacer la stratégie qui consiste à ne faire varier qu'un seul facteur à la fois par un plan

d'expériences pour l'étude des effets des facteurs. On choisit dans ce cas de s'appuyer sur un modèle additif avec ou sans interactions pour traduire la/les réponse(s) observée(s) (Rabier, 2007).

#### **4.6.4. Définition des facteurs**

Après avoir précisé les objectifs d'une étude et les réponses les caractérisant, il est nécessaire de définir les facteurs, c'est-à-dire les variables sur lesquelles l'expérimentateur va agir de manière à créer une variation de la/les réponse(s), qui sera restituée au travers d'un modèle. Il est également être utile de préciser pour chaque facteur les difficultés que représente le changement de son niveau. En effet, lors du choix de la matrice d'expériences cela permettra d'éviter d'avoir à modifier à chaque expérimentation, un facteur difficilement modifiable (Rabier, 2007).

Une étude par plan d'expériences peut mettre en jeu des facteurs de toute nature (qualitative, quantitative, temporelle). Cependant, lorsque l'objectif d'une étude est d'estimer puis de comparer les effets des facteurs, la stratégie expérimentale conduit à postuler à un modèle additif, préalablement à la construction d'un plan d'expériences adapté à l'objectif. En conséquence de quoi et d'après la définition de l'effet d'un facteur, tous les paramètres de réglage mis en œuvre au cours du plan d'expériences seront considérés comme étant des variables quantitatives, auxquelles on associe au moins deux états distincts appelés modalités (Rabier, 2007).

#### **4.6.5. Définition du domaine expérimental**

Le domaine est défini comme étant l'ensemble des combinaisons réalisables à partir des modalités des facteurs. Lorsque tous les facteurs ont le même nombre de modalités, le domaine est dit symétrique, dans le cas contraire, il est asymétrique.

La visualisation du domaine expérimental paraît délicate au-delà de trois facteurs. Toutefois des techniques de représentation en perspective ou de projection particulière permettent d'obtenir une cartographie plane du domaine expérimental dans un espace multidimensionnel (Rabier, 2007).

#### **4.6.6. Définition du modèle empirique**

Cette étape revient à choisir une forme de modèle adaptée aux objectifs de l'étude et à estimer le nombre d'inconnues  $p$  associées au modèle (Rabier, 2007) :

- 1) Adopter un modèle additif sans couplage pour estimer et comparer les effets moyens des facteurs :

$$Y = C^{te} + \sum_{i=1}^k W_i \quad (4-1)$$

$$P = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) \quad (4-2)$$

Avec :

$m_i$  : désigne le nombre de modalités du facteur  $i$ ,

$k$  : désigne le nombre de facteurs considérés,

$W_i$  : désigne le poids du facteur  $i$

- 2) Adopter un modèle additif avec interactions pour préciser les effets moyens des facteurs par des interactions (généralement limités au 1er ordre) :

$$Y = C^{te} + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k C_{ij} \quad (4-3)$$

$$P = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k (m_i - 1)(m_j - 1) \quad (4-4)$$

Avec :

$m_i$  : désigne le nombre de modalités du facteur  $i$ ,

$k$  : désigne le nombre de facteurs considérés,

$W_i$  : désigne le poids du facteur  $i$

$C_{ij}$  : désigne le poids de l'interaction entre les facteurs  $i$  et  $j$ .

#### 4.6.7. Construction du plan d'expériences

La construction d'un plan d'expériences pour l'étude des effets des facteurs peut s'appuyer sur deux grandes familles de critères :

- A) Les critères d'orthogonalité, la construction des plans se fait à partir de règles combinatoires.
- B) Les critères d'optimalité, la construction des plans se fait à partir de règles algorithmiques.

Historiquement, le premier critère utilisé pour la réalisation d'une matrice d'expérience fut le critère d'orthogonalité et ce pour plusieurs raisons exposées dont :

- Un dispositif expérimental orthogonal est facile à construire à partir de simples règles de permutation circulaire.
- Un dispositif expérimental orthogonal offre une incertitude minimale pour l'estimation des inconnues d'un problème, en particulier parce que les combinaisons retenues dans sa structure sont parfaitement équilibrées. Toutes les modalités apparaissent un même nombre de fois pour chacun des facteurs.
- L'analyse des résultats d'essais provenant d'un dispositif expérimental orthogonal est facile à mettre en œuvre ; elle ne requiert pas systématiquement d'explicitier le modèle mathématique. La construction du tracé des effets moyens et la représentation graphique des couplages peuvent s'effectuer à partir du calcul de simples moyennes arithmétiques (Rabier, 2007).

#### 4.6.7.1. Plans factoriels complets

Il s'agit de plans pour lesquels on étudie k facteurs prenant chacun deux niveaux. Le modèle mathématique adopté a priori est un polynôme prenant en compte la moyenne, les effets de chaque facteur et toutes les interactions entre les facteurs pris deux à deux, trois à trois, quatre à quatre, ..., k à k :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ijl} x_i x_j x_l + \dots + \sum a_{ij\dots k} x_i x_j x_l \dots x_k \quad (4-5)$$

Un plan 2<sup>k</sup> comporte 2<sup>k</sup> points expérimentaux qui se situent aux 2<sup>k</sup> sommets d'un hyper cube de k dimensions. Le modèle mathématique contient 2<sup>k</sup> coefficients qui sont les inconnues. L'ensemble des résultats d'un plan 2<sup>k</sup> conduit donc à un système de 2<sup>k</sup> équations à 2<sup>k</sup> inconnues, si l'on ne tient pas compte des erreurs expérimentales.

#### 4.6.8. Expérimentation

Avant l'expérimentation, il convient de préparer pour chacun des essais, une fiche indiquant les modalités des facteurs à respecter. De plus, il est préférable d'effectuer une randomisation des essais si cela est possible. Cette randomisation permet de limiter l'éventuelle influence perturbatrice de facteurs non contrôlés. Cependant cette randomisation peut s'avérer coûteuse lorsque la modification de la modalité d'un ou plusieurs facteurs nécessite de lourdes manipulations. Ce sera le cas dans notre étude où la modification de modalité de certains facteurs c'est avérée très contraignante (Rabier, 2007).

### 4.7. Méthodes générales d'analyse

Avant de mettre en œuvre des outils mathématiques pour estimer les p inconnues du modèle et visualiser ensuite les effets moyens des facteurs et les éventuelles interactions, il est important de porter un jugement global sur l'ensemble des résultats d'essais.

L'analyse globale des résultats d'essais permet notamment :

- D'apprécier la variation des réponses observées au cours du plan d'expériences (c'est-à-dire de s'assurer d'un écart significatif entre les valeurs minimales et maximales de la réponse observée),
- De détecter des valeurs suspectes et procéder à une reproduction d'expérience le cas échéant,
- De repérer une combinaison des modalités des facteurs dont les résultats peuvent se révéler industriellement intéressants, indépendamment de l'estimation et de la comparaison des effets des facteurs.



Pour effectuer cette analyse, on fera appel à des constructions graphiques sous forme de nuages de point ou de « boîtes à moustaches » lorsque les traitements du plan d'expériences donnent lieu à des répétitions (Rabier, 2007).

#### 4.7.1. Analyse mathématique des résultats d'essais

L'analyse mathématique des résultats d'essais a pour objectif de calculer les coefficients du modèle et par la suite les résidus qu'engendre ce modèle.

##### 4.7.1.1. Grille de dépouillement

Cette méthode répond parfaitement à un besoin d'analyse rapide et manuelle des résultats d'essais. Si aujourd'hui le déploiement des outils informatiques dédiés à la construction et l'analyse de plans d'expériences ou encore une programmation simple de feuille de calcul à l'aide de tableur informatique permet d'éviter cette opération, cette présentation reste néanmoins utile pour bien comprendre le principe d'analyse des résultats d'essais.

Chaque grille de dépouillement comporte 3 zones (Tableau 4-1) :

- La zone destinée au report des valeurs de la réponse à analyser correspond à la colonne Y de la grille de dépouillement. En présence de répétitions, on remplira cette colonne par les moyennes observées en chaque point d'essai.
- La zone des facteurs contient autant de blocs qu'il y a de facteurs. Le nombre de colonnes de chacun des blocs correspond au nombre de modalités affectées à chacun des facteurs présents dans le plan d'expériences. Pour chacune des lignes, on complète les cellules vides par la valeur de la réponse à analyser.
- La zone de calcul et d'affichage des résultats permet d'établir, pour chacune des modalités des facteurs, la moyenne arithmétique caractérisant la modalité étudiée.

Tableau 4-1 : Grille de dépouillement associé à un arrangement  $L_9(3^4)$

Traitement	Y	Facteur A			Facteur B			Facteur C			Facteur D		
		A1	A2	A3	B1	B2	B3	C1	C2	C3	D1	D2	D3
1													
2													
3													
4													
5													
6													
7													
8													
9													
Total													
Nombre	9	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Moyenne													

La structure des cellules vides correspond aux combinaisons particulières des modalités des facteurs retenus dans le plan d'expériences. Cette présentation facilite ainsi le calcul des moyennes propres à chacune des modalités des différents facteurs (Rabier, 2007).

#### 4.7.1.2. Calcul des coefficients du modèle additif

Le plan d'expériences peut se retranscrire sous la forme :

$$\{Y\} = (X) \{Coefficients\} + \{E\} \quad (4-6)$$

Avec :

{Y}: Le vecteur des résultats d'essais,

(x) : La matrice du modèle,

{Coefficients}: Le vecteur des estimations des coefficients.

{E} : Le vecteur d'erreur.

La matrice (X) n'étant pas souvent une matrice carrée, nous avons recourt pour résoudre ce problème à l'écriture matricielle de la méthode des moindres carrés dont l'équation est :

$$\{Coefficients\} = ({}^tXX)^{-1}({}^tX) \{Y\} \quad (4-7)$$

Cette équation fait appel au calcul de la pseudo inverse de la matrice du modèle (X). La matrice (X) étant de rang plein en colonne (le nombre de colonnes indépendantes est inférieur au nombre de lignes), cette pseudo inverse se calcule de la façon suivante :

$$(X^+) = ({}^tXX)^{-1}({}^tX) \quad (4-8)$$

La méthode des moindres carrés a quelques propriétés:

- L'estimation des coefficients s'effectue à partir de la recherche d'un critère d'optimisation qui consiste à minimiser la somme des carrés des résidus. La méthode des moindres carrés offre ainsi le meilleur ajustement des résultats par le modèle mathématique.
- La somme des résidus est nulle, ce qui implique que la moyenne des résultats observés est égale à la moyenne des résultats calculés à partir du modèle.
- La méthode des moindres carrés suppose que les résidus sont distribués suivant une loi normale d'espérance mathématique nulle, la dispersion des résidus autour de la moyenne servant à estimer un écart type résiduel, utilisé dans la mise en œuvre des tests statistiques quand on ne dispose pas d'informations sur la variabilité naturelle des résultats (Rabier, 2007)

### 4.7.1.3. Calcul des résidus

Connaissant une estimation des coefficients du modèle, il est possible d'utiliser ce dernier afin de calculer une estimation de la réponse pour chacun des traitements du plan d'expériences. Il suffit pour cela d'utiliser le produit scalaire entre le vecteur des estimations des coefficients et le vecteur représentant la fonction du modèle, pour une combinaison  $x_0$  des modalités des facteurs donnés :

$$\hat{y}(x_0) = {}^t f(x_0) \{\text{Coefficients}\} \quad (4-9)$$

Pour une combinaison  $x_0$  donnée du plan d'expériences, le résidu est défini à partir de la relation suivante :

$$\text{Résidu} = y(x_0) - \hat{y}(x_0) \quad (4-10)$$

La méthode des moindres carrés, utilisée dans le calcul des coefficients du modèle, est basée sur la minimisation de la somme des carrés de ces résidus (Rabier, 2007).

### 4.7.2. Analyse statistiques des résultats d'essais

L'analyse statistique du modèle est l'étape principale de l'analyse des résultats. Elle se base dans certains cas sur les données de l'analyse mathématique. Son objectif est d'identifier les facteurs statistiquement influents sur la/les réponse(s) observée(s) (Rabier, 2007).

#### 4.7.2.1. Méthode de Daniel

Le graphe de Daniel permet de tester graphiquement la normalité de la répartition des valeurs des effets. Cette méthode d'analyse repose sur la construction d'un graphique. On ordonne dans un premier temps la valeur absolue des effets moyens dans un ordre croissant, ce qui permet d'obtenir le rang  $i$  de chacune de ces valeurs absolues ( $i=1, \dots, k$ ).

La valeur des effets moyens constitue l'axe des abscisses du graphe de Daniel. On calcul alors la fréquence correspondante à partir de la relation :

$$P = (i - 0.5) / k \quad (4-11)$$

L'application de l'inverse de la fonction de répartition de la loi normale centrée réduite noté  $F^{-1}$  permet d'obtenir les ordonnées du graphique, appelé fractiles théoriques semi-normaux notés :

$$F^{-1} \left( \frac{P+1}{2} \right) \quad (4-12)$$

Si tous les effets moyens étaient nuls, le nuage de point s'alignerait alors sur une droite passant par l'origine du graphique, la dispersion des points autour de cette droite étant due à la variabilité naturelle des résultats d'essais. Dès qu'il n'y a plus alignement, les points

qui se détachent de la droite traduisent des facteurs aux effets moyens probablement actifs (Rabier, 2007).

#### 4.7.2.2. Méthode de Lenth

La méthode de Lenth consiste à estimer une pseudo erreur-type, pour mettre en œuvre un test statistique dont le résultat se traduit sous forme graphique semblable à une carte de contrôle. La première étape de l'application de cette méthode consiste à classer les valeurs absolues des coefficients  $a_j$  du modèle obtenu dans l'ordre croissant. On définit ensuite la grandeur  $s_0$  à partir de la médiane de ces valeurs absolues :

$$S_0 = 1.5 \times \text{médiane } |a_j| \quad (4-13)$$

On élimine les coefficients dont la valeur absolue est supérieure à  $2,5 s_0$ . En appliquant la même démarche aux coefficients restants, on estime à nouveau  $s_0$ .

L'application de cette méthode peut amener parfois à ne considérer aucun facteur comme actif. Ce n'est pas pour autant que les résultats de l'analyse mathématique ne sont pas exploitables. Il est alors préférable d'analyser ces résultats à l'aide d'une autre méthode comme la méthode de Daniel ou l'analyse de la variance et d'associer à cette analyse les connaissances du groupe de travail (Rabier, 2007).

#### 4.7.2.3. Analyse de la variance

L'analyse de la variance est appelée « Analysis of Variance » dans la littérature anglosaxonne ; son appellation est couramment abrégée en ANOVA.

Contrairement à ce que laisse penser son nom, l'analyse de variance n'étudie pas les différences de variances entre populations mais les différences de moyenne. Cette méthode doit son nom au fait qu'elle utilise des mesures de variance afin de juger du caractère significatif ou non, c'est-à-dire de la significativité des différences de moyenne mesurées entre populations.

Il s'agit d'une généralisation à  $p$  populations du classique test de comparaison de deux échantillons, le célèbre test de  $t$  de Student. D'une façon générale, en matière de régression, le principe de l'analyse de la variance est de subdiviser la variation totale en une composante factorielle relative à l'équation de régression ou au modèle utilisé, et une composante résiduelle, la première devant être testée par rapport à la deuxième.

Les composantes factorielle et résiduelle seront mathématiquement représentées par des carrés moyens, c'est-à-dire des variances. En définitive, l'intérêt de l'analyse de la

variance est de pouvoir tester de manière absolue l'influence des facteurs sur les variations d'une réponse donnée (Rabier, 2007).

**A) Calcul du carré moyen des facteurs et des interactions :**

La variance des facteurs s'obtient en calculant la somme des carrés des écarts (SCE) que l'on divise par le nombre de degré de liberté (ddl) associés au facteur f considéré. La valeur des carrés moyens, associés au facteur ou à l'interaction considéré(e) x, est :

$$CM_x = SCE_x / ddl_x \quad (4-14)$$

**B) Calcul de la variance résiduelle :**

Lorsqu'il existe une erreur expérimentale non nulle, l'équation de variance fait apparaître un nouveau terme appelé communément variance résiduelle (SCE<sub>r</sub>) :

$$SCE_t = \sum SCE_x + SCE_r \quad (4-15)$$

Avec :

SCE<sub>t</sub> : la somme totale des carrés des écarts ;

SCE<sub>x</sub> : la somme factorielle des carrés (x désignant un facteur ou une interaction).

C'est à cette variance résiduelle SCE<sub>r</sub> que les SCE<sub>x</sub> sont comparés afin de déterminer les caractères significatifs des facteurs et des interactions x. La variance résiduelle est un point de comparaison. Elle doit traduire une variation des valeurs de réponse, dont l'amplitude est arbitrairement considérée comme faible. Tout facteur influent doit donc posséder des caractéristiques fortement différenciées de celles de cette composante. Dans le cas des expérimentations réelles, la variation résiduelle est prise comme étant un estimateur de la variance expérimentale, qui traduit la variabilité inhérente des résultats sur plusieurs réalisations d'expériences identiques. L'utilisation d'expériences virtuelles exclut donc cette possibilité (Rabier, 2007).

**C) Test de Fisher-Snedecor :**

Le test de Fisher-Snedecor permet de comparer 2 variances, par l'utilisation de la loi statistique de Fisher. Celle-ci travaille sur le quotient de variance et prend en compte le nombre de degrés de liberté de chacune d'elles. Les variances concernées doivent être celles de variables aléatoires suivant une distribution normale et à variance constante (Rabier, 2007).

### 4.7.3. Analyse graphiques des résultats d'essais

L'analyse graphique des résultats d'essais permet une restitution plus visuelle des résultats d'essais et de leur analyse.

#### 4.7.3.1. Méthode d'analyse par diagramme causes-effet

Les premiers diagrammes causes-effet, ou diagrammes en arêtes de poisson, ont été développés par le professeur Kaoru Ishikawa en 1943. Ce type de diagramme est de ce fait également appelé diagramme d'Ishikawa.

Un diagramme causes-effet est un outil polyvalent qui peut être utilisé pour :

- Structurer une recherche de causes;
- Comprendre un phénomène, un processus, par exemple les étapes de recherche de panne sur un équipement, en fonction d'un ou plusieurs symptômes;
- Analyser un défaut en remontant l'arborescence des causes probables pour identifier la cause racine;
- Identifier l'ensemble des causes d'un problème et sélectionner celles qui feront l'objet d'une analyse poussée, afin de trouver des solutions;
- Servir de support de communication et de formation;
- Servir de base de gestion des connaissances.

L'expérience montre que le diagramme causes-effet devient rapidement populaire auprès des opérationnels. Construire un diagramme causes-effet, c'est construire une arborescence

qui, de l'effet (le phénomène à étudier, le tronc), remonte dans toutes les causes possibles (les branches), dans les causes secondaires (les petites branches), et jusqu'aux détails (les feuilles) (Hohmann, 2011).

Pour construire un tel diagramme, il faut :

- Définir l'effet sur lequel travailler : un défaut qualité, une caractéristique d'un produit ou d'un procédé, un problème à résoudre;
- Tracer une flèche de gauche à droite en direction de l'effet : la pointe de la flèche contient le nom ou la désignation de l'effet, la flèche forme le tronc de l'arborescence ou la colonne vertébrale du « poisson »;
- Décrire les facteurs principaux qui sont les causes potentielles de l'effet et les placer dans les branches ou arêtes (Hohmann, 2011).

La recherche des causes peut se faire selon les 5 « M » mnémoniques traditionnels, désignant :

- Main-d'œuvre;
- Matière;
- Méthode;

- Machines (équipement);
- Milieu (environnement).

On peut y ajouter deux autres M (management et moyens financiers) pour arriver aux 7M. Ces deux derniers facteurs sont intéressants notamment dans les domaines immatériels, les services ou la gestion de projets par exemple.

Un diagramme causes-effet est très utile pour :

- Ordonner les idées émises lors d'un brainstorming
- Expliquer un phénomène, un processus de fabrication;
- Guider une discussion dont il est le point central ;
- Rechercher rapidement l'ensemble des causes, choisir celles qui sont les plus importantes et mener rapidement les actions correctives correspondantes (dépannage, contre-mesures);
- Former le personnel en utilisant les diagrammes existants.

La figure 4.1 montre un exemple de recherche des causes de la présence de poussières.

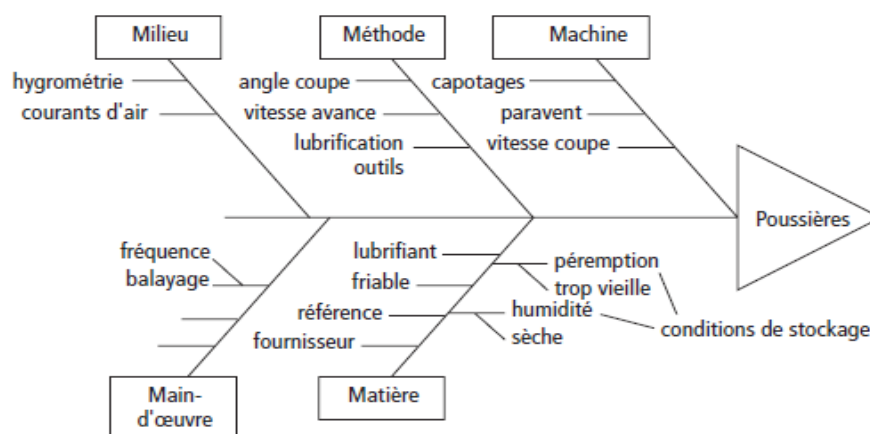


Fig.4.1: Un diagramme causes-effet pour expliquer la présence de poussières

#### 4.7.3.2. Méthode d'analyse par diagramme de Pareto

Le diagramme de Pareto est un outil graphique d'analyse, de communication et de prise de décision très efficace. La popularité des diagrammes de Pareto (Vilfredo Pareto 1848-1923, économiste italien), est due au fait que de nombreux phénomènes observés obéissent à la loi des 20/80 (Cibler les 20% de causes qui génèrent 80% des effets), qui stipule que 20 % des causes possibles produisent à elles seules 80% des effets. Par conséquent il suffit de travailler prioritairement sur ces 20% de causes pour influencer fortement les effets du phénomène.

Le diagramme de Pareto se présente sous la forme d'un histogramme de distribution, dont les plus grandes colonnes sont conventionnellement à gauche et vont par ordre décroissant vers la droite. Une ligne de cumul indique l'importance relative cumulée des colonnes. L'intérêt du diagramme de Pareto est de montrer que, dans un premier temps, il est plus «payant» d'attaquer les trois ou quatre premières causes de défauts que de chercher à élucider des causes qui n'apparaissent que très rarement.

On discerne ainsi aisément les quelques causes essentielles parmi les nombreuses causes insignifiantes (Hohmann, 2011).

En pratique, il faut composer de manière pragmatique avec cette règle. En effet, mieux vaut attaquer quelques causes mineures dont l'éradication est à la fois simple et rapide, plutôt que de s'attaquer à une cause majeure dont la résolution est longue, éventuellement coûteuse et incertaine. Il serait en effet illogique de continuer à souffrir de dysfonctionnements rapidement éliminables sous prétexte que leur impact individuel est faible.

Une autre raison de composer avec la règle est le besoin d'obtenir des progrès rapides, besoin qui concerne tant la direction que les opérateurs, en vertu du principe des deux pyramides. Une matrice de décision ou un vote pondéré fournissent en la matière une aide précieuse (Hohmann, 2011).

#### **4.7.3.3. Méthode ABC**

La méthode ABC est une technique très proche du diagramme de Pareto, sauf que les trois catégories A, B et C se caractérisent conventionnellement par trois seuils :

- A = accumulation à 80% ;
- B = les 15% suivants (95% au total) ;
- C = les 5% restants (100% au total).

La catégorie ou classe A est la plus importante, la B est d'importance secondaire, la classe C est la moins importante.

La méthode ABC est employée pour les mêmes usages que le diagramme de Pareto, et notamment pour :

- Analyser la répartition de la valeur d'un stock, d'un portefeuille d'activités
- Décider de la disposition des stocks en fonction des taux de rotation des produits (ceux de la classe A étant les plus fréquemment utilisés, ils sont à placer au plus près)
- Prendre des décisions sur une politique d'externalisation



- etc (Hohmann, 2011).

#### **4.7.3.4. Tracé des effets moyens**

L'effet moyen d'un facteur est définie comme étant la variation de la réponse observée ou modélisée lorsque le facteur change de modalité. Le tracé des effets moyens des facteurs consiste à reporter les valeurs calculées à la dernière ligne de la grille de dépouillement en regard de chacune des modalités des facteurs.

Pour chacun des facteurs, on relie par un trait les moyennes des résultats d'essais correspondant à chacune des modalités.

La représentation des effets par un segment de droite permettant de juger du signe et de l'amplitude de ces derniers est conventionnellement admise dans la littérature et dans la majorité des logiciels (Rabier, 2007).

#### **4.7.3.5. Tracé des interactions**

Dans un système complexe, les paramètres sont souvent couplés. La connaissance des effets de chaque paramètre n'est pas suffisante pour pouvoir estimer une réponse. Il faut donc une information sur l'influence de la variation de chacun des facteurs sur l'effet des autres facteurs (interactions).

D'un point de vue graphique :

- Les effets réels sont matérialisés par des droites parallèles. L'effet moyen est égal aux effets réels : il y a absence d'interaction.
- Une interaction faible se traduit par des droites faiblement non parallèles. En pratique, la présence d'interaction faible perturbe peu l'additivité des effets moyens.
- Une interaction forte qui, d'un point de vue graphique, se traduit par des droites fortement non parallèles. Les interactions fortes perturbent de manière importante l'additivité des effets moyens.

#### **4.7.3.6. Graphe d'adéquation du modèle**

La construction du graphe d'adéquation du modèle repose sur un nuage de points qui matérialise en abscisse la variation de la réponse mesurée et en ordonnée la variation de la réponse calculée à partir du modèle obtenu. La représentation de la première bissectrice permet de porter visuellement un jugement sur l'alignement des points : plus le nuage est proche de cette première bissectrice, plus le modèle décrit convenablement la variation des résultats d'essais.

#### 4.7.3.7. Diagramme des coefficients

Le diagramme des coefficients est obtenu directement à partir des résultats de l'analyse mathématique des résultats d'essais. Les estimations des coefficients des monômes du premier degré traduisent les effets moyens des facteurs. Les estimations des coefficients des monômes du second degré présent dans le modèle sont représentatives de la nature des interactions.

### 4.8. Etude de l'effet du traitement par CEP par un plan factoriel $2^3$

La construction et l'analyse d'une matrice d'expérience nécessite un logiciel adapté. Le logiciel que nous utilisons est le logiciel Minitab.

#### 4.8.1. Analyse mathématique du modèle

La matrice d'expériences est le tableau qui indique le nombre d'expériences à réaliser avec la façon de faire varier les facteurs et l'ordre dans lequel il faut réaliser les expériences.

Pour  $k$  variables (ou facteurs), la matrice d'expérience comporte  $k$  colonnes et  $2^k$  lignes. On alterne les -1 et le +1 toutes les lignes pour la première colonne, toutes les deux lignes pour la seconde colonne, toutes les quatre lignes pour la troisième, etc.

Plus généralement :

- Toutes les colonnes commencent par -1.
- On alterne les -1 et les +1 toutes les  $2^{j-1}$  lignes pour la  $j^{\text{ème}}$  colonne.

On appelle effet global d'un facteur (sous-entendu : sur la réponse) la variation de la réponse quand le facteur passe du niveau -1 au niveau +1.

La formule générale du nombre ( $N$ ) d'expériences pour un plan factoriel complet est :  $N = 2^k$ , avec  $k$  : le nombre de variables du plan factoriel. Si  $k=3$ ,  $N = 2^k = 2^3 = 8$  expériences.

La matrice d'expérience est donné par le tableau 4-2 :

Tableau 4-2 : matrice d'expérience pour un plan  $2^3$

Essai	X1	X2	X3
1	-1	-1	-1
2	+1	-1	-1
3	-1	+1	-1

4	+1	+1	-1
5	-1	-1	+1
6	+1	-1	+1
7	-1	+1	+1
8	+1	+1	+1

La fonction de réponse correspondante est un polynôme du premier degré par rapport à chacun des facteurs pris indépendamment. Elle se note:

$$y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{23}X_2X_3 + a_{123}X_1X_2X_3$$

Le modèle mathématique associé au plan factoriel étant établi avec les variables centrées et réduites, les coefficients du polynôme ont alors, une signification très simple: moyenne,  $a_0$ ; effets principaux,  $a_i$ ; interactions  $a_{ij}$ , et  $a_{ijk}$ . Chaque estimation d'un coefficient du modèle est égale à la somme algébrique des réponses expérimentales  $y_i$  affectés des signes de la colonne de la matrice X correspondant au facteur  $X_i$  divisé par le nombre d'expériences :

$$a_0 = (y_1+y_2+y_3+y_4+y_5+y_6+y_7+y_8)/8$$

$$a_1 = (-y_1+y_2-y_3+y_4-y_5+y_6-y_7+y_8)/8$$

$$a_2 = (-y_1-y_2+y_3+y_4-y_5-y_6+y_7+y_8)/8$$

$$a_3 = (-y_1-y_2-y_3-y_4+y_5+y_6+y_7+y_8)/8$$

$$a_{12} = (y_1-y_2-y_3+y_4+y_5-y_6-y_7+y_8)/8$$

$$a_{13} = (y_1-y_2+y_3-y_4-y_5+y_6-y_7+y_8)/8$$

$$a_{23} = (y_1+y_2-y_3-y_4-y_5-y_6+y_7+y_8)/8$$

$$a_{123} = (-y_1+y_2+y_3-y_4+y_5-y_6-y_7+y_8)/8$$

Les trois facteurs principaux pouvant influencer le rendement de l'huile sont :

- L'intensité du champ (E)
- Nombre d'impulsion (n)
- Temps de distillation (t)

On utilise deux niveaux par facteur comme il est présenté dans le tableau 4-3 :

Tableau 4-3 : Identification des facteurs

<b>Facteur</b>	<b>Niveau Bas « - »</b>	<b>Niveau Haut « + »</b>
CEP	1kV/cm	2kV/cm
Impulsions	100	200
Temps	30 minutes	120 minutes

Les résultats sont présentés dans le tableau 4-4 :

Tableau 4-4 : matrices des effets

Essai	Moyenne	X1	X2	X3	X12	X13	X23	X123	Réponses : (%)
1	+	-	-	-	+	+	+	-	y <sub>1</sub> =3.046
2	+	+	-	-	-	-	+	+	y <sub>2</sub> =2.094
3	+	-	+	-	-	+	-	+	y <sub>3</sub> =3.075
4	+	+	+	-	+	-	-	-	y <sub>4</sub> =2.322
5	+	-	-	+	+	-	-	+	y <sub>5</sub> =4.3
6	+	+	-	+	-	+	-	-	y <sub>6</sub> =2.617
7	+	-	+	+	-	-	+	-	y <sub>7</sub> =2.893
8	+	+	+	+	+	+	+	+	y <sub>8</sub> =3.082
Effets	a <sub>0</sub> = 2.929	a <sub>1</sub> = -0.4	a <sub>2</sub> = -0.086	a <sub>3</sub> = 0.294	a <sub>12</sub> = 0.259	a <sub>13</sub> = 0.026	a <sub>23</sub> = -0.15	a <sub>123</sub> = 0.209	

Avec :

X1 : facteur « CEP » ; X2 : facteur « Impulsion » ; X3 : facteur « Temps » ; X12 : l'interaction entre l'effet du CEP et d'impulsion ; X13 : l'interaction entre l'effet du CEP et du temps ; X23 : l'interaction entre l'effet de l'impulsion et du temps ; X123 : l'interaction entre l'effet du CEP, d'impulsion et du temps

Le modèle mathématique complet représentant le rendement d'extraction de l'huile essentielle de *Lavender* après traitement par champ électrique pulsé, avec les effets principaux et les interactions, s'écrit :

$$Y = 2.929 - 0.4x_1 - 0.086x_2 + 0.294x_3 + 0.259x_1x_2 + 0.026x_1x_3 - 0.15x_2x_3 + 0.209x_1x_2x_3$$

Puisque Y représente le rendement en huile essentielle de *Lavender*, on cherche à maximiser Y. C'est le champ électrique pulsé (X1) et le nombre d'impulsion (X2) qui ont l'effet le moins significatif alors que la durée de distillation (X3) a un effet significatif parce qu'il s'agit de 02 h de distillation sans s'arrêt par Clevenger. L'analyse mathématique de ces résultats ne semble donc pas être la plus adéquate pour juger de l'influence d'un facteur.

#### 4.8.2. Analyse graphique des résultats

L'analyse graphique permet d'observer les tendances sur les réponses observées. Certains facteurs ou interactions semblent ne pas avoir d'effet sur la réponse d'un point de vu mathématique mais sont jugés influents par une analyse graphique.

Les effets des facteurs CEP (kV/cm), Impulsions et Temps (min) sur le rendement d'extraction de l'huile essentielle de *Lavender* peuvent être représentés de manière graphique par le logiciel Minitab. Les sommets de cube présentes les valeurs du rendement

en fonction des trois paramètres : CEP, Impulsions et Temps comme il est présenté dans la figure 4.2.

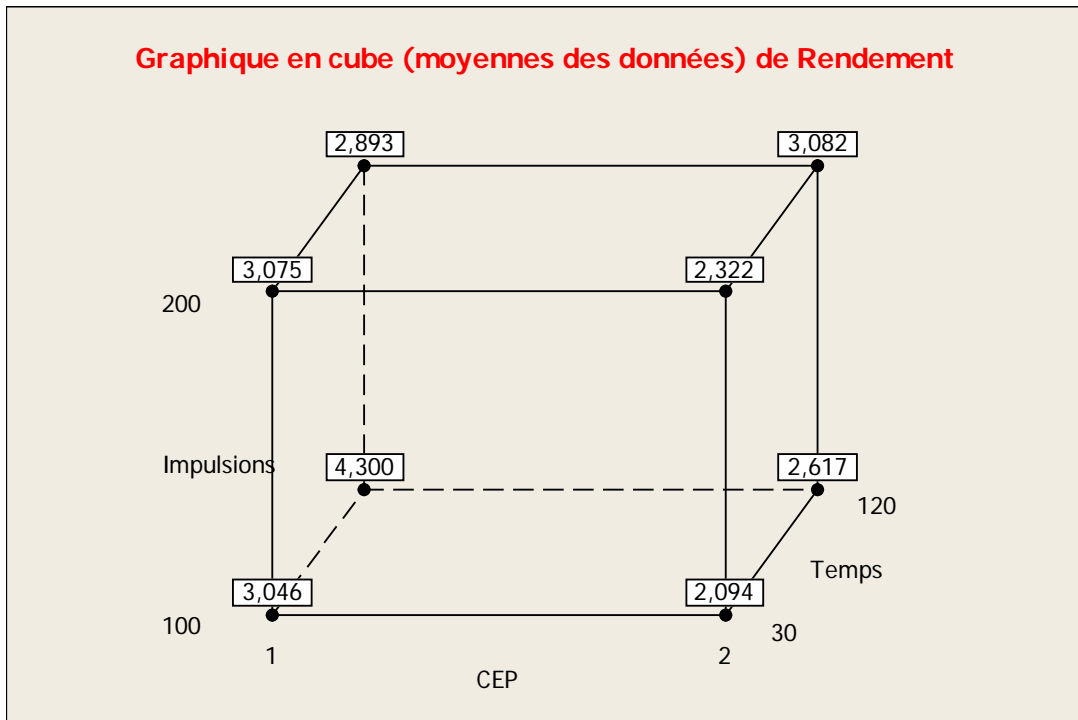


Fig.4.2: Analyse graphique en cube

Comme il est indiqué par le diagramme de Pareto (Figure 4.3), le CEP est le facteur ayant le plus d'influence sur le rendement et Impulsions ont avéré ne pas avoir d'influence sur cette visualisation graphique des effets des facteurs principaux.

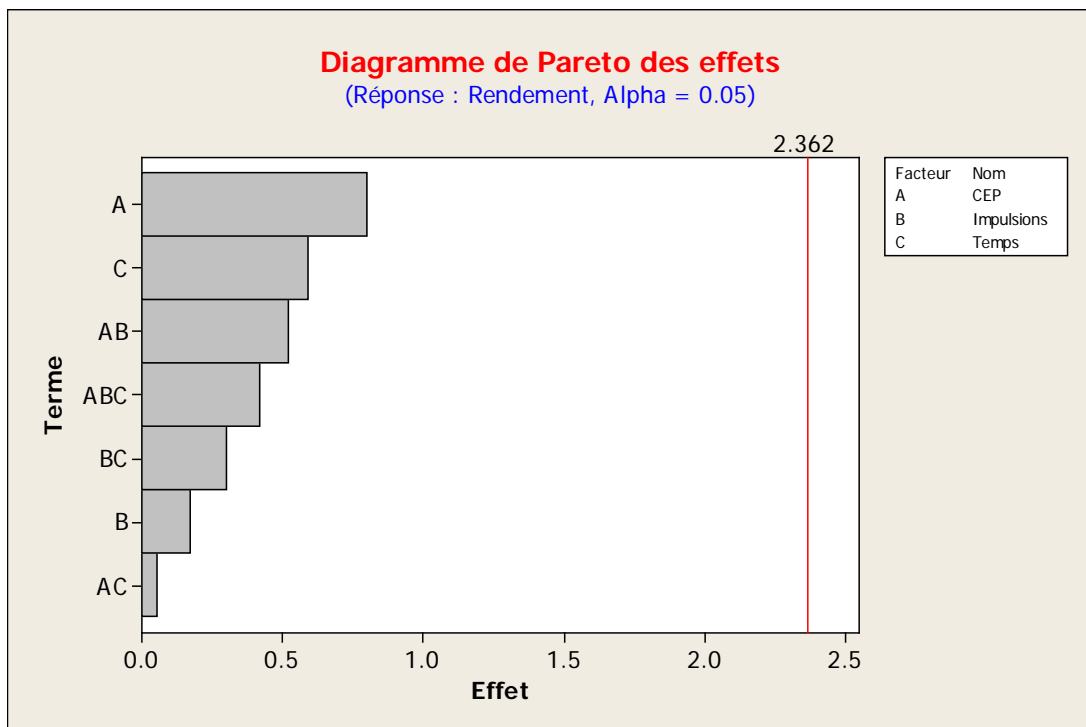


Fig.4.3: Diagramme de Pareto

On relève que les deux paramètres (CEP et Temps) sont deux paramètres significatifs (Figure 4.4).

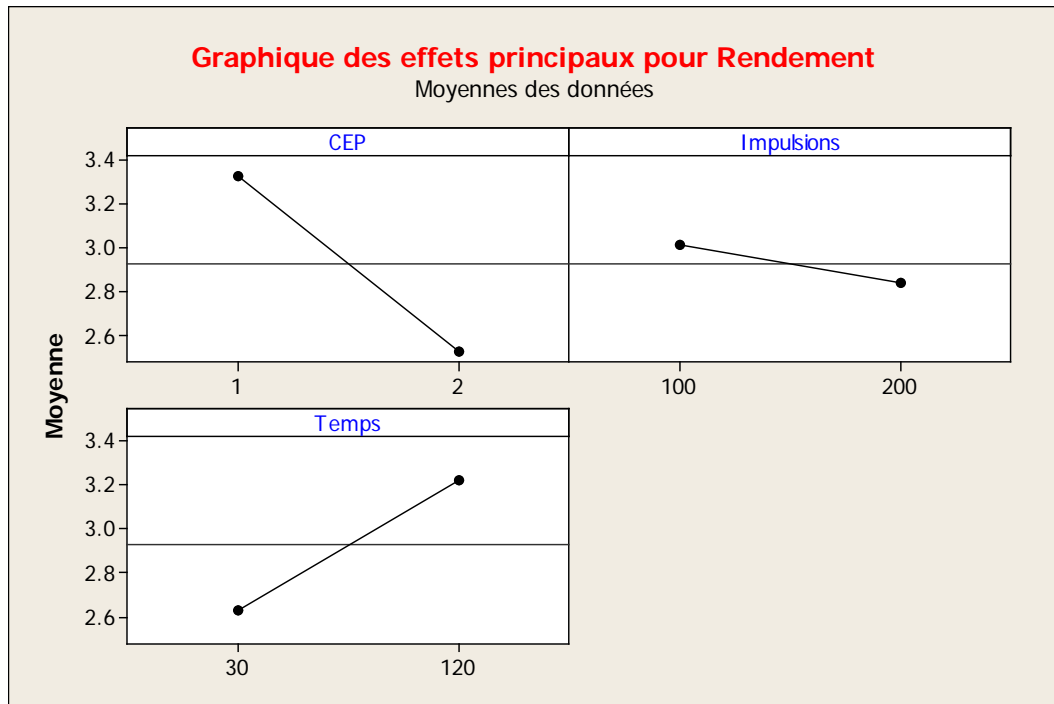


Fig.4.4: Tracé des effets principaux

Puisque nous considérons l'interaction entre deux facteurs comme un nouveau facteur, l'effet moyen des interactions CEP/Impulsions, CEP/ Temps et Impulsions /Temps sont présentés la figure 4.5.

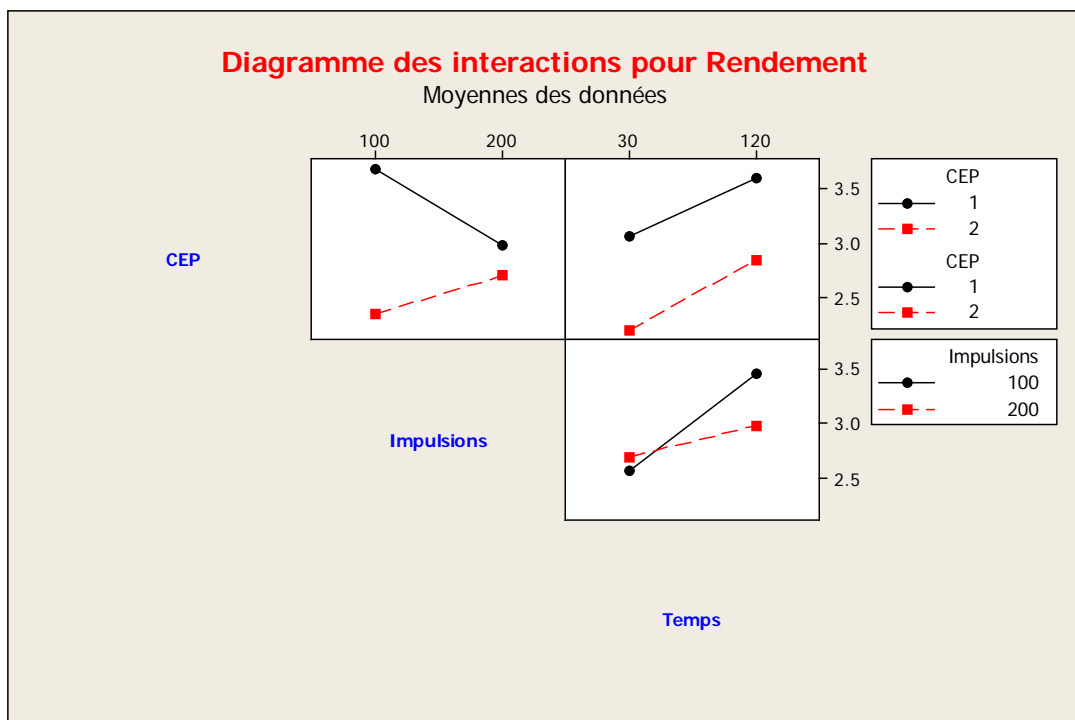


Fig.4.5: Tracé des interactions

Les résultats de l'extraction de l'huile essentielle indiquent que le rendement augmente avec du CEP de 1kV/cm à 100 impulsions. Cette augmentation aura son maximum pour un temps de distillation de 120 min.

Nous avons observé que l'influence du nombre d'impulsion pour des valeurs du CEP de (1kV/cm) n'avait pas un impact positif sur le rendement de l'huile essentielle. Sur la figure 4.6, nous présentons la carte multivariée par CEP et Temps.

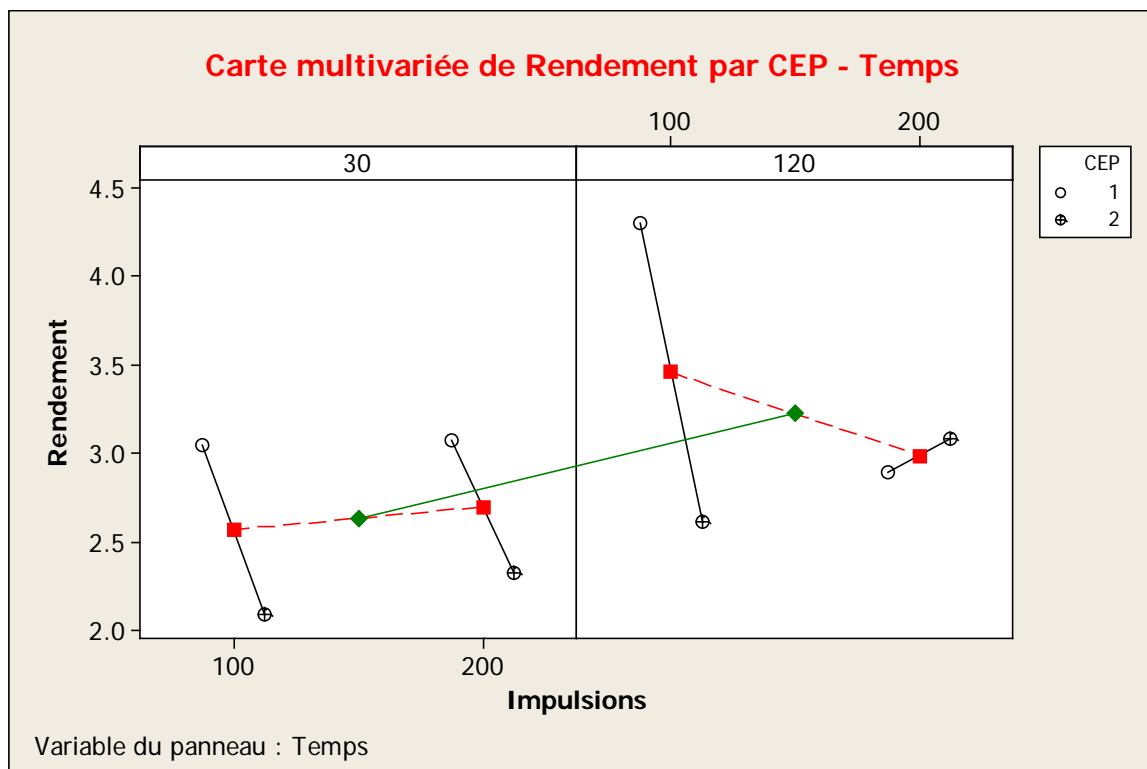


Fig.4.6: Carte multivariée de rendement

#### 4.9. Conclusion

Ce chapitre a traité l'application de la méthode des plans d'expériences dans l'étude de traitement par champ électrique pulsé pour l'intensification du rendement d'extraction de l'huile essentielle. Ce type d'étude vise à estimer l'effet des facteurs, des interactions sur la réponse observée afin d'identifier parmi eux les éléments statistiquement influents.

L'optimisation du procédé d'extraction qui, en principe, est assez complexe peut être simplifiée en choisissant judicieusement les facteurs à étudier. Ce type d'étude est une étape nécessaire dans la modélisation d'une réponse par l'utilisation des plans d'expériences.

**CONCLUSION GENERALE  
ET PERSPECTIVES**



Les résultats obtenus lors de ce travail expérimentale démontrent l'efficacité de l'application traitement par champ électrique pulsé en biotechnologie. Cette approche permet l'extraction des composantes de valeur provenant de différentes sources naturelles.

L'objectif global de cette étude était de développer des traitements par CEP pour remplacer ou compléter les traitements thermiques ou d'autres méthodes conventionnelles pour améliorer les rendements d'extraction des substances naturelles à des fins industrielles.

Les résultats expérimentaux ont confirmé, ~~comme prévu,~~ que l'efficacité du traitement par CEP est principalement influencée par certains paramètres. Un niveau plus élevé de l'intensification de l'extraction peut être atteint en augmentant à la fois l'intensité du champ électrique et le nombre d'impulsions. Cependant, le système atteint un niveau de saturation au-dessus duquel une augmentation supplémentaire de l'intensité du traitement et le nombre d'impulsion ne contribue pas à améliorer le rendement d'extraction de l'huile essentielle. Le niveau de saturation dépend de la structure du tissu végétal et de la durée d'extraction. Il s'agit donc d'une propriété de la matière végétale qui peut être déterminée au moyen d'essais préalables en laboratoire.

Suite aux résultats obtenus et l'analyse expérimentale réalisée, il a été démontré que parmi les variables de processus influençant la perméabilisation cellulaire, l'intensité du champ électrique et le nombre d'impulsions qui sont les plus significatifs.

Lors de notre étude expérimentale, des résultats fructueux ont été obtenus. Le traitement par champ électrique pulsé à 1 kV/cm, 100 impulsions s'est avéré être une méthode de traitement efficace pour l'extraction de l'huile essentielle de *Lavender*, avec une économie d'énergie d'environ 50 %. Le rendement d'extraction après traitement par CEP était de 3,045 % en 30 min de distillation, alors que presque la même quantité (2,953 %) a été obtenue en 60 min de distillation par la méthode conventionnelle. Ce résultat montre que 60 min était le temps de distillation optimal pour extraire le maximum de l'huile après traitement par CEP. Pour le même durée de distillation (60 min), le rendement obtenu par la méthode conventionnelle était inférieur de 35% par rapport à celui obtenu après traitement par CEP.

Les principales conclusions et les principales contributions aux connaissances issues de cette recherche pourraient également être tirées pour poursuivre les travaux :

- Le traitement par champ électrique pulsé peut être considéré comme une technique de perméabilisation non thermique efficace dans l'extraction des huiles essentielles ;

- Les conditions opératoires optimales doivent être déterminées au préalable par des tests de laboratoire.

Enfin, on peut mentionner que les résultats prometteurs obtenus jusqu'à présent ont permis de concevoir un système de traitement par CEP à l'échelle pré-pilote fonctionnant en continu. Cet appareil facilitera la réalisation de travaux ultérieurs orientés vers le développement de procédés nécessaires pour répondre à la question fondamentale de l'utilité de la technique CEP en biotechnologie et dans quelles conditions.

À cet égard, il était nécessaire d'élucider les principaux paramètres CEP qui sont essentiels pour concevoir et optimiser les conditions CEP.

En particulier, il est nécessaire d'étudier différents paramètres du CEP (intensité du champ électrique, nombre d'impulsions, différentes chambres de traitement,..), la température et les durées d'extraction en ce qui concerne leur impact sur la qualité et quantité des huiles obtenues.

Les analyses par plan factoriel donnent une idée générale sur l'influence des paramètres du CEP sur le rendement en HE mais on doit toujours vérifier les conditions opératoires optimales pour chaque procédé de distillation soit à l'échelle de laboratoire ou commerciale et pour chaque plante étudiée.

## Perspectives...

Le traitement par champ électrique pulsé devient un choix optimal avant l'extraction en raison de ses caractéristiques souhaitables telles qu'une période de fonctionnement minimale et une consommation d'énergie efficace. Bien que des recherches approfondies aient été menées à l'échelle du laboratoire, il est nécessaire d'explorer davantage le traitement par CEP à l'échelle industrielle et d'optimiser divers paramètres du pour obtenir une productivité élevée.

## **BIBLIOGRAPHIE**

- Abenoza, M., Benito, M., Saldaña, G., Álvarez, I., Raso, J. & Sánchez-Gimeno, A. (2013). Effects of pulsed electric field on yield extraction and quality of olive oil. *Food and Bioprocess Technology* 6: 1367-1373.
- Akiyama, H., Sakugawa, T., Namihira, T., Takaki, K., Minamitani, Y. & Shimomura, N. (2007). Industrial applications of pulsed power technology. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* 14(5): 1051-1064.
- Alfikri, F. N., Pujiarti, R., Wibisono, M. G. & Hardiyanto, E. B. (2020). Yield, quality, and antioxidant activity of clove (*Syzygium aromaticum* L.) bud oil at the different phenological stages in young and mature trees. *Scientifica* 2020.
- Andrei, F., Ersilia, A., Tulcan, C. & Dragomirescu, A. (2018). Chemical composition and the potential of *Lavandula angustifolia* L. oil as a skin depigmentant. *Records of Natural Products* 12(4): 340.
- Angersbach, A., Heinz, V. & Knorr, D. (2000). Effects of pulsed electric fields on cell membranes in real food systems. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 1(2): 135-149.
- Arévalo, P. (2003). Effect of pulsed electric fields on physical properties of apples and potatoes. Thèse de doctorat. Université de McGill, Quebec, Canada.
- Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M., Ghafoor, K., Norulaini, N. & Omar, A. (2013). Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of food engineering* 117(4): 426-436.
- Bac, J. (2005). Contribution à l'étude et à la réalisation de commutateurs et de générateurs haute tension transitoires. Thèse de doctorat. Université de Pau et des Pays de l'Adour, France.
- Barbosa-Canovas, G., Congora-Nieto, M. & Swanson, B. (2000). Processing fruits and vegetables by pulsed electric field technology. *Minimally processed fruits and vegetables*: 223-235.
- Barbosa-Cánovas, G. V., Pothakamury, U. R., Gongora-Nieto, M. M. & Swanson, B. G. (1999). *Preservation of foods with pulsed electric fields*. Elsevier.
- Bardaweel, S. K., Bakchiche, B., ALSalamat, H. A., Rezzoug, M., Gherib, A. & Flamini, G. (2018). Chemical composition, antioxidant, antimicrobial and Antiproliferative activities of essential oil of *Mentha spicata* L.(Lamiaceae) from Algerian Saharan atlas. *BMC complementary and alternative medicine* 18: 1-7.
- Barros, M., Redondo, L., Rego, D., Serra, C. & Miloudi, K. (2022). Extraction of essential oils from plants by hydrodistillation with pulsed electric fields (PEF) pre-treatment. *Applied Sciences* 12(16): 8107.
- Barskaya, A., Kuretz, B. & Lobanova, G. (2000). Extraction of water soluble matters from vegetative raw material by electrical pulsed discharges. In *Proceedings of the 1st International Congress on Radiation Physics, High Current Electronics, and Modification of Materials, Tomsk, Russia*, 533-535.
- Barsotti, L. & Cheftel, J. (1999). Food processing by pulsed electric fields. II. Biological aspects. *Food Reviews International* 15(2): 181-213.
- Barsotti, L., Dumay, E., Mu, T. H., Diaz, M. D. F. & Cheftel, J. C. (2001). Effects of high voltage electric pulses on protein-based food constituents and structures. *Trends in Food Science & Technology* 12(3-4): 136-144.
- Bentabet, N., Boucherit-Otmani, Z. & Boucherit, K. (2014). Composition chimique et activité antioxydante d'extraits organiques des racines de *Fredolia aretioides* de la région de Béchar en Algérie. *Phytothérapie* 12(6): 364-371.

- Bernhard, R. A. & Maar, A. G. (1960). The oxidation of terpenes. I. Mechanism and reaction products of D-limonene autoxidation. *Journal of Food Science* 25(4): 517-530.
- Beroual, A., Zahn, M., Badent, A., Kist, K., Schwabe, A., Yamashita, H., Yamazawa, K., Danikas, M., Chadband, W. & Torshin, Y. (1998). Propagation and structure of streamers in liquid dielectrics. *IEEE Electrical Insulation Magazine* 14(2): 6-17.
- Biesiada, A., Sokół-Łętowska, A. & Kucharska, A. (2008). The effect of nitrogen fertilization on yielding and antioxidant activity of lavender (*Lavandula angustifolia* Mill.). *Acta Scientiarum Polonorum Hortorum Cultus* 7(2): 33-40.
- Blažeković, B., Vladimir-Knežević, S., Brantner, A. & Štefan, M. B. (2010). Evaluation of antioxidant potential of *Lavandula x intermedia* Emeric ex Loisel. 'Budrovka': A comparative study with *L. angustifolia* Mill. *Molecules* 15(9): 5971-5987.
- Bogdan, M., Bungau, S., Tit, D. M., Copolovici, L., Behl, T., Otrisal, P., Aleya, L., Cioca, G., Berescu, D. & Uivarosan, D. (2020). Variations in the chemical composition of the essential oil of *Lavandula angustifolia* Mill., Moldoveanca 4 Romanian variety. *Rev. Chim* 71: 307-315.
- Boukhatem, M. N., Amine, F. M., Kameli, A., Saidi, F., Walid, K. & Mohamed, S. B. (2014). Quality assessment of the essential oil from *Eucalyptus globulus* Labill of Blida (Algeria) origin. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy* 17(3): 303-315.
- Bouras, M. (2015). Etude comparative et optimisation de prétraitements des écorces de bois pour l'extraction des composés phénoliques. Thèse de doctorat. Université de Compiègne, France.
- Bousbia, N. (2011). Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de co-produits agroalimentaires. Thèse de doctorat. Université d'Avignon, France.
- Boussetta, N., Lanoisellé, J.-L., Bedel-Cloutour, C. & Vorobiev, E. (2009). Extraction of soluble matter from grape pomace by high voltage electrical discharges for polyphenol recovery: Effect of sulphur dioxide and thermal treatments. *Journal of Food Engineering* 95(1): 192-198.
- Bowles, E. J. (2020). *The chemistry of aromatherapeutic oils*. Routledge, Taylor and Francis.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.-E. & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology* 28(1): 25-30.
- Braun, M. & Franz, G. (1999). Quality criteria of bitter fennel oil in the German pharmacopoeia. *Pharmaceutical and pharmacological letters* 9: 48-51.
- Caprari, C., Fantasma, F., Divino, F., Bucci, A., Iorizzi, M., Naclerio, G., Ranalli, G. & Saviano, G. (2021). Chemical Profile, In Vitro Biological Activity and Comparison of Essential Oils from Fresh and Dried Flowers of *Lavandula angustifolia* L. *Molecules* 26(17): 5317.
- Carpentieri, S., Augimeri, G., Ceramella, J., Vivacqua, A., Sinicropi, M. S., Pataro, G., Bonofiglio, D. & Ferrari, G. (2022). Antioxidant and Anti-Inflammatory Effects of Extracts from Pulsed Electric Field-Treated Artichoke By-Products in Lipopolysaccharide-Stimulated Human THP-1 Macrophages. *Foods* 11(15): 2250.
- Castro, A. J., Barbosa-Cánovas, G. V. & Swanson, B. G. (1993). Microbial inactivation of foods by pulsed electric fields. *Journal of Food Processing and Preservation* 17(1): 47-73.
- Cavanagh, H. & Wilkinson, J. (2002). Biological activities of lavender essential oil. *Phytotherapy research* 16(4): 301-308.

- Chemat, S., Lagha, A., AitAmar, H., Bartels, P. V. & Chemat, F. (2004). Comparison of conventional and ultrasound-assisted extraction of carvone and limonene from caraway seeds. *Flavour and Fragrance Journal* 19(3): 188-195.
- Choe, E. & Min, D. B. (2006). Mechanisms and factors for edible oil oxidation. *Comprehensive reviews in food science and food safety* 5(4): 169-186.
- Ciobanu, A., Mallard, I., Landy, D., Brabie, G., Nistor, D. & Fourmentin, S. (2012). Inclusion interactions of cyclodextrins and crosslinked cyclodextrin polymers with linalool and camphor in *Lavandula angustifolia* essential oil. *Carbohydrate polymers* 87(3): 1963-1970.
- Cunniff, P. & Washington, D. (1997). Official methods of analysis of aoac international. *J. AOAC Int* 80(6): 127A.
- Da Porto, C., Decorti, D. & Kikic, I. (2009). Flavour compounds of *Lavandula angustifolia* L. to use in food manufacturing: Comparison of three different extraction methods. *Food Chemistry* 112(4): 1072-1078.
- Davies, L., Kemp, M. & Fryer, P. (1999). The geometry of shadows: effects of inhomogeneities in electrical field processing. *Journal of food engineering* 40(4): 245-258.
- Dewi, I., Prastyo, A., Wijana, S. & Ihwah, A. (2019). Characterization of essential oil from baby java orange (*Citrus sinensis*) solid waste. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, Vol. 230, 012087: IOP Publishing.
- Dieckmann, R. H. & Palamand, S. R. (1974). Autoxidation of some constituents of hops. I. Monoterpene hydrocarbon, myrcene. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 22(3): 498-503.
- El-Belghiti, K., Moubarik, A. & Vorobiev, E. (2008). Aqueous extraction of solutes from fennel (*Foeniculum vulgare*) assisted by pulsed electric field. *Journal of Food Process Engineering* 31(4): 548-563.
- El Amari, S. (2011). Développement et caractérisation de générateur optoélectronique d'impulsions de champ électrique nanoseconde et subnanoseconde de forte intensité: application au domaine biomédical. Thèse de doctorat. Université de Limoges, France.
- Elgenedy, M. A. (2018). High-voltage pulse generators incorporating modular multilevel converter sub-modules. Thèse de doctorat, Université de Strathclyde, Glasgow, Écosse.
- Elharas, K., Daagare, A., Mesifioui, A. & Ouhssine, M. (2013). Activité antibactérienne de l'huile essentielle des inflorescences de *Laurus Nobilis* et *Lavandula Angustifolia*. *Afrique Science: Revue Internationale des Sciences et Technologie* 9(2): 134-141.
- Eshtiaghi, M. & Knorr, D. (2002). High electric field pulse pretreatment: potential for sugar beet processing. *Journal of food engineering* 52(3): 265-272.
- Faucher, J. (2006). Les plans d'expériences pour le réglage de commandes à base de logique floue. Thèse de doctorat. Institut national polytechnique de Toulouse, France.
- Fauster, T., Schlossnikl, D., Rath, F., Ostermeier, R., Teufel, F., Toepfl, S. & Jaeger, H. (2018). Impact of pulsed electric field (PEF) pretreatment on process performance of industrial French fries production. *Journal of Food Engineering* 235: 16-22.
- Fernandez, X. & Cabrol-Bass, D. (2007). Analyse des arômes. *Techniques de l'ingénieur* P3233 v1.
- Fincan, M. & Dejmek, P. (2002). In situ visualization of the effect of a pulsed electric field on plant tissue. *Journal of food engineering* 55(3): 223-230.
- Flaumenbaum, B. (1949). Electrical treatment of fruits and vegetables before juice extraction. *Trudy OTIKP* 3: 15-20.

- Ganzler, K., Salgó, A. & Valkó, K. (1986). Microwave extraction: A novel sample preparation method for chromatography. *Journal of chromatography A* 371: 299-306.
- Gopalakrishnan, N. (1994). Studies on the storage quality of carbon dioxide-extracted cardamom and clove bud oils. *Journal of agricultural and food chemistry* 42(3): 796-798.
- Grenier, J. (2006). Design of a MOSFET-based pulsed power supply for electroporation. Thèse de doctorat. Université de Waterloo, Canada.
- Grenier, J. R., Jayaram, S. H., Kazerani, M., Wang, H. & Griffiths, M. W. (2008). MOSFET-based pulse power supply for bacterial transformation. *IEEE Transactions on Industry Applications* 44(1): 25-31.
- Grimi, N. (2009). Vers l'intensification du pressage industriel des agroressources par champs électriques pulsés: étude multi-échelles. Thèse de doctorat. Université de Compiègne, France.
- Guderjan, M., Töpfl, S., Angersbach, A. & Knorr, D. (2005). Impact of pulsed electric field treatment on the recovery and quality of plant oils. *Journal of Food Engineering* 67(3): 281-287.
- Hadri, A. M., Benmimoun, Y., Miloudi, K., Bouhadda, Y., Elsayed, S. T. & Hamimed, A. (2023). Effect of pulsed electric field treatment on the extraction of essential oil from lavender (*lavandula angustifolia* mill.). *INT. J. BIOL. BIOTECH* 20(1): 37-46.
- Halden, K., De Alwis, A. & Fryer, P. (1990). Changes in the electrical conductivity of foods during ohmic heating. *International Journal of Food Science & Technology* 25(1): 9-25.
- Hartmann, W., Romheld, M. & Donner, A. (2006). A 100 kJ Pulse unit for electromagnetic forming of large area sheet metals. In *Conference Record of the 2006 Twenty-Seventh International Power Modulator Symposium*, 577-581: IEEE.
- Herzi, N. (2013). Extraction et purification de substances naturelles: comparaison de l'extraction au CO<sub>2</sub>-supercritique et des techniques conventionnelles. Thèse de doctorat. Université de Toulouse, France.
- Hohmann, C. (2011). *Techniques de productivité: Comment gagner des points de performance-pour les managers et les encadrants*. Editions Eyrolles.
- Jaeger, H., Balasa, A. & Knorr, D. (2008). Food industry applications for pulsed electric fields. *Electrotechnologies for extraction from food plants and biomaterials*: 181-216.
- Jayaram, S., Castle, G. & Margaritis, A. (1992). Kinetics of sterilization of *Lactobacillus brevis* cells by the application of high voltage pulses. *Biotechnology and bioengineering* 40(11): 1412-1420.
- Jemai, A. (1997). Contribution à l'étude de l'effet d'un traitement électrique sur les Cossettes de Betterave à Sucre [Contribution to the study of the effect of an electrical pretreatment on sugar beet cossette: incidence on the sugar extraction process]. Thèse de doctorat. Université de Compiègne, France.
- Jianu, C., Pop, G., Gruia, A. T. & Horhat, F. G. (2013). Chemical composition and antimicrobial activity of essential oils of lavender (*Lavandula angustifolia*) and lavandin (*Lavandula x intermedia*) grown in Western Romania. *Int. J. Agric. Biol* 15(4): 772-776.
- Khawaja, O., Sesso, H. D., Chen, J., Yamasaki, H., Hassan, S. A., Gaziano, J. M. & Djoussé, L. (2020). Consumption of fried foods and risk of atrial fibrillation in the Physicians' Health Study. *European journal of nutrition* 59: 935-940.
- Khodier, S. A. (2002). Refractive index of standard oils as a function of wavelength and temperature. *Optics & Laser Technology* 34(2): 125-128.

- Kim, J. & Pyun, Y. (1995). Extraction of soy milk using ohmic heating. In *9th Congress of Food Science Technology*.
- Kim, N.-S. & Lee, D.-S. (2002). Comparison of different extraction methods for the analysis of fragrances from *Lavandula* species by gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Chromatography a* 982(1): 31-47.
- Kiran Babu, G. D., Sharma, A. & Singh, B. (2016). Volatile composition of *Lavandula angustifolia* produced by different extraction techniques. *Journal of essential oil research* 28(6): 489-500.
- Kohler, S. (2013). Contribution au développement et à la dosimétrie multi-échelles de dispositifs pour l'exposition de cellules biologiques à des impulsions électriques nanosecondes et subnanosecondes de haute intensité. Thèse de doctorat. Université de Limoges, France.
- Kotnik, T., Kramar, P., Pucihar, G., Miklavcic, D. & Tarek, M. (2012). Cell membrane electroporation-Part 1: The phenomenon. *IEEE Electrical Insulation Magazine* 28(5): 14-23.
- Krivosudský, O., Dráber, P. & Cifra, M. (2017). Resolving controversy of unusually high refractive index of a tubulin. *Europhysics Letters* 117(3): 38003.
- Li, D., Zhao, H., Muhammad, A. I., Song, L., Guo, M. & Liu, D. (2020). The comparison of ultrasound-assisted thawing, air thawing and water immersion thawing on the quality of slow/fast freezing bighead carp (*Aristichthys nobilis*) filets. *Food chemistry* 320: 126614.
- Li, Y., Fabiano-Tixier, A.-S., Chemat, F., Li, Y., Fabiano-Tixier, A.-S. & Chemat, F. (2014). Essential oils: From conventional to green extraction. *Essential oils as reagents in Green Chemistry*: 9-20.
- Lima, M. & Sastry, S. K. (1999). The effects of ohmic heating frequency on hot-air drying rate and juice yield. *Journal of food engineering* 41(2): 115-119.
- Liu, X., YOUSEF, A. E. & CHISM, G. W. (1997). Inactivation of *Escherichia coli* O157:H7 by the combination of organic acids and pulsed electric field. *Journal of food safety* 16(4): 287-299.
- Lubbe, A. & Verpoorte, R. (2011). Cultivation of medicinal and aromatic plants for specialty industrial materials. *Industrial crops and products* 34(1): 785-801.
- Lubicki, P. & Jayaram, S. (1997). High voltage pulse application for the destruction of the Gram-negative bacterium *Yersinia enterocolitica*. *Bioelectrochemistry and bioenergetics* 43(1): 135-141.
- Lucchesi, M.-E. (2005). Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de doctorat. Université de la Réunion, France.
- Mansson, C. (1999). Pulsed Power Technology and Applications-Scandinavia. *EPRI, Palo Alto, CA*.
- Martín-Belloso, O., Vega-Mercado, H., Qin, B., Chang, F., Barbosa-Cánovas, G. & Swanson, B. (1997). Inactivation of *Escherichia coli* suspended in liquid egg using pulsed electric fields. *Journal of Food Processing and Preservation* 21(3): 193-208.
- Miloudi, K. (2018). Contribution à l'étude de l'extraction des huiles essentielles par champ électrique pulsé haute tension. Thèse de doctorat. Université de Sidi Bel Abbès, Algérie.
- Miloudi, K., Hamimed, A., Benmimoun, Y., Bellebna, Y., Taibi, A. & Tilmatine, A. (2018). Intensification of essential oil extraction of the *Marrubium vulgare* using pulsed electric field. *Journal of Essential Oil Bearing Plants* 21(3): 811-824.



- Misharina, T. & Polshkov, A. (2005). Antioxidant properties of essential oils: autoxidation of essential oils from laurel and fennel and of their mixtures with essential oil from coriander. *Applied Biochemistry and Microbiology* 41: 610-618.
- Misharina, T., Polshkov, A., Ruchkina, E. & Medvedeva, I. (2003). Changes in the composition of the essential oil of marjoram during storage. *Applied Biochemistry and Microbiology* 39: 311-316.
- Morren, J., Roodenburg, B. & de Haan, S. W. (2003). Electrochemical reactions and electrode corrosion in pulsed electric field (PEF) treatment chambers. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 4(3): 285-295.
- Naliyadhara, N., Kumar, A., Girisa, S., Daimary, U. D., Hegde, M. & Kunnumakkara, A. B. (2022). Pulsed electric field (PEF): Avant-garde extraction escalation technology in food industry. *Trends in Food Science & Technology*.
- Neumann, E., Sprafke, A., Boldt, E. & Wolf, H. (1992). Biophysical considerations of membrane electroporation. *Guide to electroporation and electrofusion*: 77-90.
- Nogaret, A.-S. (2011). *La phytothérapie: Se soigner par les plantes*. Editions Eyrolles, France.
- Oroian, C., Odagiu, A., Racz, C. P., Oroian, I., MureşAn, I. C., Marcel, D., Marioara, I., BraşOvean, I., Iederan, C. & MarchiŞ, Z. (2019). Composition of *Lavandula angustifolia* L. cultivated in Transylvania, Romania. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca* 47(3): 643-650.
- Parejo, I., Viladomat, F., Bastida, J., Rosas-Romero, A., Saavedra, G., Murcia, M. A., Jiménez, A. M. & Codina, C. (2003). Investigation of Bolivian plant extracts for their radical scavenging activity and antioxidant activity. *Life sciences* 73(13): 1667-1681.
- Perez, O. E. & Pilosof, A. M. (2004). Pulsed electric fields effects on the molecular structure and gelation of  $\beta$ -lactoglobulin concentrate and egg white. *Food Research International* 37(1): 102-110.
- Pokajewicz, K., Białoń, M., Svydenko, L., Hudz, N., Balwierz, R., Marciniak, D. & Wieczorek, P. P. (2022). Comparative Evaluation of the Essential Oil of the New Ukrainian *Lavandula angustifolia* and *Lavandula x intermedia* Cultivars Grown on the Same Plots. *Molecules* 27(7): 2152.
- Pourzaki, A. & Mirzaee, H. (2009). New high voltage pulse generators. *Recent Patents on Electrical & Electronic Engineering (Formerly Recent Patents on Electrical Engineering)* 2(1): 65-76.
- Pujiarti, R., Ohtani, Y. & Ichiura, H. (2011). Physicochemical properties and chemical compositions of *Melaleuca leucadendron* leaf oils taken from the plantations in Java, Indonesia. *Journal of Wood Science* 57: 446-451.
- Rabier, F. (2007). Modélisation par la méthode des plans d'expériences du comportement dynamique d'un module IGBT utilisé en traction ferroviaire. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, France.
- Rao, B. R., Rajput, D. & Patel, R. (2011). Storage of essential oils: influence of presence of water for short periods on the composition of major constituents of the essential oils of four economically important aromatic crops. *Journal of Essential Oil Bearing Plants* 14(6): 673-678.
- Rogov, I. & Gorbатов, A. (1974). Physical methods of food treatment. *Pischevaya promyshlennost, Moscow (in Russian)*.
- Sarkar, A., Pandey, J., Singh, A., Tiwari, L. & Kumar, A. (2015). A novel method of using refractive index as a tool for finding the quality of aqueous enzymatic extracted algae oil. *Adv. Appl. Sci. Res* 6: 50-60.

- Schmidt-Haensch (2023). . Polarimeter / Refractometer. Analysing essential oil composition and purity. <https://schmidt-haensch.com>. [ consulté le 05/03/2023].
- Schoenbach, K. H., Katsuki, S., Stark, R. H., Buescher, E. S. & Beebe, S. J. (2002). Bioelectrics-new applications for pulsed power technology. *IEEE Transactions on Plasma science* 30(1): 293-300.
- Shorstkii, I., Sosnin, M., Smetana, S., Toepfl, S., Parniakov, O. & Wiktor, A. (2022). Correlation of the cell disintegration index with Luikov's heat and mass transfer parameters for drying of pulsed electric field (PEF) pretreated plant materials. *Journal of Food Engineering* 316: 110822.
- Shynkaryk, M. (2007). Influence de la perméabilisation membranaire par champ électrique sur la performance de séchage des végétaux. Thèse de doctorat. Université de Compiègne, France.
- Slimani, C., Sqalli, H., Chaimae, R., Farah, A., Lazraq, A., El Ghadraoui, L., Belmalha, S. & Echchgadda, G. (2022). Chemical composition and evaluation of biological effects of essential oil and aqueous extract of *Lavandula angustifolia* L. *Notulae Scientia Biologicae* 14(1): 11172-11172.
- Smigielski, K., Raj, A., Krosowiak, K. & Gruska, R. (2009). Chemical composition of the essential oil of *Lavandula angustifolia* cultivated in Poland. *Journal of Essential Oil Bearing Plants* 12(3): 338-347.
- Spiridon, I., Colceru, S., Anghel, N., Teaca, C. A., Bodirlau, R. & Armatu, A. (2011). Antioxidant capacity and total phenolic contents of oregano (*Origanum vulgare*), lavender (*Lavandula angustifolia*) and lemon balm (*Melissa officinalis*) from Romania. *Natural product research* 25(17): 1657-1661.
- Sugiarto, A. T. & Sato, M. (2001). Pulsed plasma processing of organic compounds in aqueous solution. *Thin solid films* 386(2): 295-299.
- Sunmathi, D., Sivakumar, R. & Ravikumar, K. (2016). In vitro Anti-inflammatory and antiarthritic activity of ethanolic leaf extract of *Alternanthera sessilis* (L.) R. BR. ex DC and *Alternanthera philoxeroides* (Mart.) Griseb. *Int. J. Adv. Pharm. Biol. Chem* 5(2): 109-115.
- Tardugno, R., Serio, A., Pellati, F., D'Amato, S., Chaves López, C., Bellardi, M. G., Di Vito, M., Savini, V., Paparella, A. & Benvenuti, S. (2019). *Lavandula x intermedia* and *Lavandula angustifolia* essential oils: phytochemical composition and antimicrobial activity against foodborne pathogens. *Natural product research* 33(22): 3330-3335.
- Tintchev, F., Dobreva, A., Schulz, H. & Toepfl, S. (2012). Effect of pulsed electric fields on yield and chemical composition of rose oil (*Rosa damascena* Mill.). *Journal of Essential Oil Bearing Plants* 15(6): 876-884.
- Toepfl, S., Heinz, V. & Knorr, D. (2006). Applications of pulsed electric fields technology for the food industry. *Pulsed electric fields technology for the food industry: fundamentals and applications*: 197-221.
- Turek, C. & Stintzing, F. C. (2013). Stability of essential oils: a review. *Comprehensive reviews in food science and food safety* 12(1): 40-53.
- Vega-Mercado, H., Pothakamury, U. R., Chang, F.-J., Barbosa-Cánovas, G. V. & Swanson, B. G. (1996). Inactivation of *Escherichia coli* by combining pH, ionic strength and pulsed electric fields hurdles. *Food Research International* 29(2): 117-121.
- Verma, R. S., Rahman, L. U., Chanotiya, C. S., Verma, R. K., Chauhan, A., Yadav, A., Singh, A. & Yadav, A. K. (2010). Essential oil composition of *Lavandula angustifolia* Mill. cultivated in the mid hills of Uttarakhand, India. *Journal of the serbian chemical society* 75(3): 343-348.

- Vorobiev, E., Jemai, A. B., Bouzrara, H., Lebovka, N. & Bazhal, M. (2004). Pulsed electric field-assisted extraction of juice from food plants. In *Novel food processing technologies*, 127-152: CRC Press.
- Vorobiev, E. & Lebovka, N. (2010). Enhanced extraction from solid foods and biosuspensions by pulsed electrical energy. *Food Engineering Reviews* 2: 95-108.
- Vorobiev, E. & Lebovka, N. (2011). *Pulse electric field-assisted extraction*. CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton, Florida, USA.
- Wadhwa, C. (2006). *High voltage engineering*. New Age International.
- Wang, W.-C. (1995). *Ohmic heating of foods: physical properties and applications*. The Ohio State University.
- Weaver, J. C. & Chizmadzhev, Y. A. (1996). Theory of electroporation: a review. *Bioelectrochemistry and bioenergetics* 41(2): 135-160.
- Wesołowska, A., Jadczyk, P., Kulpa, D. & Przewodowski, W. (2019). Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) analysis of essential oils from AgNPs and AuNPs elicited *Lavandula angustifolia* in vitro cultures. *Molecules* 24(3): 606.
- Wognin, E. L., TONZIBO, Z. F., TOURE, K. A. & N'GUESSAN, Y. T. (2010). 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 2 4. *Rev. Ivoir. Sci. Technol* 15.
- Wouters, P. C., Dutreux, N., Smelt, J. P. & Lelieveld, H. L. (1999). Effects of pulsed electric fields on inactivation kinetics of *Listeria innocua*. *Applied and Environmental Microbiology* 65(12): 5364-5371.
- Xiang, B. (2009). Effects of pulsed electric fields on structural modification and rheological properties for selected food proteins. Thèse de doctorat. Université de McGill, Québec, Canada.
- Yajun, Z., Changmei, X., Susu, Z., Guangming, Y., Ling, Z. & Shujie, W. (2017). Effects of high intensity pulsed electric fields on yield and chemical composition of rose essential oil. *International Journal of Agricultural and Biological Engineering* 10(3): 295-301.
- Zagorulko, A. (1957). Influence of thermoplasmolysis and selective electroplasmolysis on the cell structure and beet tissue permeability. *Saharnaya promyshlennost* 11: 67-70.
- Zhang, C., Lyu, X., Arshad, R. N., Aadil, R. M., Tong, Y., Zhao, W. & Yang, R. (2022). Pulsed electric field as a promising technology for solid foods processing: A review. *Food Chemistry*: 134367.
- Zhang, G., Monsalve-González, A., Qin, B. I., Barbosa-Cánovas, G. v. & Swanson, B. G. (1994). Inactivation of *Saccharomyces cerevisiae* in apple juice by square-wave and exponential-decay pulsed electric fields. *Journal of Food Process Engineering* 17(4): 469-478.
- Zimmermann, U. (1986). Electrical breakdown, electropermeabilization and electrofusion. *Reviews of Physiology, Biochemistry and Pharmacology* 105: 176-256.
- Zimmermann, U. (2005). Electrical breakdown, electropermeabilization and electrofusion. *Reviews of Physiology, Biochemistry and Pharmacology, Volume 105*: 175-256.
- Zimmermann, U., Pilwat, G. & Riemann, F. (1974). Dielectric breakdown of cell membranes. *Biophysical journal* 14(11): 881-899.
- Zuckerman, H., Krasik, Y. E. & Felsteiner, J. (2002). Inactivation of microorganisms using pulsed high-current underwater discharges. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 3(4): 329-336.

## Résumé :

Le traitement par CEP revêt une grande importance dans les domaines de la biotechnologie, de la médecine, ainsi que comme technique d'extraction solide-liquide à partir de la matière végétale. Dans ce contexte, l'objectif de cette thèse est d'étudier l'impact du traitement par CEP sur l'intensification du rendement de l'huile essentielle des plantes aromatiques, en particulier la lavande, largement utilisée par l'industrie pharmaceutique. Des valeurs optimales ont été constatées, notamment une intensité de champ pulsé de 1 kV/cm, 100 impulsions, et une durée de distillation de 60 minutes. Après le traitement par CEP, le rendement d'extraction atteignait 3,045 % en seulement 30 mn de distillation, alors qu'une quantité pratiquement identique de 2,953 % était obtenue en 60 mn de distillation par la méthode conventionnelle, tout en maintenant la même qualité de l'huile. En raison de la composition variable de l'huile essentielle, il est possible de considérer que la lavande peut présenter des propriétés antioxydantes et anti-inflammatoires importantes. Les résultats obtenus sont prometteurs et ouvrent de nouvelles perspectives dans le domaine du traitement par CEP pour intensifier le rendement en huile essentielle tout en économisant l'énergie électrique.

**Mots clés :** Traitement, champ électrique pulsé, extraction, huile essentielle, lavande,

**ملخص:**

تتمتع المعالجة بواسطة المجال الكهربائي النبضي بأهمية كبيرة في مجالات التكنولوجيا الحيوية والطب وكتقنية لاستخلاص المواد الصلبة والسائلة من المواد النباتية. وفي هذا السياق، فإن الهدف من هذه الأطروحة هو دراسة تأثير المعالجة بواسطة المجال الكهربائي النبضي على تعزيز إنتاجية الزيوت الأساسية من النباتات العطرية، وخاصة الخزامى، والذي يستخدم على نطاق واسع في صناعة المواد الصيدلانية. وقد لوحظت القيم المثلى، بما في ذلك شدة المجال النبضي البالغة 1 كيلو فولت/سم، و100 نبضة، ومدة التقطير 60 دقيقة. بعد المعالجة بواسطة المجال الكهربائي النبضي، لقد وصل إنتاج الاستخلاص إلى 3.045% في 30 دقيقة فقط من التقطير، في حين تم الحصول على كمية مماثلة تقريباً تبلغ 2.953% في 60 دقيقة من التقطير باستخدام الطريقة التقليدية، مع الحفاظ على نفس جودة الزيت. نظراً للتركيب المتغيرة للزيوت الأساسية، فمن الممكن اعتبار أن الخزامى قد يظهر خصائص مضادة للأكسدة ومضادة للالتهابات. النتائج التي تم الحصول عليها واعدة وتفتح آفاقاً جديدة في مجال المعالجة بواسطة المجال الكهربائي النبضي لتكثيف إنتاج الزيت الأساسي مع توفير الطاقة الكهربائية.

**الكلمات المفتاحية :** المعالجة، المجال الكهربائي النبضي، الاستخلاص، زيت أساسي، الخزامى

## Abstract:

PEF (Pulsed Electric Field) treatment holds significant importance in the fields of biotechnology, medicine, and as a solid-liquid extraction technique from plant material. In this context, the objective of this thesis is to study the impact of PEF treatment on enhancing the yield of essential oil from aromatic plants, especially lavender, which is widely used by the pharmaceutical industry. Optimal values have been observed, including a pulsed field intensity of 1 kV/cm, 100 pulses, and a distillation duration of 60 minutes. After PEF treatment, the extraction yield reached 3.045% in just 30 minutes of distillation, while a nearly identical quantity of 2.953% was obtained in 60 minutes of distillation using the conventional method, while maintaining the same oil quality. Due to the variable composition of the essential oil, it is possible to consider that lavender may exhibit significant antioxidant and anti-inflammatory properties. The results obtained are promising and open up new perspectives in the field of PEF treatment to intensify essential oil yield while saving electrical energy.

**Key words:** Processing, pulsed electric field, extraction, essential oil, lavender,