

UNIVERSITE D'ANTANANARIVO
ECOLE SUPERIEURE DES SCIENCES AGRONOMIQUES
DEPARTEMENT INDUSTRIES AGRICOLES ET ALIMENTAIRES



PaRRur
Parténariat et Recherche dans le secteur RUr



**Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme
d'ingénieur agronome, option Industries Agricoles et Alimentaires**

Huile essentielle de feuilles de giroflier :

**ETUDES DES FACTEURS DE VARIATION DU RENDEMENT ET DE
LA COMPOSITION CHIMIQUE AU NIVEAU DES DISTILLERIES
ARTISANALES**

[Cas de la Commune rurale d'Ambatoharanana,
District de Fenerive-Est, Région Analanjirofo]



Présenté par :

Rindra Rakotoasitera SANDRATRINIAINA

Promotion AVANA (2007-2012)

Soutenu le 31 Janvier 2014

UNIVERSITE D'ANTANANARIVO
ECOLE SUPERIEURE DES SCIENCES AGRONOMIQUES
DEPARTEMENT INDUSTRIES AGRICOLES ET ALIMENTAIRES



PaRRur
PARTÉNAIRIAT et Recherche dans le secteur RURAl



**Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme
d'ingénieur agronome, option Industries Agricoles et Alimentaires**

Huile essentielle de feuilles de giroflier :

**ETUDES DES FACTEURS DE VARIATION DU RENDEMENT ET DE LA
COMPOSITION CHIMIQUE AU NIVEAU DES DISTILLERIES
ARTISANALES**

[Cas de la Commune rurale d'Ambatoharanana,
District de Fenerive-Est, Région Analanjirofo]



Présenté par :

Rindra Rakotoasitera SANDRATRINIAINA

Promotion AVANA (2007-2012)

Membres du jury:

Présidente :	Professeur Béatrice RAONIZAFINIMANANA
Examineurs :	Monsieur Christophe ANDREAS Professeur Jean RASOARAHONA Docteur Fanjaniaina FAWBUSH
Encadreur :	Docteur Pascal DANTHU Professeur Panja RAMANOELINA

Soutenu le 31 Janvier 2014

Le Seigneur est mon rocher, mon salut

Psaumes 62, 3

Je dédie ce travail :

A mes parents, pour l'éducation qu'ils m'ont donnée

A Mamafara Elisabeth

A mes sœurs

A tous ceux qui m'ont toujours épaulé

Qu'ils trouvent en ce mémoire, l'expression de toute ma reconnaissance.

REMERCIEMENTS

Ce mémoire n'aurait jamais vu le jour sans la présence effective du Dieu Tout Puissant. Nous lui rendons honneurs pour son amour, sa grâce et sa bénédiction

Il nous est primordial de trouver l'occasion d'exprimer nos sincères gratitude à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire. Ainsi, nous voudrions témoigner nos vifs remerciements aux personnalités suivantes:

- Le Professeur Béatrice RAONIZAFINIMANANA, Enseignant chercheur à l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Chef du Département Industries Agricoles et Alimentaires, qui nous fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.
- Le Docteur Pascal DANTHU, Directeur régional du CIRAD à Madagascar, qui nous a fournis des conseils et des directives inestimables dans la réalisation de la présente étude.
- Monsieur Christophe ANDREAS, Directeur exécutif du Centre Technique Horticole de Tamatave, qui a bien voulu nous accueillir, mettre à notre disposition tous les moyens nécessaires au bon déroulement de nos travaux de recherche et d'examiner ce mémoire.
- Le Professeur Panja RAMANOELINA, Président de l'Université d'Antananarivo, Enseignant-chercheur à l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, notre tuteur, qui, malgré ses responsabilités, s'est toujours montré volontaire et disponible pour nous encadrer.
- Le Professeur Jean RASOARAHONA, Directeur de l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Enseignant-chercheur au niveau du Département Industries Agricoles et Alimentaires, qui a bien voulu examiner ce mémoire.
- Le Docteur Fanjaniaina RAZAFIMBELO FAWBUSH, Enseignant chercheur auprès du Département Industries Agricoles et Alimentaires de l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, parrain scientifique du Projet PARRUR, pour les dévouements inconditionnels qu'elle faisait preuve pour nous soutenir, nous conseiller et de siéger parmi le jury de ce mémoire.

Qu'ils veuillent accepter nos plus vifs remerciements. Nous adressons également nos sincères considérations:

- A tous les partenaires techniques, scientifiques et financiers du projet PARRUR, pour l'appui qu'ils ont déployé en vue de la réalisation de nos travaux.
- Au Docteur Michel JAHIEL, Responsable au CHTT, pour son accueil mais aussi pour les moyens humains et matériels qu'il a mis à notre disposition afin de mener à bien les travaux sur terrain.

- Au Docteur Gaylor RAZAFIMAMONJISON, Enseignant chercheur auprès du Département Industries Agricoles et Alimentaires de l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, pour les conseils et les encadrements qu'il nous a réservés durant toutes les phases de notre recherche.
- A Mademoiselle Mialinirainy RAKOTOARISON, pour sa contribution dans la collecte des données et les photos qu'elle a gracieusement mises à notre disposition
- Les membres du corps enseignant de l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, en particulier ceux du département Industries Agricoles et Alimentaires, pour les enseignements dispensés.
- Les membres du personnel de CHT/CTCP, pour leurs accueils et collaborations
- Les membres du personnel administratif et technique de l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques et du Département Industries Agricoles et Alimentaires, pour leur assistance et collaboration.

Qu'ils reçoivent ici l'expression de nos plus profondes gratitude. Je remercie également :

- Les principaux notables et la population des communes rurales d'Ambatoharanana de Vohilengo et d'Ampasina Maningory, pour leur hospitalité et coopération.
- Mes amis et collègues de la promotion AVANA, et en particulier ceux du département Industries Agricoles et Alimentaires. pour leur collaboration amicale, et en souvenir des moments inoubliables passés ensemble durant ces années d'études à l'Agro.
- Mes parents, tous mes amis et toute ma famille, pour leurs prières, leur présence, leur soutien et leur patience.

Enfin, merci à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce mémoire.

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS**GLOSSAIRES****LISTE DES ABREVIATIONS ET DES ACRONYMES****LISTE DES TABLEAUX****LISTE DES FIGURES****LISTE DES PARTIES EXPERIMENTALES****LISTE DES ANNEXES****INTRODUCTION GENERALE****PARTIE I: GENERALITES ET CADRE CONCEPTUEL DE L'ETUDE**

- I.1.Cadre conceptuel de l'étude
- I.2.Généralités sur les huiles essentielles
- I.3.États des connaissances sur le giroflier
- I.4.Conclusion partielle I

PARTIE II: MATERIELS ET METHODES

- II.1.Présentation de la zone d'étude
- II.2.Echantillonnage
- II.3.Classification des alambics en fonction de la composition chimique des huiles essentielles produites
- II.4.Suivis de cuissons
- II.5.Analyse des échantillons
- II.6.Analyses statistiques des données
- II.7.Analyse économique
- II.8.Conclusion partielle II

PARTIE III: RESULTATS ET INTERPRETATIONS DES ANALYSES STATISTIQUES

- III.1.Etat des lieux sur les distilleries artisanales
- III.2.Détermination des facteurs de variation du rendement
- III.3.Classification des alambics
- III.4.Suivi de cuisson
- III.5.Détermination des facteurs de variation de la composition chimique
- III.6.Etude des huiles essentielles résiduelles
- III.7.Définition des facteurs de variation quantitative et qualitative de l'huiles essentielle de feuilles de giroflier
- III.8.Analyses économiques
- III.9.Conclusion partielle III

PARTIE IV: RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES

- IV.1.Recommandations
- IV.2.Perspectives

CONCLUSION GENERALE**RESSOURCES DOCUMENTAIRES**

- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES
- WEBIOGRAPHIES

GLOSSAIRES

- **Adventices** : (AGRICULTURE) Qui croît sur un terrain cultivé sans avoir été semé. (Le chiendent, l'ivraie, la cuscute sont des plantes adventices.)
- **Appoint** : (1) Complément en petite monnaie d'une somme due. (2) Ce qui s'ajoute à quelque chose pour le compléter.
- **Ayurvédā** (du sanskrit *āyur*, vie, et *veda*, connaissance, science): Médecine traditionnelle fondée sur la philosophie indienne qui vise à favoriser l'harmonie entre le corps et l'esprit, entre l'individu et son environnement.
- **Ayurvédique**: Relatif à l'ayurvédā (Massage ayurvédique).
- **Bractée** (latin *bractea*, feuille de métal) : (BOTANIQUE), Petite feuille, généralement différente des autres, à la base d'un pédoncule floral.
- **Calice**: Ensemble des sépales d'une fleur
- **Chémotype** : Le chémotype (ou chimiotype) désigne une entité chimique distincte au sein d'une même espèce. Chaque espèce possède un équipement enzymatique qui oriente vers la formation d'un constituant majoritaire ou de plusieurs constituants biosynthétiquement liés. Ce terme s'applique à tout type de composés chimique appartenant au métabolite secondaire. Les huiles essentielles tiennent une place prépondérante dans ce phénomène (Razafimamonjison, 2011).
- **Epicarpe** (*grec epi, sur, et karpos, fruit*) : (BOTANIQUE), Pellicule, peau qui recouvre un fruit, et qui correspond à la partie externe du péricarpe.
- **FOB** : (sigle de l'anglais *free on board*, franco à bord) : (DROIT MARITIME), Se dit d'une transaction commerciale maritime dans laquelle le prix convenu comprend les frais que supporte la marchandise jusqu'à son chargement sur le navire désigné par l'acquéreur.
- **Galbanum**: Gomme-résine tirée d'une plante du même nom qui n'est pas encore complètement déterminée et qu'on croit être ou le bubon galbanum ou le *ferula galbanifera*. On tire cette gomme d'un arbre qui croît en Syrie ; ses larmes sont blanches, grasses. d'un goût amer et d'une odeur forte.
- **GPS** ou **G.P.S.** : Sigle de *Global Positioning System*, système de localisation mondial. Appareil de géolocalisation par satellites utilisant le système GPS (Système américain de navigation et de localisation par satellites).

- **Griffes** (de girofle): pédoncules florales séchées
- **Lépidoptère** (grec *lepis*, *lepidos*, écaille, et *pteron*, aile): Insecte holométabole, portant à l'état adulte quatre ailes membraneuses couvertes d'écailles microscopiques colorées, dont la larve est appelée chenille, la nymphe chrysalide et l'adulte papillon.
- **Méristème** (du grec *meristos*, partagé): (BOTANIQUE) Tissu végétal formé de cellules indifférenciées, siège de divisions rapides et nombreuses, situé à l'extrémité des tiges et des racines, et qui contribue à la croissance de la plante.
- **Métabolite** : Produit de transformation d'une substance dans l'organisme
- **Musc végétal** : huile tirée de la mauve musquée.
- **Musc** : Substance odorante utilisée en parfumerie et produite par certains mammifères, en particulier par un cervidé, le porte-musc mâle;
- **Phlogistique** : (du grec *phlox*, *phlogos*, flamme): Ancien. Fluide imaginé au XVII^e s., notamment par G. Stahl, pour expliquer la combustion.
- **Spasme** (grec *spasmos*, contraction): Contraction pathologique des muscles lisses des viscères.
- **Zeste** : Écorce extérieure des agrumes.

LISTE DES ABREVIATIONS ET DES ACRONYMES

%(V/P)	:	<i>Rendement en huile essentielle, calculé par le rapport entre le volume d'essence produite et la masse de la matière première utilisée</i>
°C	:	<i>Degré Celsius ou centésimal (Unité de mesure de la température)</i>
°GL	:	<i>Degré Gay Lussac, indique la proportion d'alcool pur diluée par volume de solution.</i>
ACE	:	<i>Acétate d'eugényle</i>
ACP	:	<i>Analyse en Composantes Principales</i>
AFCM	:	<i>Analyse Factorielle de Correspondance Multiple (dit aussi ACM)</i>
AFD	:	<i>Analyse factorielle Discriminante</i>
AFNOR	:	<i>Association Française de Normalisation</i>
Al	:	<i>Symbole chimique de l'aluminium</i>
an	:	<i>Année</i>
Ar	:	<i>Ariary (unité monétaire de Madagascar)</i>
atm	:	<i>Atmosphère (unité de mesure de la pression)</i>
BCA	:	<i>β-caryophyllène</i>
CAH	:	<i>Classification Ascendante Hiérarchique</i>
Cf.	:	<i>Conférer</i>
CIRAD	:	<i>Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement</i>
CPG	:	<i>Chromatographie en Phase Gazeuse</i>
CTCP	:	<i>Centre de Transformation et de Conservation des Produits agricoles</i>
CTHT	:	<i>Centre Technique Horticole de Tamatave</i>
Cu	:	<i>Symbole chimique de cuivre</i>
CV	:	<i>Coefficient de Variation</i>
EUG	:	<i>Eugénol</i>
ex.	:	<i>Exemple</i>
Fe	:	<i>Symbole chimique du fer</i>
FOB	:	<i>Free On Board</i>
GC/MS	:	<i>Combinaison Chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse</i>
GPS	:	<i>Global Positionning System</i>

<i>h</i>	:	<i>Heure (Unité de mesure du temps)</i>
<i>ha</i>	:	<i>hectare (unité de mesure de la surface)</i>
<i>Inox</i>	:	<i>Acier inoxydable</i>
<i>IR</i>	:	<i>Infrarouge</i>
<i>l</i>	:	<i>Litre (Unité de mesure de la capacité)</i>
<i>m</i>	:	<i>Mètre (Unité de mesure de la longueur)</i>
<i>Max.</i>	:	<i>Valeur maximale</i>
<i>Min.</i>	:	<i>Valeur minimale</i>
<i>mm</i>	:	<i>Millimètre (Unité de mesure de la longueur)</i>
<i>MN</i>	:	<i>Matière naturelle</i>
<i>Moy.</i>	:	<i>Valeur moyenne</i>
<i>MS</i>	:	<i>Matière sèche</i>
<i>OXC</i>	:	<i>Oxyde de Caryophyllène</i>
<i>P</i>	:	<i>Pression</i>
<i>p.</i>	:	<i>page</i>
<i>PARRUR</i>	:	<i>Partenariat et Recherche dans le secteur RURal</i>
<i>PEHD</i>	:	<i>PolyEthylène de Haute Densité</i>
<i>r</i>	:	<i>Coefficient de corrélation</i>
<i>RMN</i>	:	<i>Résonance Magnétique Nucléaire</i>
<i>SCAC</i>	:	<i>Service de Coopération et d'Action Culturelle, de l'ambassade de France à Madagascar (Ministère des Affaires Etrangères et Européennes)</i>
<i>Sd ou σ</i>	:	<i>Ecart-type</i>
<i>T_{moy.}</i>	:	<i>Température moyenne</i>
<i>US Dollars ou \$</i>	:	<i>Dollars américains (Unité monétaire des Etats-Unis d'Amérique)</i>

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I: Analyses des hypothèses.....	4
Tableau II: Systématique du giroflier	11
Tableau III: Caractéristiques organoleptiques globales des huiles essentielles de girofle	19
Tableau IV: Propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle de girofle	19
Tableau V: Normes AFNOR pour les huiles essentielles de girofle (Demangel, 2011)	19
Tableau VI: Rapport entre pression et qualité des huiles essentielles de clous.....	22
Tableau VII: Codification alphabétique et liste des échantillons par Fokontany.....	29
Tableau VIII: Les appareils utilisés	30
Tableau IX: Codage des variables	39
Tableau X: Résidus de distillation	40
Tableau XI: Les grandeurs économiques	41
Tableau XII: Les matériaux de fabrication des alambics	45
Tableau XIII: Description générale de la population	51
Tableau XIV: Corrélation du rendement avec les autres paramètres	51
Tableau XV: Analyses chromatographiques en vue de la classification des alambics	53
Tableau XVI: Test de sphéricité de Bartlett	54
Tableau XVII: Valeurs propres des axes en ACP.....	55
Tableau XVIII: Matrice de corrélation des variables	55
Tableau XIX: Test de lambda de Wilks	58
Tableau XX: Valeurs propres et pourcentages des variances.....	59
Tableau XXI: Taux de répartition des individus en groupe	59
Tableau XXII: Valeurs minimales, maximales, moyennes et écart-types des différents composants chimiques des trois groupes formés.....	60
Tableau XXIII: Les prélèvements	61
Tableau XXIV: Composition chimique des échantillons provenant des suivis.....	61
Tableau XXV: Valeurs propres et pourcentage de l'inertie.....	64
Tableau XXVI: Résultats de l'ACM.....	65
Tableau XXVII: Configuration matérielle, proportion de matière première et configuration matérielle contribuant à la réalisation de chaque profil chimique.	66
Tableau XXVIII: Profil chimique et Constantes physico-chimiques	68
Tableau XXIX: Rendement moyen, maximal et minimal de la redistillation de feuilles cuites	69
Tableau XXX: Composition des essences résiduelles des alambics traditionnels.....	72
Tableau XXXI: Essence résiduelle d'alambic amélioré.....	73

Tableau XXXII: Composition chimique des huiles essentielles produites sur alambics améliorés	73
Tableau XXXIII: Liste des frais pris en compte en économie industrielle	76
Tableau XXXIV: Analyse économique	76
Tableau XXXV: Résultats des analyses économiques	76
Tableau XXXVI: Coordonnées géographiques des points particuliers	98
Tableau XXXVII: Les différents paramètres	101
Tableau XXXVIII: Rapport entre la qualité de l'huile essentielle et celle de la matière première	102
Tableau XXXIX: Rapport entre rendement en essence et traitement des feuilles.....	103
Tableau XL: Variation géographique de la qualité de l'essence de feuille de giroflier (Raina et al, 2001)	103
Tableau XLI: Conversion des variables en variables qualitatives.....	103
Tableau XLII: Caractérisation des opérations de redistillation de feuilles cuites.....	107
Tableau XLIII: Analyses physico-chimiques des échantillons	109
Tableau XLIV: Rendement de distillation au niveau des alambics traditionnels	111
Tableau XLV: Matrice de corrélation entre composition chimique et conduite de distillation.....	113
Tableau XLVI: Corrélation entre proportion relative de la matière première et composition chimique	113
Tableau XLVII: Matrice pour l'ACM.....	114
Tableau XLVIII: Matrice de corrélation entre le rendement et les différents paramètres.....	116
Tableau XLIX: Composition chimique des essences résiduelles	119

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Flow-sheet du programme de recherche	5
Figure 2: Schéma de principe de l'hydrodiffusion (Auteur, 2013).....	8
Figure 3: Schéma de principe de l'hydrodistillation (Auteur, 2013)	9
Figure 4: Girofliers (Cliché: auteur, 2013)	11
Figure 5: Feuilles de giroflier, rangées par ordre d'âge croissant (Cliché: Rakotoarison, 2013)	12
Figure 6: Fleurs et Clous (Razafimamonjison et al, 2013b)	12
Figure 7: Anthofles (Razafimamonjison et al, 2013b).....	13
Figure 8: Etat des girofliers après le passage du cyclone Ivan (Ranoarisoa, 2012)	15
Figure 9: De gauche à droite; C. mabilianum adulte (Ranoarisoa, 2012), larves de l'andretra dans sa galerie, Galerie dans une branche (Cliché: Rakotoarison, 2013)	16
Figure 10: Répartition mondiale de la culture du giroflier (Auteur, 2013)	16

Figure 11: Couverture en girofliers de Madagascar (Auteur, 2013)	17
Figure 12: Clous frais (Ririfleur, 2008).....	18
Figure 13: Clous secs (VanAroma, 2010).....	18
Figure 14: Localisation géographique du milieu d'études (Auteur, 2013)	26
Figure 15: Organisation administrative d'Ambatoharanana (Auteur, 2013).....	27
Figure 16: Schéma de principe de la chromatographie en phase gazeuse (Randriamiarinarivo, 2012)	33
Figure 17: Chromatographe Focus GC (Cliché : Razafimamonjison, 2013)	34
Figure 18: Pycnomètre (Razafimamonjison, 2011).....	34
Figure 19: Réfractomètre d'ABBE (Razafimamonjison, 2011).....	35
Figure 20: Polarimètre Jobbin-Yvon.....	35
Figure 21: Zone de prélèvement des échantillons X_i ($i=A$ à E)	40
Figure 22: Hydrodistillateur de laboratoire (Cliché: Razafimamonjison, 2013).....	41
Figure 23: Humidimètre Sartorius® MA 45 (Labexchange, 2013).....	41
Figure 24: Un homme transportant deux fagots (Cliché : Rakotoarison, 2013).....	42
Figure 25: Chargement de l'alambic (Cliché: Rakotoarison, 2013).....	44
Figure 26: Distillerie traditionnelle, mise en évidence des éléments constitutifs (Cliché : Rakotoarison, 2013)	45
Figure 27: Essenciers (Cliché : Rakotoarison, 2013)	46
Figure 28: Système de réfrigération (Clichés: Rakotoarison, 2013)	46
Figure 29: Col de cygne (Cliché : Rakotoarison, 2013)	46
Figure 30: Répartition géographique de la collecte des échantillons (Auteur, 2013)	47
Figure 31: Zone d'influence relative de quelques alambics d'Ambatoharanana (Auteur, 2013)	48
Figure 32: L'alambic de Vohilengo (clichés : Rakotoarison, 2013).....	49
Figure 33: L'Alambic d'Ampasina Maningory (clichés: Rakotoarison, 2013)	50
Figure 34: Variation du rendement.....	50
Figure 35: Projection des variables sur le plan factorielle 1:2	56
Figure 36: Répartition des 50 individus sur le premier plan factoriel	56
Figure 37: Dendrogramme de classification des individus	58
Figure 38: Représentation des individus en AFD.....	59
Figure 39: Caractéristiques chimiques des différents groupes	60
Figure 40: Analyse statistique des suivis	62
Figure 41: Projection des variables sur le plan $F_1:F_2$	64
Figure 42: Variation de la quantité d'essence résiduelle selon la partie de la cucurbit (Auteur, 2013)	70

Figure 43: Variation de la composition chimique de l'essence résiduelle selon la partie de la cucurbite (Auteur, 2013).....	72
Figure 44: Les différents stades de feuilles du giroflier (Cliché: Rakotoarison, 2013).....	75
Figure 45: Extension verticale du foyer (Auteur, 2013).....	78
Figure 46: Réalisation d'un creux dans le foyer (Auteur, 2013).....	79
Figure 47: Les combustibles (Clichés: Rakotoarison, 2013).....	80
Figure 48: Adaptation du chapiteau (Auteur, 2013).....	81
Figure 49: Distillation et rentabilité économique (Auteur, 2013).....	82
Figure 50: Modification du système de cohobation (Auteur, 2014).....	83
Figure 51: L'alambic traditionnel.....	105
Figure 52: Mensuration des différentes parties de l'alambic traditionnel.....	106
Figure 53: Les individus suivis en CAH.....	112
Figure 54: Les individus suivis en AFD.....	112
Figure 55: Les variables suivis en AFD.....	113
Figure 56: Rameau de giroflier (Cliché: Auteur, 2013).....	117
Figure 57: Répartition géographique de chaque type d'alambics (Auteur, 2013).....	118
Figure 58: Formules chimiques de quelques composés.....	119
Figure 59: Adaptation de la lèvre interne de la cucurbite (Auteur, 2014).....	120

LISTE DES PARTIES EXPERIMENTALES

A. Hydrodistillation des feuilles cuites.....	94
B.Densité (NFT 75-111/ISO 279-2000).....	94
C.Indice de réfraction (NF T 75-112 /ISO 280-2000).....	95
D.Pouvoir rotatoire (NFT 75-113).....	96
E.Miscibilité a l'alcool (NFT 75-101).....	97

LISTE DES ANNEXES

<i>Annexe 1 : Coordonnées géographiques des points particuliers</i>	<i>98</i>
<i>Annexe 2 : Les paramètres relevés lors des suivis.....</i>	<i>101</i>
<i>Annexe 3 : Définitions des huiles essentielles selon le domaine d'étude</i>	<i>102</i>
<i>Annexe 4: Variation de la qualité des essences en fonction de l'état des matières premières (Ramalanjaona et Jourdan, 1961)</i>	<i>102</i>
<i>Annexe 5: Variation géographique de la composition chimique.....</i>	<i>103</i>
<i>Annexe 6 : Le découpage d'informations utilisé en ACM.....</i>	<i>103</i>
<i>Annexe 7 : Schéma d'un alambic traditionnel.....</i>	<i>105</i>
<i>Annexe 8 : Appréciation de la dimension des différents éléments de l'alambic traditionnel.....</i>	<i>106</i>
<i>Annexe 9 : Caractéristiques des échantillons de résidus de distillation</i>	<i>107</i>
<i>Annexes 10: Propriétés et Vertus des huiles essentielles de girofle.....</i>	<i>107</i>
<i>Annexe 11 : Résultats d'analyses physico-chimiques.....</i>	<i>109</i>
<i>Annexe 12 : Rendement de distillation sur alambics traditionnels.....</i>	<i>111</i>
<i>Annexe 13 : Analyse statistique des suivis</i>	<i>112</i>
<i>Annexe 14 : Corrélation entre la composition chimique et la conduite de distillation</i>	<i>113</i>
<i>Annexe 15 : Corrélation entre composition chimique et proportion relative de la matière première .</i>	<i>113</i>
<i>Annexe 16: Matrice de l'ACM.....</i>	<i>114</i>
<i>Annexe 17 : Matrice de corrélation entre le rendement et les différents paramètres.....</i>	<i>116</i>
<i>Annexe 18 : Les différents stades de feuille du giroflier.....</i>	<i>117</i>
<i>Annexe 19 : Répartition géographique de chaque type d'alambics</i>	<i>118</i>
<i>Annexe 20 : Analyses chromatographiques des essences résiduelles.....</i>	<i>119</i>
<i>Annexe 21 : Quelques formules chimiques.....</i>	<i>119</i>
<i>Annexe 22 : Réadaptation de la lèvre interne de la cucurbite.....</i>	<i>120</i>

INTRODUCTION GENERALE

Avec la vanille et le café, le girofle fait partie des filières les plus rémunératrices de Madagascar. La statistique rapporte que seulement pour le premier trimestre de l'année 2011, l'exportation de cette épice a rapporté Ar 50 379 millions, pour environ 5 400 tonnes de produits. Pour l'huile essentielle, l'expédition de 1 648 tonnes (Ar 15 719 millions) de 2005 retombe à 1 498 tonnes (Ar 10 257 millions) en 2006 (Madagascar tribune, 2008). Ces chiffres font état d'une perte de compétitivité avérée. Cela s'explique en partie par les dépréciations qualitatives et quantitatives subit par les produits du giroflier. En outre, dans le cas des clous, la bonne récolte obéit à un cycle de 3 à 5 ans. Ces instabilités freinent le développement de la filière. Pour les essences de feuilles, ces variations s'expriment par la fluctuation de la concentration en eugénol, en β -caryophyllène, en oxyde de caryophyllène et en acétate d'eugényle.

La qualité des huiles essentielles est tributaire de nombreux paramètres. Razafimamonjison *et al*, (2013) ont par exemple démontré des variations notables suivant les zones de collectes, les stades phénologiques ou encore la qualité du matériel végétal. Les propriétés de ces produits étaient aussi des sujets de recherches très prisés. Sa composition chimique a été étudiée entre autres par Raina *et al* (2001), Chaieb *et al* (2007) et Bhuiyan *et al* (2010). A Madagascar, l'organisation de la filière faisait l'objet des études de Ranaivoarisoa (1981) et Schneider (2007). Demangel (2011), par contre, s'est investie dans la mise au point des indicateurs géographiques des clous. Ramalanjaona et Jourdan (1961) ont mené des études visant l'optimisation de la qualité.

Ces auteurs se sont tous limités, soit sur les matières premières, soit sur les produits finis. Indépendamment des qualités intrinsèques des matières premières, les conditions de production ne peuvent-ils pas influencer le rendement et la composition chimique des huiles essentielles de feuilles de giroflier ? Intitulée «*Huile essentielle de feuilles de giroflier: Etudes des facteurs de variation du rendement et de la composition chimique au niveau des distilleries artisanales*», la présente étude tend à répondre objectivement à cette question. Fondée sur l'approche processus de la production artisanale, elle a mobilisé des compétences pluridisciplinaires organisées dans le cadre du projet PARRUR 2.

L'objectif principal est «*d'améliorer les conditions de production par l'étude du rendement et de la composition chimique en fonction des paramètres de distillation et de l'alambic*». L'hypothèse globale est: «*Indépendamment de la qualité de la matière première, le rendement et la composition chimique peuvent varier en fonction de l'alambic et du mode de distillation*». Cet objectif et cette hypothèse sont analysés dans le cadre conceptuel de la recherche.

La première partie de cet ouvrage traite des généralités et du cadre conceptuel de l'étude. La seconde partie est consacrée aux approches méthodologiques appliquées et aux matériels utilisés. La troisième partie se focalise sur les analyses statistiques des données et l'interprétation des résultats. La dernière partie servira à donner des recommandations aux acteurs de la filière et présenter quelques perspectives sur la suite de la recherche.

Partie I

GENERALITES ET CADRE CONCEPTUEL DE L'ETUDE

I.1. Cadre conceptuel de l'étude

I.1.1. Contexte

Madagascar s'impose sur le marché mondial avec des quantités moyennes de 11 000t pour les clous et 1500t pour l'essence. Le commerce du girofle a généré plus de \$ 22 millions en 2003, et près de 10 millions en 2011. Cependant, cette filière est limitée par l'existence d'une grande variabilité qualitative des produits. Ces problèmes étaient traités dans le cadre du projet PARRUR 2.

Le projet PARRUR soutient des activités de recherche conduites par des jeunes chercheurs *malagasy* sur des sujets innovants relatifs au développement rural. Le présent volet est organisé autour d'un regroupement de compétences techniques, financières et scientifiques entre 4 institutions dont le SCAC, le CIRAD, le CTH-CTCP et l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques. Focalisée sur les huiles essentielles de feuilles de giroflier, cette étude est l'un des résultats probants de cette coopération.

I.1.2. Énoncé de la Problématique

L'exploitation des produits du giroflier comme l'huile essentielle de feuilles est un atout majeur pour l'économie nationale de Madagascar. Pourtant, les variabilités qualitatives et quantitatives freinent le développement de cette filière. Mais **«A part l'influence de la qualité intrinsèque de la matière première, la composition chimique et le rendement ne peuvent-ils pas varier en fonction du mode de distillation et des spécificités des alambics? »**.

I.1.3. Les objectifs

I.1.3.1. Objectif principal

L'objectif principal est ***d'optimiser les conditions de production par l'étude du rendement et de la composition chimique des huiles essentielles, en fonction de l'alambic et des paramètres de distillation***. Les paramètres de distillation englobent les caractéristiques de la matière première et la conduite de distillation. Cet objectif global sera scindé en deux objectifs spécifiques

I.1.3.2. Objectifs spécifiques

- Déterminer l'effet des configurations matérielles et fonctionnelles des alambics sur le rendement et la composition chimique;
- Analyser les relations entre la composition chimique et le rendement d'une part et les paramètres de distillation d'autre part.

I.1.4. Hypothèses

I.1.4.1. Hypothèse globale

Les feuilles de giroflier fournissent une huile essentielle dont la composition chimique et le rendement peuvent être influencés par les paramètres de distillation et/ou les spécifications matérielles des alambics. Cette hypothèse globale peut être décomposée en deux hypothèses spécifiques.

I.1.4.2. Hypothèse spécifique

⇒ **Hypothèse 1:** La composition chimique et le rendement en huiles essentielles sont tributaires de la configuration matérielle des alambics.

Les traitements statistiques des résultats d'analyses chromatographiques vont révéler quelques groupes d'alambics. Chaque groupe permettra d'obtenir une qualité spécifique d'huile essentielle.

⇒ **Hypothèse 2:** Les paramètres de distillation jouent un rôle important dans la variation quantitative et qualitative des essences de feuilles de giroflier.

La confrontation des résultats d'analyses chromatographiques et des paramètres de distillation va aboutir à l'identification des conditions d'obtention d'une qualité précise de produits finis.

I.1.4.3. Analyse des hypothèses

Tableau I: Analyses des hypothèses

HYPOTHESES	INDICATEURS	MODE DE VERIFICATION	MOYENS DE VERIFICATION
H1: La composition chimique des huiles essentielles dépend des alambics	-Rendement, -Moyennes - Constantes de variation de la composition chimique, -Corrélation entre variables et	Groupement des alambics en fonction de la composition chimique globale des échantillons.	-Calcul du rendement; -Analyse chromatographique; -Détermination des caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques; -Traitements statistiques (ACP, AFD, CAH) des résultats d'analyses sur CPG; -Classification des alambics en fonction de la composition chimique des produits; -Vérification de la stabilité de la qualité des produits finis au niveau de chaque type d'alambic;
H2: Les paramètres de distillation jouent un rôle important dans la variation quantitative et qualitative des essences de feuilles de giroflier.	individus -Pourcentages relatives des constituants majeurs	Identification du type d'alambics, de la conduite de distillation et de la matière première adaptés à chaque type chimique.	-Analyse chromatographique; - Inventaire des paramètres d'obtention des huiles essentielles - Analyses statistiques (ACM) des conditions de production et de la composition chimique.

Les étapes de la recherche sont détaillées par le diagramme suivant.

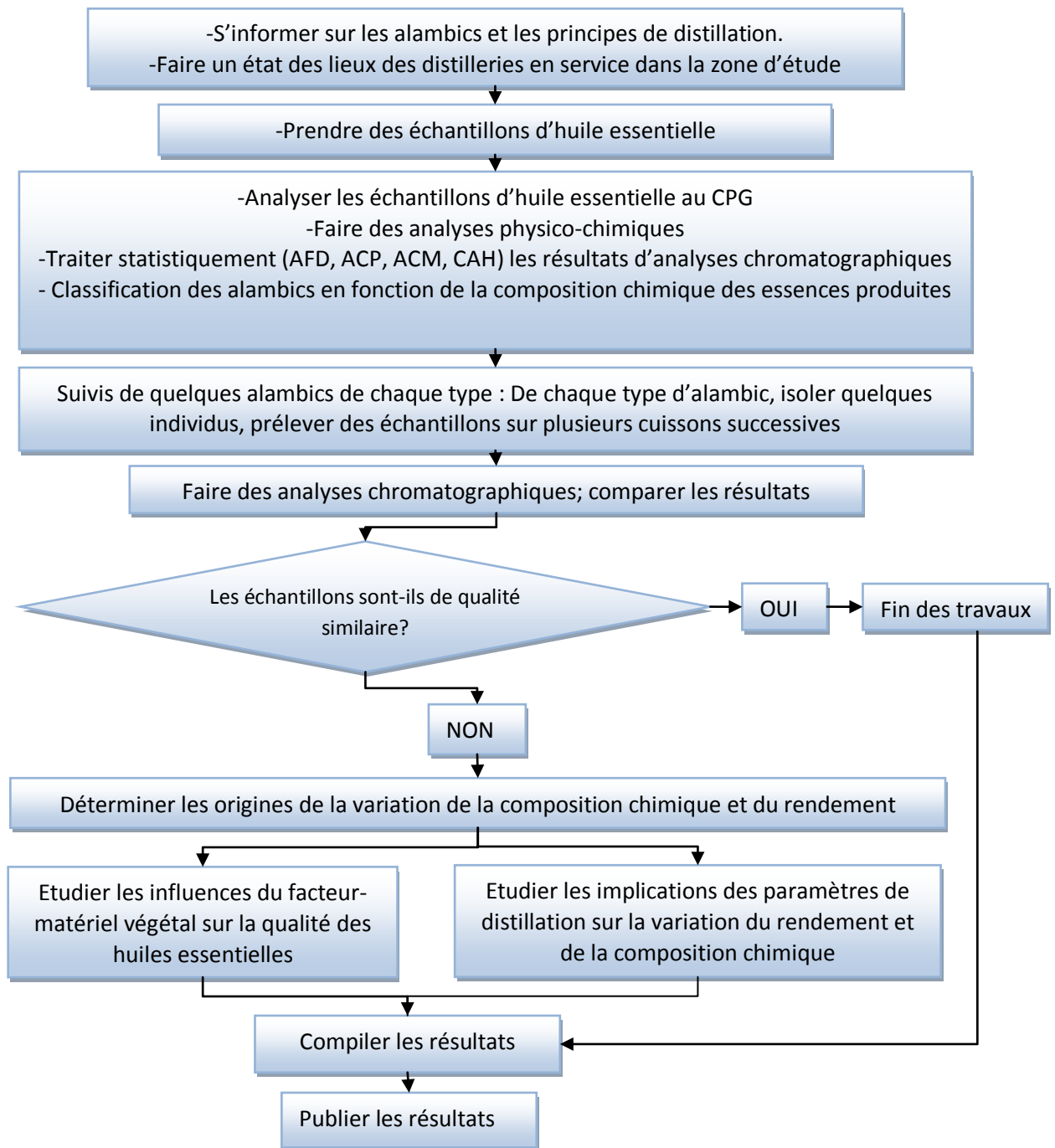


Figure 1: *Flow-sheet* du programme de recherche

I.1.5. Résultats attendus

- Quantification des impacts des paramètres de distillation et de la spécificité des alambics sur les variations quantitatives et qualitatives des huiles essentielles de feuilles de giroflier.
- Mise au point d'un outil d'aide à la décision destiné aux acteurs de la filière (paysans, collecteurs, exportateurs et Etat).

I.2. Généralités sur les huiles essentielles

Les produits aromatiques sont des métabolites secondaires des êtres vivants. Ils sont associés à d'importantes fonctions physiologiques et environnementales contribuant à la survie¹ des êtres détenteurs (Batish, 2006). Se singularisant par des caractères organoleptiques (ex: odeur ou arôme) qui leurs sont propres, ils donnent à chaque individu; quelquefois à des genres entiers tels que *Lavendula*, *Mentha*, *Thymus* ... son caractère spécifique (Randriamiharisoa, 1995). Ces spécificités sont fonction de plusieurs paramètres.

I.2.1. Définition

Le mot «*huile essentielle*» a été utilisé pour la première fois au XVI^e siècle par Paracelse Von Hohenheim (Edris, 2007). Plusieurs définitions leur sont accordées en fonction des domaines de recherche (Cf. Annexe 3, p102). Depuis les temps anciens, les civilisations arabe, chinoise et égyptienne ont déjà exploité les vertus des produits aromatiques (Valisolala, 1990; Fletcher, 2001).

La norme AFNOR NFT 75-006 a donné la définition suivante d'une huile essentielle: "Produit obtenu par des procédés physiques à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par procédé mécanique à partir de l'épicarpe des citrus, soit par distillation sèche. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques pour les deux premiers modes d'obtention. Elle peut subir des traitements physiques n'entraînant pas de changement significatif de sa composition (par exemple: redistillation, aération,...)" (Randriamiharisoa, 1995; Rasoarahona, 2009).

I.2.2. Synthèse, sécrétion et localisation anatomique des extraits aromatiques

Ces substances volatiles sont extraites de diverses parties des plantes ou des animaux (castoréum, civette, muscs...) (Jeancard, 1927; Randriamiharisoa, 1995). Sa synthèse s'effectue dans le cytoplasme:

- ❖ Soit au sein des cellules sécrétrices, incluses dans l'épiderme (*Zingibéracées*, *Lauracées*) ou à l'extrémité de poils ;
- ❖ Soit dans les poches sécrétrices (*Myrtacées*, *Rutacées*, *Bursenacées*), formées par des cellules modifiées;

¹ Exemple: résistance au stress, répulsif et/ou dissuasif pour les prédateurs

- ❖ Soit dans les canaux sécréteurs, obtenus par allongements des poches sécrétrices (*Térébinthacées, Ombellifères, Composées...*).

Pour le règne végétal, cette sécrétion concerne aussi bien les organes végétatifs que les organes reproducteurs dont la liste suivante en relate des exemples (Ramanoelina, 1997; Razafimamonjison, 2011).

- **Feuilles:** Giroflier, Eucalyptus, Patchouli, Citronnelle, Laurier
- **Boutons floraux:** Clous de girofle
- **Réceptacles florales:** Griffes de girofles
- **Racines:** Vétiver
- **Rhizomes:** Gingembre, Curcuma
- **Fleurs:** Ylang-ylang, Rose, Tubéreuse
- **Bois:** Santal, Cèdre, Bois de rose
- **Ecorces:** Cannelier
- **Fruits:** Poivrier, Anis
- **Sommités fleuries:** Lavande
- **Graines :** muscade

I.2.3. Caractéristiques générales des huiles essentielles

A la température ordinaire, les huiles essentielles se trouvent à l'état liquide. Leur densité est souvent inférieure à celle de l'eau sauf pour les essences de sassafras, de girofle, des vétivers et de cannelle. Elles sont solubles dans l'alcool et les solvants organiques usuels. En outre, elles sont liposolubles et rarement hydrosolubles.

Les huiles essentielles possèdent une composition chimique très complexe, représentée parfois par plus d'une centaine de constituants (Razafimamonjison, 2011; Smadja, 2009; Tomboarisendra, 2005). Caractérisées par un enchainement isoprénique (monoterpènes C_{10} et sesquiterpènes C_{15}), ce sont des mélanges complexes classés et estimés selon leurs constituants majeurs: terpènes (limonène,...), alcool (menthol,...), phénol (eugénol,...), aldéhyde (citral,...) et cétones (thuyone,...) (Jeancard, 1927; Ramanoelina, 1997; Randriamiharisoa, 1995).

I.2.4. Technologie utilisée dans la production d'huile essentielle

Les huiles essentielles peuvent être obtenues de diverses manières: entraînement à la vapeur d'eau (hydrodistillation, hydrodiffusion), extraction par solvant, expression sous pression (zestes d'agrumes), extraction par des fluides supercritiques, par macération et par exsudation, l'enfleurage. (Edris, 2007; Rabelohataona, 2009; Randriamiharisoa, 1995; Raoeliamanana, 1995). La distillation est la plus vieille méthode d'extraction. Elle a été utilisée notamment par les égyptiens dans le cas des bois de cèdre. Les figures 2 et 3 illustrent les techniques les plus utilisées.

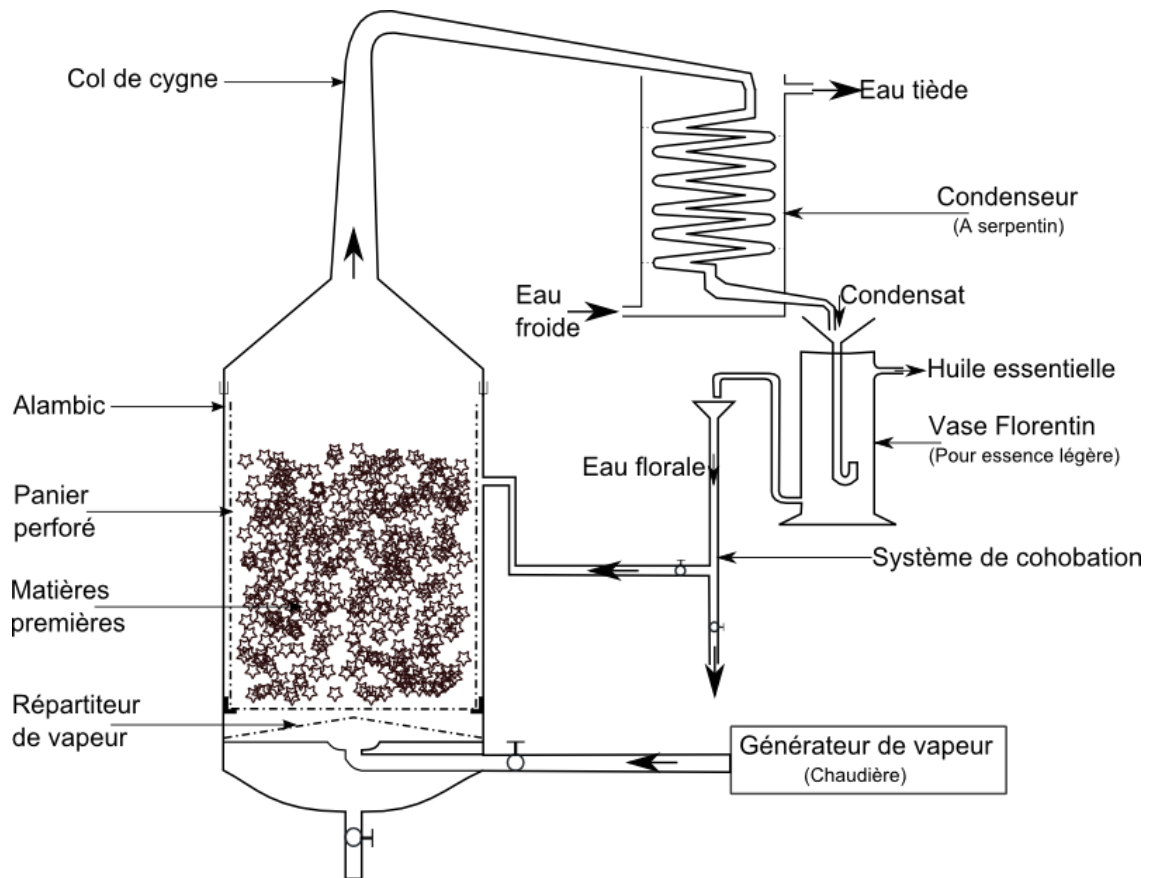


Figure 2: Schéma de principe de l'hydrodiffusion (Auteur, 2013)

Les produits traités par hydrodiffusion sont soumis à une injection continue de vapeur chaude. Ce flux de vapeur sert de fluide caloporteur qui va d'abord chauffer la matière première puis transporter les gouttelettes aromatiques libérées.

Pour l'hydrodistillation, une partie de la matière première est trempée en permanence dans l'eau de cuisson. L'ébullition et l'évaporation de cette eau assure l'extraction et le transport des corps volatils. Le chauffage peut se faire, soit à feu nu soit par une circulation en double fond de vapeur chaude. La cohobation ramène l'eau florale dans la cucurbite et évite la pyrolyse de la matière première.

Les alambics améliorés implantés à Vohilengo et Ampasina Maningory sont construits selon les principes de l'hydrodiffusion. L'hydrodistillation est par contre exploitée dans les distilleries artisanales d'Ambatoharanana. La figure 3 représente le schéma de principe de l'hydrodistillation.

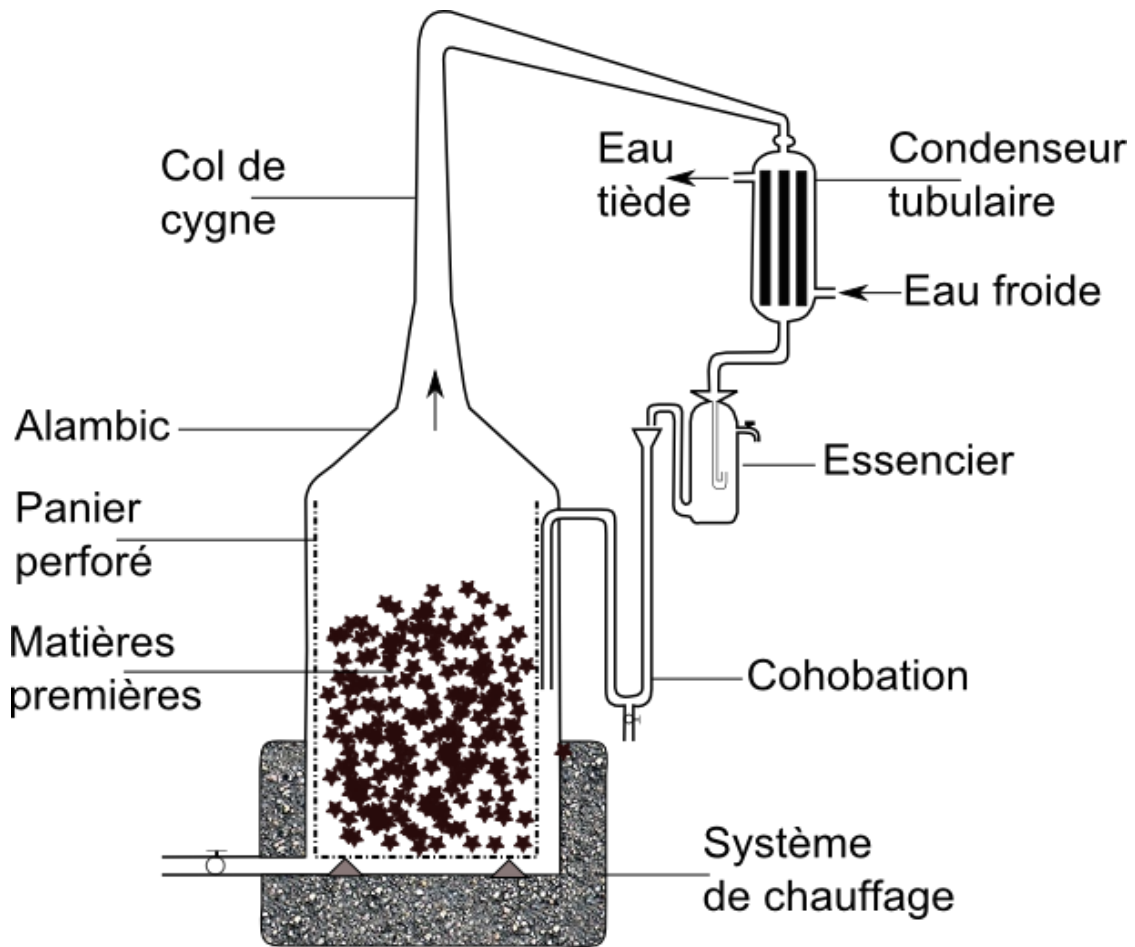


Figure 3: Schéma de principe de l'hydrodistillation (Auteur, 2013)

I.2.5. Facteurs de variation de la composition chimique d'une huile essentielle

La variation de la composition chimique des huiles essentielles est tributaire des facteurs intrinsèques (génétiques, organe utilisé, variété botanique, ...) et extrinsèques (climatiques, édaphiques, techniques culturales, processus de distillation ...) (Alma *et al*, 2007; Prashar *et al*, 2006; Randrianalison, 1996; Razafimamonjison, 2011). Certaines espèces possèdent un équipement enzymatique induisant la formation de produit marqué par un constituant majoritaire ou de plusieurs constituants biosystématiquement liés, c'est la notion de chémotype (Razafimamonjison, 2011).

L'importance de ces facteurs change d'une espèce à une autre. Pour les girofliers, la variation spatiale de la composition chimique est très substantielle: la teneur en eugénol peut varier entre 48% et 91%,

celle du β -caryophyllène varie quant à elle de 4,2% à 28% (Vernin *et al*, 1994). Pour le cannelier, l'huile essentielle d'écorce est riche en cinnamaldéhyde, tandis que celle des feuilles présente une forte concentration en Eugénol. (Prashar *et al*, 2006; Randrianalison, 1996; Smadja, 2009; Tomboarisendra, 2005).

I.2.6. Utilisation des huiles essentielles par l'homme

Les huiles essentielles possèdent plusieurs propriétés industrielles, pharmaceutiques, biologiques et technologiques, exploitées dans les industries de peinture, de pesticide, pharmaceutique et agroalimentaire. (Batish, 2006; Edris, 2007).

I.3. États des connaissances sur le giroflier

I.3.1. Historique

Le giroflier est originaire d'Amboine, une île de l'archipel des Moluques; en Indonésie. Son nom vient du grec *Karuôphullon* et il peut vivre jusqu'à plus d'un siècle. Les clous de girofle sont décrits dans un ouvrage de médecine *ayurvédique* datant d'environ 1500 ans avant notre ère. Ils étaient connus en Chine depuis 220 ans avant Jésus Christ où ses clous étaient utilisés comme condiment alimentaire (Alma *et al*, 2007; Benzeggouta, 2005; Demangel, 2011; Dufournet, 1968; Ramanantsoavina, 1971; Ranoarisoa, 2012; Jeancard, 1927; Teuscher *et al*, 2005).

Vers la fin du XVIII^e siècle, il fut introduit aux Mascareignes, par Pierre Poivre. En 1827, le Français Mulley le plantait à Sainte Marie à la demande de la Société Agricole Albran-Carayon-Hugot. Vers 1900, les girofliers arrivent sur la côte Est *malagasy*; (Ledreux, 1932; Humbert *et al*, 1965; Randriamanalina, 1990; Ramanantsoavina, 1971; Ranoarisoa, 2012). Actuellement, le district de Fenerive-Est produit la moitié de la récolte annuelle de Madagascar.

La première distillation de clous aurait été effectuée pour la première fois en Europe, au XV^e siècle. En 1911, la distillation de feuilles a été introduite à Sainte-Marie par M. Plaire (Humbert *et al*, 1965; Ledreux, 1928 ; Leung, 1971; Ramalanjaona et Jourdan, 1961; Ranoarisoa, 2012).

I.3.2. Description botanique

Le giroflier est généralement appelé «*Syzygium aromaticum* (L.) MERR. et L. M. PERRY» mais pour le décrire, les dénominations suivantes sont aussi valables: *Caryophyllus aromaticus* L., *Eugenia caryophyllata* Thumb, *E. caryophyllus* Spreng, *E. aromatica* (L.) BAILL. Non O.C. BERG, *E. caryophyllata* THUNE. , *E. caryophyllus* (SPRENG.) BULL. Et HAAR., *Jambosa caryophyllus* (SPRENG.) NIEDENZU.

(Crouzet et Richard; Teuscher, 2005; Dufournet, 1968; Ranoarisoa, 2012; Jeancard, 1927). La systématique du giroflier est donnée dans le tableau suivant (Benzeggouta, 2005; Ramiandrisoa, 2010):

Tableau II: Systématique du giroflier

▪ Règne	: Végétal
▪ Sous-règne	: Trachéophyte (plantes vasculaires)
▪ Embranchement	: Spermatophytes ou Phanérogames (plantes à graines)
▪ Sous embranchement	: Angiospermes (plantes à fleurs)
▪ Classe	: Dicotylédone
▪ Sous classe	: <i>Rosidae</i>
▪ Ordre	: Myrtales
▪ Famille	: Myrtacées
▪ Genre	: <i>Syzygium</i>
▪ Espèce	: <i>S. aromaticum</i>
▪ Nom commun	: Giroflier
▪ Nom en anglais	: <i>Clove</i>
▪ Nom malgache	: <i>Jirofo, Karafo</i>

I.3.3. Morphologie

Le giroflier est un arbre ornemental à port pyramidal, à feuillage persistant et dense et dont la hauteur peut atteindre 20m. Il se singularise par un parfum caractéristique qu'il développe autour de lui. Son tronc, couvert d'une écorce lisse et grise, est constitué par un bois dur mais très cassant (Benzeggouta, 2005; Alma *et al*, 2007 ; Demangel, 2011; Dufournet, 1968; Polzin *et al*, 2007; Teuscher *et al*, 2005; Ramiandrisoa, 2010).



Figure 4: Girofliers (Cliché: auteur, 2013)

☺ **Les feuilles**

Ses feuilles pétiolées sont coriaces, elliptiques à lancéolées, de 9 à 12cm de long sur 3,5 à 4,5cm de large. Leur limbe est ponctué de nombreux points à peine visibles à l'œil nu correspondant aux poches sécrétrices d'essence. Les feuilles d'abord jaunâtres deviennent rosées avec des pétioles rouges, puis virent au vert foncé. (Dufournet, 1968; Teuscher *et al*, 2005; Alma *et al*, 2007 ; Ramiandrisoa, 2010). La figure 5 met en relief 5 des différents stades de feuilles.



Figure 5: Feuilles de giroflier, rangées par ordre d'âge croissant (Cliché: Rakotoarison, 2013)

☺ **Les fleurs**

Les fleurs à 4 pétales blancs rosés sont caractérisées par leurs sépales rouges persistants. Elles sont regroupées en cymes terminales en forme de parapluie divisé en 3 parties, de 10 mm à 14 mm de long, avec deux bractées en forme d'écailles. Le calice est tubulaire, de 1cm à 1,5 cm de long, formé de 4 sépales charnus et soudés à la base. La corolle tétramère comporte 4 pétales blanc-rosés à rouges carmin, unis à leur sommet, mais qui se détachent en formant une petite cloche quand la fleur s'épanouit normalement (Teuscher *et al*, 2005). Avant l'épanouissement, les boutons floraux sont nommés «*clous de girofle*» (Ramiandrisoa, 2010). La figure 6 révèle l'image d'une fleur et de clous frais.



Figure 6: Fleurs et Clous (Razafimamonjison *et al*, 2013b)

☺ **Le fruit ou anthofle**

C'est une baie allongée, de 2,5cm à 3cm de long sur 1,3cm à 1,5cm de large, rouge foncé à maturité. Calice, corolle et feuilles carpellaires forment la paroi charnue. Le tout étant surmonté par les 4 dents du calice. Ce fruit renferme 1, plus rarement 2 graines (Teuscher *et al*, 2005).



Figure 7: Anthofles (Razafimamonjison *et al*, 2013b)

I.3.4. Régénération de la plante

La régénération des girofliers peut être assurée par deux méthodes:

- **La transplantation des jeunes²**, produits par voie sexuée en pépinière ou qui poussent spontanément au pied des arbres adultes.
- **La multiplication par voie végétative**, bouturage, greffage ou marcottage est difficile et non au point (Dufournet, 1968).

Les variétés cultivées sont réparties dans trois groupes: la première se distingue par la coloration rouge vif de ses clous à maturité; la seconde, dénommée «*Bugu Lawan Kiri*», de taille réduite, produisent des clous rouge franc et la troisième, dite «*girofle femelle*», se remarquerait par la coloration blanchâtre de ses fruits. La plupart de ces variétés se trouvent en Indonésie. De telles distinctions n'ont pas été possibles dans les plantations de Madagascar et de Zanzibar. (Dufournet, 1968; Ranoarisoa, 2012).

I.3.5. Physiologie

Dès 5ans, le giroflier commence à porter des fleurs mais la récolte n'est vraiment profitable qu'à partir de la dixième année. La récolte des boutons floraux roses se fait durant les mois de Novembre et de Décembre, au fur et à mesure de l'arrivée des fleurs au stade favorable.

² viable à partir de 18 mois

Le rendement moyen par pied est de 15kg de clous frais/arbre/an. Compte tenu du taux de dessiccation de 28%, cette valeur est ramenée à 4kg à 5kg de clous secs par pied, c'est à dire 100 à 200 kg clous secs/ha (Demangel, 2011; François, 1928; Humbert *et al*, 1965; Leung, 1971; Randriamanalina, 1990). La production est relative à un groupe d'âge bien déterminé:

- ✓ 6ans à 10ans: Rendement inférieur à 10Kg par arbre
- ✓ 10ans à 70ans: Le rendement augmente régulièrement pour atteindre le maximum de 20Kg par pied
- ✓ A partir de 70ans: Le rendement commence à baisser
- ✓ Plus de 80ans: 12Kg/arbre (Leung, 1971)

Le rendement est aussi fonction de l'écologie: sur les bas de pente, le rendement annuel de clous secs est de 3kg/arbre. Sur les sols dégradés des collines, cette quantité baisse à 1kg/arbre. (Ranaivoarisoa, 1981)

I.3.6. Écologie

Cet arbre requiert des climats équatoriaux, chauds (T_{moy} : 28°C), de forte pluviométrie (1500mm-2000mm) à pleine lumière (Ensoleillement: 2200h/an) dont l'altitude ne dépasse pas 300 m. Il est d'ailleurs considéré comme une espèce caractéristique du climat équatorial, ou tropical humide, de basse altitude. Les girofliers peuvent survivre jusqu'à 600m voire 700m d'altitude mais leur végétation est ralentie: ils sont rabougris et fructifient très peu. Les belles plantations se trouvent ordinairement au dessous de 200m.

C'est une culture facile, demandant peu de soins (Ramanantsoavina, 1971). Il préfère les sols sédimentaires, pas trop sableux, bien drainés et d'un pH≈6,8. Il réussit très bien sur les pentes et flancs de collines ferrallitiques. Les Betsimisaraka lui réservent les sols qui ne conviennent pas au caféier. D'enracinement superficiel, les girofliers ne résistent pas aux vents violents et préfèrent donc la situation abritée. Le giroflier demande en outre une humidité atmosphérique voisine de 80%. (Humbert *et al*, 1965; François, 1928; Randriamanalina, 1990, Ramiandrisoa, 2010; Demangel, 2011; Ledreux, 1932; Dufournet, 1968).

I.3.7. Maladies et ennemis de la plante

Plante fragile, le giroflier est sensible aux maladies et aux vents mais de tous les ennemis, l'*andretra* (*Chrysotypus mabilianum*) est le plus redouté.

I.3.7.1. En pépinière

Le giroflier est frappé par deux maladies cryptogamiques dont:

- **l'anthracnose**, due à la *Mycosphaeralla caryophyllata* qui se manifeste par des tâches de couleur crème cerclées de bleu sur les feuilles;
- **Alternariose** due à *Mycosphaeralla alternaria sp.* qui se manifeste par un ramollissement des tiges.

I.3.7.2. En plantation

Il souffre de dépérissement causé par le pourridié blanc, le vent et l'*andretra* (Ranaivoarisoa, 1981; Dufournet, 1968)

🕒 Le Vent :

La destruction des girofliers de Madagascar est surtout attribuée au passage des différents cyclones comme Ivan (2008), *Honorinina* (1986) et *Bonita* (1995). La fragilité des branches en plus de la faiblesse constatée au niveau du système racinaire rend les girofliers très vulnérables en cas de dépression tropicale. L'étêtage en vue de la distillation des feuilles réduit la hauteur des arbres et permet de lutter contre les méfaits du vent. (Aneja et Joshi, 2010 ; Dufournet, 1968; Randriamanalina, 1990; Teuscher, 2005). La figure 8 rapporte l'état des girofliers après le passage du cyclone Ivan.



Figure 8: Etat des girofliers après le passage du cyclone Ivan (Ranoarisoa, 2012)

🕒 L'andretra (*Chrysotypus mabilianum*):

Il s'agit d'un lépidoptère dont les chenilles (*kakan-jirofo*) attaquent le giroflier de fin décembre à juillet. Elles pénètrent par les bourgeons et rongent les tiges. Ces chenilles progressent de 5cm-20cm par mois et arrivent à creuser une galerie de 0,40m à 1,60m. Un pied peut être attaqué simultanément par plusieurs chenilles. Ces attaques aboutissent au dessèchement des branches ou même de l'arbre entier. Moins fréquent mais plus redoutable que l'*andretra*, il y a aussi le *lafamongy* ou *andretra rakodidina* qui

rongent les pieds de l'arbre et la plante meurt au bout de 3 à 4 semaines (Frappa, 1954; Ranoarisoa, 2012).



Figure 9: De gauche à droite; *C. mabillianum* adulte (Ranoarisoa, 2012), larves de *l'andretra* dans sa galerie, Galerie dans une branche (Cliché: Rakotoarison, 2013)

I.3.8. Distribution géographique

Le giroflier est cultivé un peu partout dans le monde. Les suivants sont les zones de cultures les plus connues: Malaisie (Penang), Tanzanie (Zanzibar et Pemba), Madagascar, Indonésie (Amboine et Céram), Inde (Andaman, Nicobar), Sri Lanka, La Réunion, Maurice, Comores, Martinique, République Dominicaine, Jamaïque, Gabon, Guyane française, Haïti (Alma *et al*, 2007; Aneja et Joshi, 2010; Benzeggouta, 2005; Srivastava *et al*, 2004; Teuscher *et al*, 2005), Brésil (Bahia) (Purbopuspito et Van Rees, 2002), Cuba (Pino *et al*, 2001), Les Seychelles (Vernin, 1994), et Bangladesh (Bhuiyan *et al*, 2010). La figure suivante montre la répartition mondiale de la culture du giroflier.

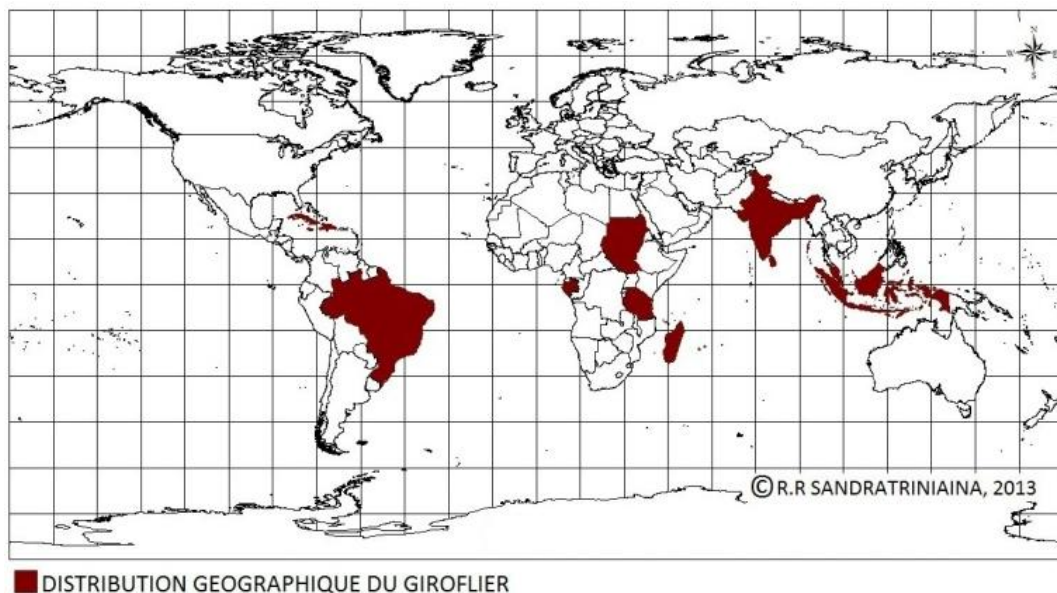


Figure 10: Répartition mondiale de la culture du giroflier (Auteur, 2013)

A Madagascar, comme en Indonésie, en Tanzanie, et au Sri Lanka, la culture de cette plante se fait de manière extensive (Raina *et al*, 2001). Le mode de culture, la récolte ainsi que les opérations

post-récoltes relèvent d'un savoir-faire traditionnel. Les girofliers, bien acclimatés, se cultivent aujourd'hui sur tout le littoral Est, berceau historique des cultures de rente de la Grande île. Ils s'étendent de Sambava à Farafangana, avec une forte concentration dans la région Analanjirofo (Cf. figure 11).

La culture du giroflier est une culture d'appoint qui se rencontre de la cote à 300m d'altitude (Ramanantsoavina, 1971). Les principales zones de culture sont: Fenerive-Est, Soanierana Ivongo, Vavatenina, Mananara, Maroantsetra et Sainte-Marie (Dufournet, 1968 ; Ramanantsoavina, 1971). Un aperçu de la couverture en girofliers de Madagascar est relaté par la figure 11.

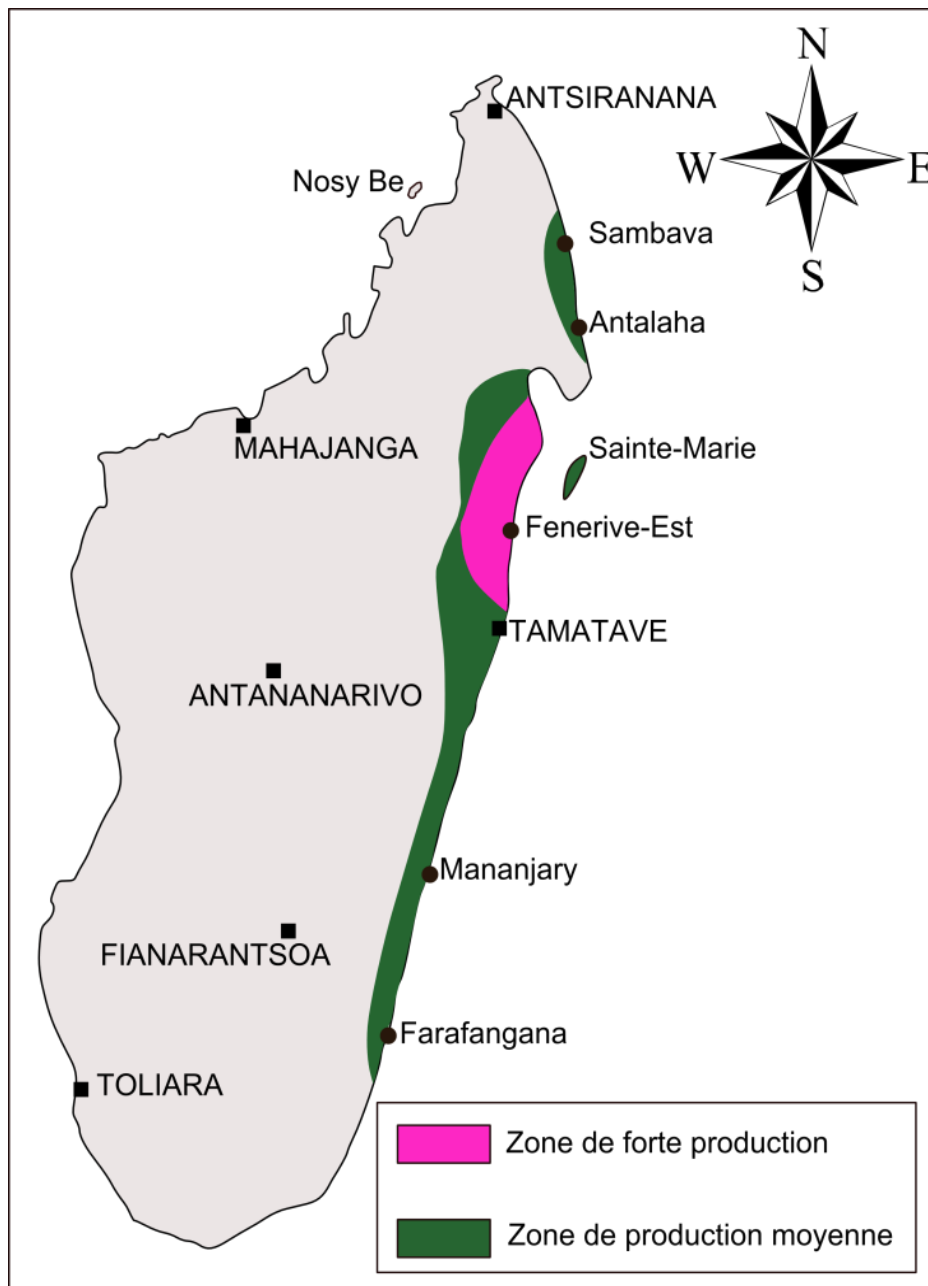


Figure 11: Couverture en girofliers de Madagascar (Auteur, 2013)

I.3.9. Les produits de la plante

Les principaux produits de la plante sont: les feuilles (production d'essence), les anthofles (régénération de l'espèce et essence), les clous (épices et essence) (Ramanantsoavina, 1971; Ranaivoarisoa, 1981; Teuscher *et al*, 2005).

I.3.9.1. Les clous

Ce sont les boutons floraux aromatiques séchés du giroflier (Polzin *et al*, 2007). Ils sont d'une couleur très pâle et deviennent rouge vifs à l'approche de la période de récolte (Cf. figure 12 et 13). A cette période, les clous atteignent une longueur de 1,5cm-2cm (Alma *et al*, 2007).



Figure 12: Clous frais (Ririfleur, 2008)



Figure 13: Clous secs (VanAroma, 2010)

I.3.9.2. Les huiles essentielles

Toutes les parties végétatives des girofliers sont plus ou moins riches en huile essentielle. Les clous en sont les plus riches (15%-20%), suivi par les griffes (4%-6%), les fruits (2%-3%) et les feuilles (1%-3%) (Dufournet, 1968; Smadja, 2009).

a) Composition chimique

Elle est dominée par un phénol (eugénol), des sesquiterpènes (β -caryophyllène, α - et β -humulène et α -ylangène) et un ester (acétate d'eugényle). Les autres composants comme le méthylamylcétone ou le méthylheptylcétone, même présent à l'état de trace, jouent des rôles très importants dans les caractéristiques organoleptiques (Smadja, 2009; Vernin *et al*, 1994).

b) Caractéristiques sensorielles

Les caractéristiques sensorielles globales des huiles essentielles de girofles sont rapportées par le tableau III (Benzeggouta, 2005; Gaydou et Randriamiharisoa, 1987; Pino *et al*, 2001; Teuscher *et al*, 2005).

Tableau III: Caractéristiques organoleptiques globales des huiles essentielles de girofle

• Aspect	: Liquide clair et mobil;
• Odeur	: caractéristique, chaude, épicée, sucrée;
• Saveur	: épicée, brulante, légèrement amère et fortement aromatique ³ ;
• Goût	: de girofle;
• Couleur	: Incolore à jaune brunâtre.

c) Propriétés physico-chimiques

Le tableau suivant relate les propriétés physico-chimiques générales des huiles essentielles de girofle (Hytec, 2011; Jeancard, 1927; Osman *et al*, 2012)

Tableau IV: Propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle de girofle

• Densité à 15°C	: 1,050 à 1,062
• Indice d'acide	: 3,00
• Indice d'ester	: 32,0
• Indice de réfraction	: 1,433 à 1,535
• Indice de saponification	: 35,00
• Miscibilité à l'alcool	: 1 à 1,5 (70°GL); 1,5 à 2 (65°GL); 2,5 (60°GL)
• Point éclair	: 97°C
• Pouvoir rotatoire à 15°C	: -0°40' à -0°23'

1.3.10. Les facteurs de variabilité de la composition chimique des huiles essentielles de girofle selon les résultats des recherches antérieures

L'essence de girofle, comme celle d'autres produits d'ailleurs, fait état d'une grande variation qualitative et quantitative. A l'exemple des travaux de Prashar *et al*, 2006, les études antérieures s'accordent sur le fait que ces huiles essentielles sont dominées par la prépondérance de l'eugénol, de l'acétate d'eugényle et du β -caryophyllène. Pourtant, les pourcentages relatifs de chaque constituant ne fait par l'unanimité des auteurs. Afin de maîtriser les variations qualitatives des produits, la norme AFNOR NFT 75-207 fixe la composition des lots commercialisables. Pour chaque type de produits, les teneurs en eugénol, β -caryophyllène et d'acétate d'eugényle sont données par le tableau suivant.

Tableau V: Normes AFNOR pour les huiles essentielles de girofle (Demangel, 2011)

Composé	Essence de Feuilles	Essence de clous	Essence de griffes
β -caryophyllène (%)	4 à 17	2 à 7	4 à 12
Eugénol (%)	80 à 92	75 à 87	83 à 92
Acétate d'eugényle (%)	0,2 à 4	8 à 15	0,5 à 4
Densité relative à 20°C	1,039 à 1,049	1,042 à 1,063	1,041 à 1,059

³ Les clous mâchés laissent en bouche des sensations d'engourdissement

Ces variations sont attribuées à plusieurs facteurs.

a) Les organes distillés

Les clous fournissent des essences les plus pauvres en eugénol suivi par les feuilles et les griffes. Pour l'acétate d'eugényle, les plus riches en sont les clous, puis les feuilles et enfin les griffes. Pour les feuilles, la seconde place est occupée par le β -caryophyllène et l' α -humulène, les moins représentés dans les essences de clous (Razafimamonjison *et al*, 2013a)

❖ Clous

L'essence de clous est constituée généralement de 70%-90% (rarement 98%) d'eugénol, 10%-17% d'acétate d'eugényle et 5-12% de β -caryophyllène (Ali *et al*, 2005; Alma *et al*, 2007; Hytec, 2011; Leung, 1971; Backheet, 1998; Ranoarisoa, 2012; Rovio *et al*, 1999). Une teneur élevée en eugénol et en β -caryophyllène, respectivement de 78% et de 13% a été remarquée par Prashar *et al*. (2006). Par contre, Gaydou *et al* (1987) et Fichi *et al* (2007) ont trouvé respectivement que les essences de clous contiennent 77,10% et 59,3%, d'eugénol, 11,20% et 24,9% de β -caryophyllène, 7,38% et 4,2% d'acétate d'eugényle. Par ailleurs, Fu *et al*. (2007) et Chaieb *et al*. (2007) ont trouvé des résultats tout à fait différents: les essences analysées par Fu *et al*. (2007) sont caractérisées par de l'eugénol à 68,52%, du β -caryophyllène à 19%, de l'acétate d'eugényle à 10,15% et du caryophyllène à 1,85% tandis que celles de Chaieb *et al*. (2007) sont définies par l'eugénol (88,58%), l'acétate d'eugényle (5,62%), le β -caryophyllène (1,39%) et d'autres constituants mineurs (0,1 à 0,9%).

❖ Anthofles

Les fruits avant maturité fournissent une essence contenant 88% de phénol (Ledreux, 1928).

❖ Feuilles

L'essence de feuilles dose ordinairement de 75 à 85% d'eugénol. Certaines essences exceptionnellement riches renferment plus de 93% d'eugénol. La densité varie de 1,048 à 1,060 (Benzeggouta, 2005; Gopalakrishnan *et al*, 1984; Humbert *et al*, 1965; Jeancard, 1927; Ledreux, 1928; Ledreux, 1932; Prashar *et al*, 2006; Vernin *et al*, 1994). Pour Raina *et al* (2001) et Srivastava *et al* (2004), le principal constituant est l'eugénol (94,4% contre 82%, respectivement) suivi par le β -caryophyllène (2,9 contre 13%), l' α -humulène (0,3 contre 1,5%) et enfin l'acétate d'eugényle (0% contre 0,4%). A part ces trois éléments de base, Srivastava *et al*. (2004) ont trouvé d'autres composés comme (E)- α -Bergamotène (0,4%), γ -cadinène (0,3%). Jirovetz *et al*. (2006) ont discerné 21 composants dont Eugénol (76,8%), β -caryophyllène (17,4%), α -humulène (2,1%), acétate d'eugényle (1,2%), et oxyde de caryophyllène (0,4%).

❖ **Griffes**

L'essence de griffes est moins fine et sa densité varie de 1,040 à 1,060. Sa distillation fournit des essences contenant 85 à 98% d'eugénol. Les griffes des Seychelles contiennent jusqu'à 98% d'eugénol. L'essence de griffes contient également du caryophyllène, du naphthalène (Ledreux, 1928), du furfurol, d'acide salicylique, d'alcool méthylique et de vanilline.

b) Etat des matières premières❖ **Clous**

La teneur en eugénol augmente avec la maturité tandis que celle des acétates d'eugényle diminue. Ce changement affecte également l'arôme et les caractéristiques physico-chimiques des essences. Les produits issus des clous verts non séchés ont des odeurs fruitées. (Gopalakrishnan *et al*, 1982).

❖ **Feuilles**

Si le rendement rapporté à la matière sèche est très nettement supérieur dans le cas des jeunes feuilles, la teneur de l'essence en eugénol, par contre est plus faible. Les modes de séchage des feuilles n'ont pas d'influence sur la composition chimique de l'essence; ce qui n'est pas le cas d'une fermentation avancée induisant la désintégration des feuilles. La présence en plus ou moins grande quantité de clous, de griffes voire d'anthofles dans les branchettes destinées à la distillation agit aussi bien sur la composition chimique que sur le rendement (Cf. Annexe 4, p102). (Ramalanjaona et Jourdan, 1961).

c) Variation géographique

La composition chimique des essences de girofle varie en fonction de l'origine géographique (Meyer, 2008).

❖ **Clous**

Les essences analysées au Portugal et au Cuba contiennent respectivement 85,3% et 69,9% d'eugénol, 09% et 13% de β -caryophyllène, 0% et 16,1% d'acétate d'eugényle et enfin 6,8% et 0,6% d' α -humulène (Gopalakrishnan *et al*, 1982; Pino *et al*, 2001). Des clous de girofle provenant de Madagascar ont permis d'avoir les résultats suivants: eugénol (70,1%), β -caryophyllène (4,8%), α -humulène (0,55%), α -terpenyle acétate (0,1%), methyl eugénol (0,2%), humulène époxyde (0,2%) et chavicol (0,3%) (Muchalal et Crouzet, 1985).

❖ **Griffes**

Les constituants majeurs des essences de griffes venant de l'Inde et de Madagascar sont l'eugénol (70 % et 82 %) et le β -caryophyllène (19.5 % et 7,2 %). Des différences significatives sont

observées dans la teneur en acétate d'eugényle des huiles essentielles de griffes provenant des deux régions (2,1 % contre 6 %), en α -humulène (1,9 % contre 0,8 %), en (E) α -bergamotène (1,3 % contre 0,2 %), en iso-eugénol-1 (0,8 % contre 0,1 %) , en γ -cadinène (0,8 % contre 0,2 %), en (E)-nérolidol (0,1 % contre 0,4 %), en allo-aromadendrene (0,3% vs 0.1%) et en selinène (0,1% contre 0,3%) (Srivastava *et al.* 2004).

❖ Feuilles

La composition chimique de l'essence de feuilles venant de Little Andaman diffère de celles venant d'Indonésie avec des variations en eugénol (94.4 % contre 71 %), en caryophyllène (2,9 % contre 14 %) et en α -humulène (0,36 % contre 1,75%) respectivement. Le β -caryophyllène (2,9 %), le nérol (0,79 %) et l'oxyde de caryophyllène (0,67 %) sont présents dans les huiles essentielles venant de Little Andaman mais absents ou à l'état de trace dans les échantillons venant du sud de l'Inde. De même, l'acétate d'eugényle (1,5 %) et l' α -farnesol (0,5 %) ont été seulement détectés dans les échantillons venant du sud de l'Inde (Cf. Annexe 5, p103) (Raina *et al.* 2001; Vernin *et al.* 1994).

d) Facteurs techniques

❖ Pression

D'après Koller, (1979), la pression de service de l'alambic est déterminante pour la qualité chimique et organoleptique des huiles essentielles de clous. En effet, le tableau VI rapporte des résultats selon lesquels, la distillation par entraînement à la vapeur sous pression atmosphérique (P=1atm, T=125°C) est surpassée, en terme de qualité des produits finis, par une distillation à basse pression 0,06bar (donc à T=55°C plus basse).

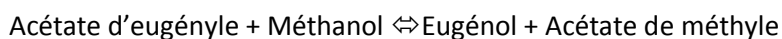
Tableau VI: Rapport entre pression et qualité des huiles essentielles de clous

Composants (%)	Distillation sous pression atmosphérique	distillation à basse pression
β -caryophyllène	10,1	5,5
α -caryophyllène	1,0	0,7
Eugénol	80,3	85,4
Acétate d'eugényle	7,7	7,6

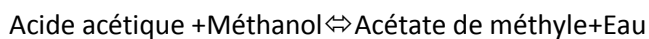
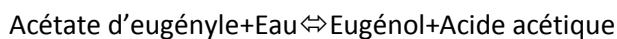
❖ Condition de stockage

Au cours du stockage, la lumière, l'air, et l'humidité sont les principaux facteurs induisant la dégradation de la qualité de l'huile essentielle. Néanmoins, des paramètres secondaires comme le matériel de conditionnement et la durée de stockage doivent être pris en compte (Koller, 1979). Cette détérioration se manifeste au niveau de l'aspect (devient huileuse), l'odeur (rancisse) et le goût. Ces changements sont les résultats des réactions chimiques telles que l'estérification, l'alkoolyse et l'hydrolyse qui transforment les acétates d'eugényle en acétate de méthyle ou d'eugénol (Koller, 1979b; Teuscher *et al.* 2005)

▪ **Alcoolyse :**



▪ **Hydrolyse et Estérification**



❖ **Matériels de fabrication des alambics et conduite de distillation**

Dans le cas du girofle, la qualité visuelle des produits finis dépend de la nature des matériels utilisés lors de la distillation. Le matériel de fabrication de l'essencier a le plus d'impact sur la couleur de l'essence. Cette variation de couleur est due à la formation d'eugénate de métal dont la couleur varie en fonction de l'espèce de métal (Ramalanjaona et Jourdan, 1961). En effet, une essence jaune d'or telle qu'on l'extrait d'un alambic en verre, donne, au contact des métaux usuels les colorations suivantes (Leung, 1971).

- **Aluminium:** jaune d'or
- **Cuivre:** Ambrée
- **Fer étamé électrolytique:** noire
- **Fer:** noire

I.3.11. Importance des huiles essentielles de giroflier

Le principal intérêt de l'huile essentielle de girofle réside dans sa teneur en eugénol et que ce dernier est la matière première de la fabrication de l'isoeugénol et de la vanilline.

Outre ses applications médicales (anesthésique, analgésique, antiallergiques), les huiles essentielles de girofle sont également utilisées en parfumeries, en cosmétiques, en industries agroalimentaires, en industries de peintures et dans les industries du tabac (Kretek en Indonésie,...). De part sa composition chimique, cette huile essentielle a d'importantes propriétés biologiques (antiseptique, antimicrobienne, antivirale, pesticide, ...) et technologiques (antioxydant, stabilisant,...) (Alma *et al*, 2007; Chanseau *et al*, 2002; Griffiths, 2000; Gaydou et Randriamiharisoa, 1987; Jirovetz *et al*, 2006; Oronsky et Oronsky, 2009; Prashar *et al*, 2006; Punitha *et al*, 2008; Purohit et Kulkarni, 2005; Vidal *et al*, 2008). L'annexe 10 (p107) rapporte d'autres propriétés de cette l'huile essentielle.

⇒ **Remarques: toxicité**

Contrairement à l'idée de Fu *et al* (2007), sans précaution, l'huile essentielle de girofle peut causer des graves préjudices aux utilisateurs:

Des études *in vitro* ont démontré que les essences de girofle peuvent avoir des propriétés cytotoxiques à l'endroit des cellules endothéliales et des fibroblastes humains. De ce fait, son utilisation doit être limitée (moins de 20%): elle doit être diluée dans une huile végétale (Prashar *et al*, 2006).

Des études sur des rats de laboratoire ont démontré que le méthyle eugénol peut causer des dommages sur les cellules hépatiques (tumeur). La dose journalière admise pour ce composé ne doit pas dépasser 0,05mg/Kg de poids corporel (De Vincenzi *et al*, 2000).

Le caractère anesthésiant de l'eugénol peut causer des dangers chez les fumeurs du kretek⁴. Des fois, ses méfaits peuvent atteindre le système respiratoire. Elle peut causer des complications sur la circulation sanguine et le système nerveux. La dose létale par voie orale est de 3,752g/Kg de poids corporel (Aneja et Joshi, 2010; Guidoti *et al*, 1992).

⁴ Cigarettes indonésiennes

I.4. Conclusion partielle I

Les plantations de giroflier de Madagascar sont datées de 1900. Après celle de la vanille et le café, la commercialisation des produits du giroflier occupe la troisième place dans l'économie agricole *malagasy*. Avec les quantités moyennes de 11 000 tonnes pour les clous et 1500 tonnes pour l'essence, la grande île est classée deuxième producteur et premier exportateur mondial. Le développement de cette filière est cependant freiné par la variabilité qualitative des produits. Pour les huiles essentielles, cette variabilité se manifeste par la fluctuation de la teneur en eugénol, en β -caryophyllène et en l'acétate d'eugényle. Selon les données de la littérature, ces variations sont les conséquences de plusieurs facteurs.

La norme AFNOR NFT 75-207 fixe la composition chimique des lots commercialisables. Les essences de clous, de feuilles et de griffes doivent contenir respectivement 75-87%, 80-92% , 83-92% d'eugénol; 8-15%, 0,2-4%, 0,5-% d'acétate d'eugényle et 2-7%, 4-17%, 4-12% de β -caryophyllène. Ces informations indiquent que le matériel végétal constitue la première source de variation.

La composition chimique change également en fonction de la nature et de l'état des matières premières. En fonction de la zone de collecte des feuilles, l'eugénol et l'acétate d'eugényle, varient respectivement de (69,9-85,3%; 0-16,1%) chez les clous et (70-82% ; 2,1-6%) pour les griffes.

Le dernier objet de variation est d'ordre technique: La pression de service des alambics a des impacts non négligeables sur les propriétés organoleptiques des produits. Sous l'influence des intempéries, les caractéristiques physiques et sensorielles peuvent varier durant le stockage. La couleur dépend des matériaux de fabrication de l'essencier.

En étudiant les alambics et les paramètres de distillation au niveau des distilleries artisanales, la présente étude se projette de proposer des solutions aux problèmes de variabilité quantitative et qualitative des huiles essentielles de feuilles de giroflier. Les interventions se focalisent sur les processus de production. Elles auront l'avantage comparatif d'être réalisées sur terrain, en développant un protocole d'échantillonnage et d'analyse initié depuis la préparation de la matière première à l'analyse chimique. La prochaine partie expose les outils méthodologiques.

Partie II

MATERIELS ET METHODES

II.1. Présentation de la zone d'étude

En se tenant à l'objectif principal, la commune rurale d'Ambatoharanana peut être considérée comme la zone d'étude principale. Les interventions à Ampasina Maningory et Vohilengo se résument aux observations de deux alambics améliorés.

Située sur le littoral Centre-Est de Madagascar, Ambatoharanana fait partie du District de Fenerive-Est, dans la région Analanjirofo. Elle est localisée entre le 17°12' et 17°25' de latitude Sud (S) et le 49°12' et 49°20' de longitude Est (E). Son chef lieu, situé au (17°18'26,6"S ; 49°18'35,0"E) se trouve à une vingtaine de kilomètres au Nord-Ouest de Fenerive-Est. Elle est limitée à l'Est par les communes rurales d'Ampasina Maningory et d'Ambodimanga II, au Nord par la commune rurale de Vohipeno, à l'ouest par la commune rurale de Vohilengo et au Sud par le District de Vavatenina (Cf. figure 14).

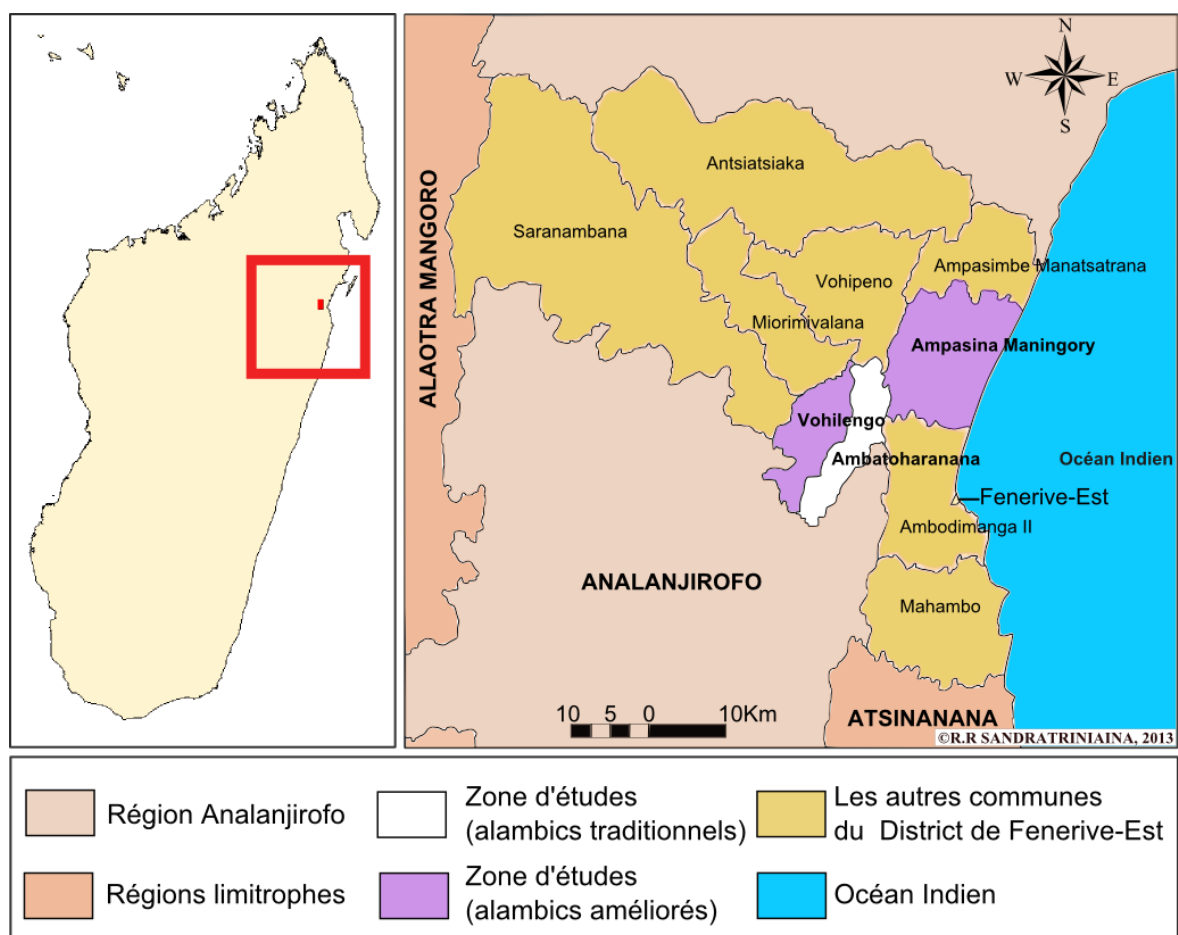


Figure 14: Localisation géographique du milieu d'études (Auteur, 2013)

Avec une superficie de 92 Km², la commune rurale d'Ambatoharanana est subdivisée en 18 *fokontany* dont: Mahatsara (le chef-lieu), Lohariana, Ambodihazinina, Ambodivohitra, Soberaka, Ambodimanga Ranomafana, Saharina, Andapa, Mangoandrano, Ampiranambo II, Beampy,

Ambodimanga Mahalena, Ambodiafomena, Manakambahiny, Tsaratampona I, Anjahamarina, et Ambodihasina (Cf. figure 15).

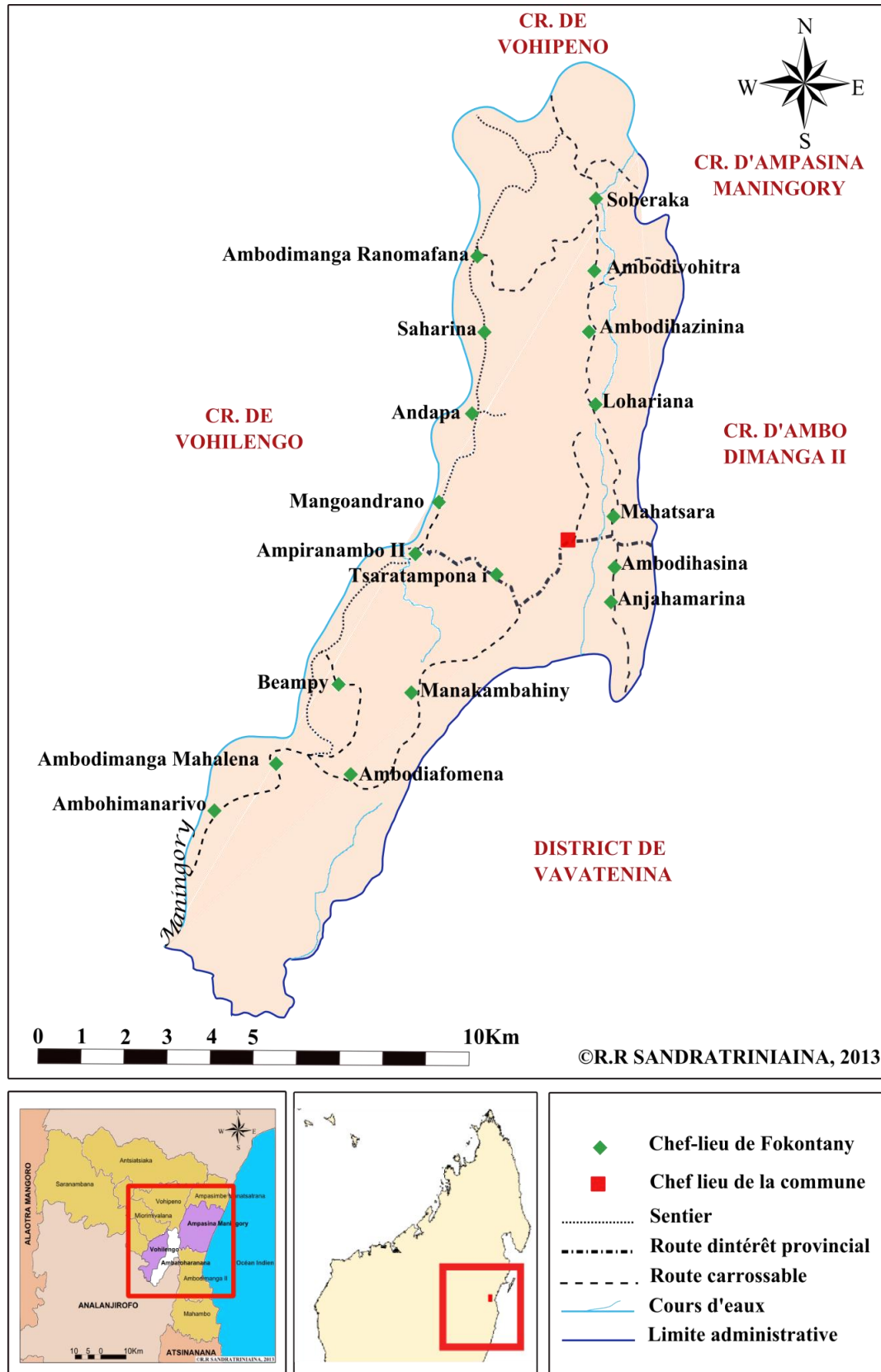


Figure 15: Organisation administrative d'Ambatoharanana (Auteur, 2013)

II.1.1. Milieu physique: Climat

La zone d'études est marquée par un climat tropical chaud et humide, soumis au régime de l'Alizé. La pluviométrie moyenne annuelle de 2500mm est répartie sur 180-300 jours. La période de Décembre à Mars est considérée comme la plus arrosée. En revanche, les mois d'Août à novembre sont les plus secs. La température moyenne annuelle est de 24°C. La température la plus élevée est constatée au mois de Décembre à Mars tandis que la plus basse est enregistrée entre le mois de Mai et le mois d'Août.

La région Analanjirofo est une des trajectoires des fréquents cyclones. Les énormes pluies et les vents violents apportés par ces cataclysmes n'épargnent pas les cultures comme les girofliers (Razakaratrio, 2011).

II.1.2. Milieu humain

Ambatoharanana est peuplée par plus de 8 000⁵ habitants, composés en majorité de paysans. Les cultures vivrières sont marquées par la prépondérance du riz, du manioc et du maïs. Les cultures de rentes sont représentées par le girofle, le café, la vanille et le litchi. L'élevage est généralement bovin et porcin. La distillation des feuilles de giroflier, durant les périodes de soudures et aux alentours des fêtes fournit un supplément de revenus pour les ménages.

II.2. Echantillonnage

Une des limites des travaux antérieurs sur les huiles essentielles de feuilles de giroflier est l'absence de transparence sur les caractéristiques des échantillons. Très souvent, il est impossible de déterminer avec certitude les conditions d'obtention des échantillons analysés. Limitée dans une seule commune, la présente étude se précise sur la traçabilité des échantillons. Cette restriction géographique permet d'accéder à toutes les étapes de la production depuis la préparation des matières premières jusqu'à l'obtention de l'huile essentielle en passant par la distillation. Le cas échéant, il est possible de remonter jusqu'aux processus de production du matériel végétal.

II.2.1. Localisation et identification des points à alambics

La collecte des échantillons débute toujours par une visite de courtoisie auprès des principaux notables. Cette démarche a pour objet de leur expliquer l'objet de la mission, d'obtenir des informations sur la culture locale et enfin de se renseigner sur l'emplacement des alambics.

Les coordonnées géographiques des points à alambics et de la zone de collecte des matières premières sont enregistrées avec un GPS.

⁵ 6000 habitants en 2001, avec un taux d'accroissement naturel de 3%. (MINAGRI, 2003)

Les points à alambic sont identifiés par un sigle (REF) composé de 3 lettres et d'un chiffre non nul. Un code terminé par le caractère «zéro» désigne un chef-lieu⁶. Les lettres se rapportent au nom du Fokontany ou du village d'appartenance de l'alambic, tandis que le chiffre spécifie chaque alambic du même village (respectivement du même Fokontany). Une lettre ajoutée à la référence de l'alambic indique le rang de la cuisson considérée (Cf. Tableau VII). Ainsi, ABV0 est le **chef-lieu** du Fokontany d'AmBodiVohitra; mais ABVi (i: entier non nul) est la référence attribuée au i^e alambic du Fokontany d'AmBodiVohitra. ADR1 α (α =A à Z) désigne par contre l'échantillon pris sur la cuisson de rang α de l'alambic ADR1, rattaché au village d'AnDRatambe.

Les coordonnées géographiques des points particuliers sont rapportées à l'annexe 1 (p98). Le tableau suivant expose la codification alphabétique des zones de collectes avec le nombre et la liste des échantillons pris par Fokontany.

Tableau VII: Codification alphabétique et liste des échantillons par Fokontany

N°	FOKONTANY (ou communes)	VILLAGES	CODES	ECHANTILLONS	NOMBRE
1	AMBATOHARANANA		AMB	AMB1, AMB5, AMB2A, AMB2B, AMB2C, AMB2D, AMB3A, AMB3B, AMB3C	9
2	LOHARIANA		LHR	LHR1, LHR2, LHR3A, LHR3B	4
3	AMBODIAHAZININA		AHZ	AHZ1, AHZ3, AHZ5, AHZ6, AHZ7C, AHZ8, AHZ4A, AHZ4B, AHZ4C, AHZ7A, AHZ7B,	11
4	AMBODIVOHITRA	Ambodivohitra	ABV	ABV1, ABV2, ABV3, ABV4,	4
		Marovanihy	MRV	MRV1	1
		Tsaratampona 2	TSR	TSR1, TSR2, TSR3,	3
		Andratambe	ADR	ADR1, ADR2, ADR3,	3
5	SOBERAKA	Ambolomadinika	ABL	ABL1, ABL2	2
		Sahavolo	SHV	SHV1	1
		Ambodiovitra	ABO	ABO1	1
		Antanankoro	ATK	ATK1	1
		Manaratsandry	MNR	MNR1	1
6	AMBODIHASINA		ABH	ABH5, ABH9A, ABH9B, ABH9C	4
7	TSARATAMPONA I		TST	TST1, TST2, TST3, TST4, TST6, TST7, TST8	7
8	MANAKAMBAHINY		MKB	MKB1, MKB2, MKB3	3
9	AMBODIAFOMENA		AFM	AFM1	1
10	AMBOHIMANARIVO		AMN	AMN2	1
11	AMBODIMANGA MAHALENA		ABM	ABM1	1
12	AMPIRANAMBO II		APR	APR3	1
13	MANGOANDRANO		MGD	MGD1, MGD2	2
14	BEAMPY		BAP	BAP1	1
15	Commune de VOHILENGO		VHL	VHL1	1
16	Commune d'AMPASINA MANINGORY		APM	APM2	1

⁶ De commune, de Fokontany ou de Village

II.2.2. Collectes d'informations

Les recherches d'informations ont été faites suivant trois méthodes: l'observation, l'enquête et l'appréciation directe.

II.2.2.1. Observation

C'est le début de toute intervention. Il s'agit de noter visuellement tous les faits et gestes du distillateur ou d'autres intervenants. Parfois, elle est suivie d'une enquête. L'observation est surtout utilisée pour scruter la conduite de distillation.

II.2.2.2. Enquête

Une série de questions est posée de manière naturelle en vue d'obtenir des informations inaccessibles à l'observation. Elle est utilisée par exemple dans la détermination: du temps de séchage des feuilles, de la quantité de travail mis en œuvre, des différents coûts pour l'analyse économique.

II.2.2.3. Appréciation directe

Cette méthode requiert l'utilisation d'appareils de mesure spéciaux. Ces appareils ainsi que ses fonctions sont rapportés par le tableau ci-après. Les éléments des alambics artisanaux ayant fait l'objet d'une mensuration sont disponibles à l'annexe 8 (p106).

Tableau VIII: Les appareils utilisés

MATERIELS	FONCTIONS
Entonnoirs	Facilite l'admission des liquides dans une bouteille (ex : huile essentielle, eau pour la mesure de débit)
Récipient de capacité connue + Chronomètre	Mesure des différents débits
Thermomètre sonde	Prise de température
GPS	Relever les positions géographiques des points particuliers
Mètre ruban	Appréciation des différentes dimensions
Balance de précision (200g), Balance de type peson (100Kg)	Détermination de la masse (Stade de feuilles, matières premières)
Flacons en verre ambré	Conservation des échantillons
Pied à coulisse	Mesure des différentes épaisseurs

Toutes les valeurs (ex: Masse, longueur, débit, ...) indiquées dans ce rapport sont issues de la moyenne d'au moins trois mesures. Les températures sont périodiquement notées durant les cuissons. Afin d'éviter toute aberration, l'évaluation des épaisseurs des différentes parois se pratiquaient sur les zones présentant les moins de déformation possible.

II.2.2.4. Estimation

Par défaut de moyen et/ou de temps, l'estimation est de rigueur. Cette technique consiste à prendre au moins 5 parties représentatives de l'ensemble à estimer, les quantifier puis évaluer la quantité de départ à partir de la moyenne des valeurs trouvées. Ce procédé a été exploité dans la quantification des matières premières⁷ et dans la détermination de la proportion des différents stades⁸ de feuilles.

La fréquence d'ajout des combustibles (FAC)⁹ est obtenue de la manière suivante: Une quantité représentative des comburants est pesée puis laissée au distillateur. Le temps de combustion de cette prise est noté. L'opération est répétée plusieurs fois, et la moyenne est enregistrée.

II.2.3. Collecte des échantillons

D'un alambic à un autre, chaque distillation est inspectée depuis la préparation des matières premières jusqu'à ce que l'essence soit conditionnée dans son emballage de transport. Les faits marquants sont rigoureusement notés. A la fin de chaque opération, un échantillon de 30ml d'huile essentielle acheté au producteur est conservé dans des flacons en verre ambré.

La collecte des échantillons s'est effectuée dans 14 des 18 Fokontany d'Ambatoharanana. L'opération couvre 50 des 129 alambics identifiés. En tout, 64 échantillons (Cf. tableau VII, p29) ont pu être réunis.

En se référant à la figure 1 (p5) et selon l'objectif suivi, la descente sur terrain a permis de réunir trois sortes d'échantillons d'essence:

- En vue de la classification des alambics: 50 échantillons
- Suivi de distillation: 18 échantillons
- Etude des alambics améliorés: 2 échantillons

La collecte de ces échantillons est associée à l'enregistrement du rendement à l'extraction, des caractéristiques techniques de l'alambic, des paramètres liés à la conduite de distillation et des différents coûts utiles à l'analyse économique. Ces échantillons vont subir des analyses physico-chimiques et chromatographiques.

⁷ Combustibles et feuilles de giroflier

⁸ Ages

⁹ Quantité de combustibles consommée par unité de temps

II.3. Classification des alambics en fonction de la composition chimique des huiles essentielles produites

Il s'agit de rassembler dans le même groupe des alambics qui ont produit des huiles essentielles de qualité voisine. Elle se base sur les résultats d'analyses statistiques (ACP, AFD, CAH) appliquées à la composition chimique des échantillons.

II.4. Suivi de cuissons

Cette opération a comme finalité de déterminer si chaque groupe d'alambics produit des huiles essentielles de qualité stable. Elle est mise en œuvre par une surveillance individuelle des processus de production. Les alambics isolés des groupes formés sont évalués sur plusieurs cuissons successives. Les huiles essentielles qui en résultent sont analysées au CPG; et les résultats sont soumis à un test d'homogénéité utilisant la statistique multidimensionnelle.

A l'issue du test d'homogénéité, si les essences du même alambic sont chimiquement identiques, les alambics considérés produisent donc des huiles essentielles de qualité stable. Dans le cas contraire, d'autres variables (Cf. Annexe 2, p101) doivent être considérées dans le but d'avancer d'autres sources probables des variabilités.

II.5. Analyse des échantillons

Afin d'éliminer toute trace d'eau, les échantillons sont préliminairement traités avec des sulfates de sodium (ou de calcium) anhydre.

II.5.1. Analyses chromatographiques

C'est une méthode d'analyse très sensible permettant de séparer, d'identifier et de quantifier les divers constituants d'un mélange vaporisable. Elle va servir à l'analyse des huiles essentielles de feuilles de giroflier. Les analyses chromatographiques ont été effectuées dans le laboratoire de CHT/CTCP sis à Tamatave.

II.5.1.1. Définition et principes

La Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG) est une méthode de séparation des produits complexes susceptibles de se volatiliser comme les huiles essentielles. C'est une méthode souple, rapide et efficace mais aussi de haute technicité.

La CPG est une chromatographie de partage. En d'autres termes, la séparation des différents constituants résulte de la différence de leur coefficient de partage entre la phase stationnaire et la phase mobile, et se manifeste par des temps de séjour différents à l'intérieur de la colonne (temps

de rétention t_R). Bref, le but de la CPG est de décrire qualitativement et quantitativement le produit à injecter puisqu'elle permet à la fois de connaître le nombre et la nature des constituants ainsi que la concentration de chaque constituant.

II.5.1.2. Appareillages

L'appareil chromatographique se compose d'une chambre d'injection, d'une colonne de séparation, d'un manodétendeur et d'un enregistreur (accompagné d'un amplificateur). En outre, il peut être muni d'un dispositif de régulation et de mesure de débit du gaz vecteur. Le principe du CPG est résumé par la figure 16.

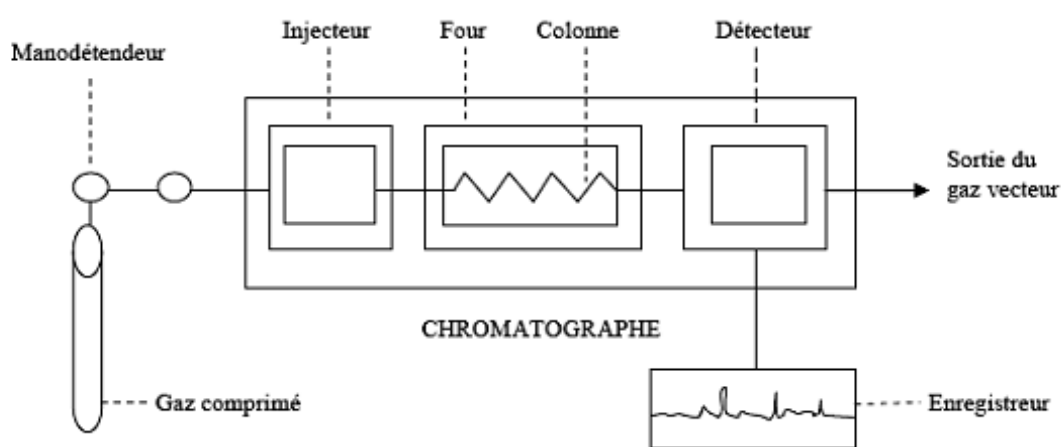


Figure 16: Schéma de principe de la chromatographie en phase gazeuse (Randriamiarinarivo, 2012)

Les analyses des échantillons d'huile essentielle de feuilles de giroflier ont été effectuées sur un chromatographe de type Focus GC (Cf. figure 17, p34) couplé à un ordinateur muni d'une base de données dédiée à la comparaison des temps de rétention relatives et d'un logiciel polyvalent, capable d'intégrer en temps réel l'air des pics. Il est équipé en outre d'un détecteur à ionisation de flamme, d'une colonne capillaire en silice fondue PG-WAXMS 60m*0,25mm*0,25 μ m (phase stationnaire: polyéthylène glycol), et d'un injecteur 230(S/SL). La température du four a été programmée de 60°C à 230°C à raison de 7°C par minute. L'injecteur et le détecteur sont respectivement à 230°C et 250°C.

L'identification des composants se fait par comparaison des temps de rétention relative avec une base de données informatisée. La concentration de chaque constituant chimique est exprimée relativement en fonction de l'intégration de l'aire des pics correspondant.

Ces analyses permettent d'étudier la composition des échantillons en eugénol (**EUG**), en β -caryophyllène (**BCA**), en oxyde de caryophyllène (**OXC**) et en acétate d'eugényle (**ACE**). Les formules chimiques de ces composants sont dispensées en annexe 21 (p119).



Figure 17: Chromatographe Focus GC (Cliché : Razafimamonjison, 2013)

II.5.2. Détermination des caractéristiques physico-chimiques

Les mesures de différents caractères physico-chimiques constituent encore un bon moyen de contrôle de qualité de l'huile essentielle.

La détermination des constantes physico-chimiques de tous les échantillons a été effectuée au laboratoire du département des Industries Agricoles et Alimentaires de l'Ecole Supérieure des sciences Agronomiques. Ces analyses ont été réalisées suivant les procédés normalisés fournis par l'Association Française de Normalisation (AFNOR). Les modes opératoires sont répertoriés dans la partie expérimentale (p94).

II.5.2.1. Densité relative (NFT 75-111/ISO 279-2000)

Connue comme critère de pureté le plus adopté pour les huiles essentielles, la densité relative est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile essentielle à 20°C à la masse d'un volume égal d'eau distillée à 20°C. C'est une grandeur sans dimension dont le symbole est d_{20}^{20} . La détermination de la densité relative est réalisée à l'aide d'un pycnomètre (figure 18, ci-contre).



Figure 18: Pycnomètre
(Razafimamonjison, 2011)

La densité est calculée par la formule:

$$D_t = \frac{C-A}{B-A} \times \Delta + 0,0012 \left[1 - \frac{C-A}{B-A} \times \Delta \right]$$

Tels que :

- A : Masse du pycnomètre vide
- B : Masse du pycnomètre + eau distillée
- C : Masse du pycnomètre + Huile essentielle
- Δ : Densité de l'eau à la température t

La précision de la mesure est de $\pm 0,0005$

La densité diminue quand la température augmente d'où le coefficient de correction 0,0008 à ajouter par degré supérieur à 20°C et à retrancher par degré inférieur à 20°C.

II.5.2.2. Indice de réfraction (NF T 75-112 /ISO 280-2000)

C'est un indice utilisé pour vérifier la pureté d'une substance quelconque. Elle se définit comme le rapport entre le sinus des angles d'incidence et de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante. On la note n_{20}^{20} . L'indice de réfraction des huiles essentielles de feuilles de giroflier ont été déterminé par le réfractomètre d'ABBE (figure 19).

L'indice de réfraction η_D^t est déterminé par la formule:

$$\eta_D^t = \eta_D^{t'} + 0.00044 (t' - t)$$

Où -t': Température de lecture

-t: 20°C

- $\eta_D^{t'}$: Lecture à la température t'

L'indice de réfraction diminue quand la température augmente d'où la nécessité d'un facteur de correction 0.00044 à retrancher si $t' < 20$ °C et à ajouter lorsque $t' > 20$ °C.



Figure 19:
Réfractomètre d'ABBE
(Razafimamonjison,
2011)

II.5.2.3. Pouvoir rotatoire (NFT 75-113)

C'est l'angle exprimé en milliradians et/ou degrés, dont tourne le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde $589,3 \pm 0,3$ nm correspondant aux raies D du sodium lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100mm de l'huile essentielle dans des conditions déterminées de température. Il a été déterminé par le polarimètre Jobin-Yvon. Le pouvoir rotatoire α_D^t de l'huile essentielle de feuille de giroflier se calcule par la formule:



Figure 20: Polarimètre Jobin-Yvon

$\alpha_D^t = \text{Pol} * 2,888$. Où Pol constitue la valeur de la lecture.

II.5.2.4. Miscibilité à l'éthanol (NFT 75-101)

La miscibilité en alcool mesure le volume d'éthanol nécessaire pour diluer 1ml d'huile essentielle. L'opération consiste à doser l'essence de feuilles de giroflier avec de l'éthanol 70°GL jusqu'à ce que le mélange huile essentielle-éthanol devient limpide.

II.6. Analyses statistiques des données

Les analyses des données permettent d'avoir une interprétation objective des informations. Les analyses statistiques sont tirées des documents suivants: Rasoarahona (2004), Ramanoelina (2003), Razafimamonjison (2011), Randriamiarinarivo (2012), Caillez et Pages (1976), Bouroche et Saporta (1989), Carlot (1973) et Dagnélie (1986).

La présente étude tient compte de l'analyse en composantes principales (ACP), de l'analyse factorielle discriminante (AFD), de la classification ascendante hiérarchique (CAH) et de l'analyse factorielle de correspondance multiple (AFCM ou ACM). Ces traitements ont été réalisés avec les outils proposés par le logiciel XLSTAT 2013.4.05.

Ces analyses permettent tout d'abord d'aborder la classification des alambics puis de déterminer l'influence des différents paramètres de distillation sur la composition chimique et le rendement. Enfin, c'est à partir des résultats d'analyse statistiques que seront simulées les configurations matérielles, les proportions des matières premières et la conduite de distillation adaptées à un profil chimique bien déterminé.

II.6.1. Analyse en composantes principales (ACP)

C'est une méthode descriptive qui consiste à déterminer les axes factoriels (composantes principales) sur lesquels sont projetés les individus. Elle permet de regrouper des individus ayant des compositions chimiques voisines, donc exploitée principalement en classification.

II.6.1.1. Objectifs et principes

L'ACP est une méthode très efficace pour l'analyse des données quantitatives se présentant sous la forme de tableaux à M observations (individus) sur N variables (constituants). Elle permet de :

- Visualiser et analyser rapidement les corrélations entre N variables
- Visualiser et analyser les M observations initialement décrites par N variables sur des graphiques à 2 ou 3 dimensions construits de manière à ce que la dispersion entre les données soit aussi préservée que possible.

II.6.1.2. Interprétations

La représentation des variables sur le cercle de corrélation est d'autant plus significative à mesure que l'on se rapproche du rayon unité. On peut alors déterminer l'origine des axes factoriels et interpréter une relation entre individus et variables.

- **2 sortes de corrélations significativement positive des variables** : Ce sont les variables ayant des coefficients de variation proches de 1 qui présentent les mêmes tendances d'évolution c'est-à-dire que si l'une des variables a un fort pourcentage relatif, alors l'autre présente également la même caractéristique.
- **La corrélation significativement négative des variables** : Cette corrélation se comprend par les valeurs de variation inverse dans la composition chimique

Les projections des points individus sur la représentation déformée plane font apparaître des groupes que l'on interprète.

II.6.2. Classification ascendante hiérarchique (CAH)

Classier, c'est regrouper entre eux des objets similaires selon tel ou tel critère. Les diverses techniques de classification visent à repartir n individus caractérisés par p variables X_1, X_2, \dots, X_p en un certain nombre de m groupes aussi homogène que possible.

II.6.2.1. Objectifs et principes

La CAH a pour but de regrouper les individus en classes homogènes en fonction de l'étude de certaines caractéristiques de ces individus. Elle permet de décrire les données en procédant à une réduction du nombre d'individus.

Par classes homogènes, on entend regrouper les individus qui se ressemblent et séparer ceux qui sont éloignés.

La CAH est une méthode de classification itérative dont le principe est simple. On commence par calculer la dissimilarité entre les N objets. Puis, on regroupe les deux objets dont le regroupement minimise. Un critère d'agrégation donné, créant ainsi une classe comprenant ces 2 objets. On calcule ensuite la dissimilarité entre cette classe et les $N-2$ autres objets en utilisant le critère d'agrégation. On continue ainsi jusqu'à ce que tous les objets soient regroupés. Ces regroupements successifs produisent un arbre binaire de classification (dendrogramme), dont la racine correspond à la classe regroupant l'ensemble des individus. Ce dendrogramme représente une hiérarchie de partition.

II.6.2.2. Interprétations

Dans l'approche CAH, le critère de qualité d'une partition est d'avoir une inertie intra-classe la plus petite possible (ou d'une manière équivalente, une inertie interclasse la plus grande possible) en fonction du nombre de classes de chaque partition.

II.6.3. Analyse factorielle discriminante (AFD)

L'AFD est une méthode qui permet de comparer G groupes à l'aide de plusieurs variables.

II.6.3.1. Objectifs et principes

L'AFD cherche à décrire et à classer des groupes d'individus caractérisés par un grand nombre de variables. L'AFD est une analyse qui permet de déterminer les variables les plus explicatives de la répartition en groupes, de mettre en évidence les individus dont les valeurs ne correspondent pas aux groupes auxquels ils appartiennent.

II.6.3.2. Interprétations

Les interprétations se font entre les axes factoriels et les variables initiales. L'AFD retrace les corrélations à 3 niveaux :

- Sur l'ensemble des observations
- Sur les moyennes des groupes
- Sur les valeurs individuelles après élimination des différences entre les groupes

II.6.4. Analyse factorielle de correspondance multiple (AFCM ou ACM)

L'A.C.M décrit les relations deux à deux entre plusieurs variables qualitatives à travers une représentation des groupes d'individus correspondant aux diverses modalités. Elle est adaptée au traitement des variables qualitatives. Ainsi, les données doivent être découpées selon l'annexe 6 (p103). Le tableau IX (p39) met en exergue la signification des codes adoptés en ACM. L'ACM est utilisée pour procéder à la détermination des paramètres relatifs à des profils chimiques établis dans la classification.

Afin de déterminer l'effet du paramètre matériel sur ceux de la conduite de distillation, les paramètres tels que TEC (Température de l'Eau Chaude), TDIS (Température du Distillat), DDIS (Débit du DISTillat), TPG (Temps d'apparition de la Première Goutte de distillat), et la DUR (DURée de la distillation) doivent être considérées. Ces 5 variables seront assimilées comme étant des variables supplémentaires. Elles n'ont pas d'influence sur les calculs mais leurs positionnements à posteriori seront connus.

Tableau IX: Codage des variables

COMPOSANTS CHIMIQUES	BCA	β -Caryophyllène
	OXC	Oxyde de caryophyllène
	EUG	Eugénol
	ACE	Acétate d'eugénol
DIMENSIONS DES DIFFERENTS MATERIELS (Cf. Annexe 8, p106)	MdF	Matériel de fabrication de l'alambic
	Vfo	Volume utile du foyer (cm ³)
	PCdC	Pente du col de cygne (°)
	SCdC	Section du col de cygne (cm ²)
	LCdC	Longueur du col de cygne (cm)
	HC	Hauteur du condenseur (cm)
	EpCo	Epaisseur du condenseur (cm)
	VCuc	Volume utile de la cucurbite (l)
	Vi	Hauteur de la lèvre interne de la cucurbite (cm)
	Ve	Hauteur de la lèvre externe de la cucurbite (cm)
	EpCuc	Epaisseur de la paroi de la cucurbite (cm)
CONDUITE DE DISTILLATION	PCha	Pente de l'arrête du chapiteau (°)
	TEC	Température de l'eau sortant du réfrigérant (°C)
	TDIS	Température du distillat (°C)
	DDIS	Débit du Distillat (l/h)
	TPG	Temps d'apparition de la première goutte de distillat (mn)
	DUR	Durée de la cuisson (mn)
	TEF	Température de l'eau froide (°C)
MATIERES PREMIERES	DEF	Débit de l'eau froide (l/h)
	REF	Rapport eau-feuille
	FAC	Fréquence d'ajout des combustibles (Kg/h)
	Br	Pourcentage en branchettes de la matière première
	FI	Pourcentage en Feuilles de la matière première
	RFT	Rapport feuille-tige de la matière première
	S1	pourcentage en feuilles de stade S1 de la matière première
	S2	pourcentage en feuilles de stade S2 de la matière première
	S3	Pourcentage en feuilles de stade S3 de la matière première
	S4	Pourcentage en feuilles de stade S4 de la matière première

➤ **Principe de l'A.C.M.**

On réalise l'A.C.P des profils-lignes avec la métrique du Khi-deux. Les points représentatifs des catégories dans les graphiques factoriels doivent être considérés comme des barycentres. En général, vu la nature des données, les inerties portées par les premiers axes sont faibles.

➤ **Interprétation des résultats**

L'interprétation des résultats d'une A.C.M. se fait comme en analyse de correspondance sur tableau de contingence et comme en A.C.P. Néanmoins, on prendra garde ici au fait que les

pourcentages d'inertie n'ont qu'un intérêt restreint. La signification des proximités entre points-colonnes sur un plan factoriel s'agit d'une proximité, en projection, de points moyens de catégories représentant plusieurs individus.

II.6.5. Collecte des résidus de distillation

Le but est d'évaluer l'influence des différents paramètres sur le rendement et la composition chimique. 15 échantillons de feuilles cuites (feuilles + branchettes) sont recueillis sur 6 alambics traditionnels et un alambic amélioré (Cf. tableau X, p40). Ces échantillons seront redistillés au laboratoire. Les huiles essentielles qui en résultent seront analysées au CPG. A la fin de ces opérations, la qualité et la quantité des huiles essentielles résiduelles de chaque échantillon seront connues.

Tableau X: Résidus de distillation

Alambic source	AHZ7					AMB5	AMB2	AMB3	ABH9	AHZ4					VHL1
Echantillons	I	II	III	IV	VI	VII	VIII	IX	X	XI A	XI B	XI C	XI D	XI E	VHLR

Les échantillons XI_i ($i=A$ à E) proviennent d'une même cuisson de l'alambic AHZ4. Comme indiqué sur la figure 21. Les lettres A à E désignent des endroits particuliers de la surface de la cucurbite. Le but est d'apprécier le degré de cuisson relatif à un point précis de l'alambic.

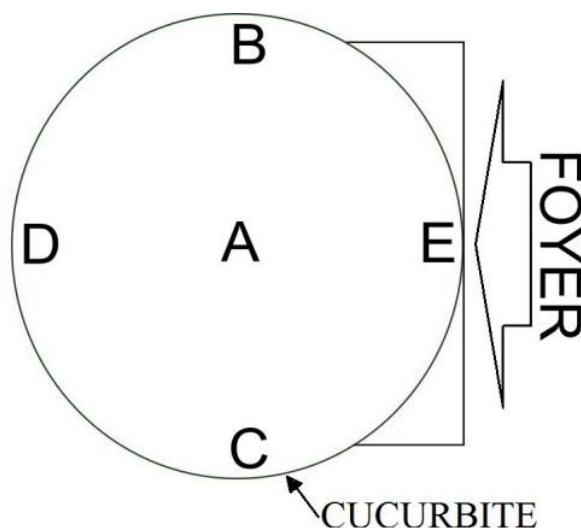


Figure 21: Zone de prélèvement des échantillons XI_i ($i=A$ à E)

Les caractéristiques de ces échantillons figurent dans l'annexe 9 (p107). La redistillation s'est effectuée au laboratoire du CTCP. L'opération dure 4h30, temps au bout duquel, les échantillons se sont épuisés de son réserve d'essence. Elle utilise des hydrodistillateurs de laboratoire (Figure 22). La teneur en eau de chaque échantillon a été déterminée avec un humidimètre (Figure 23).



Figure 22: Hydrodistillateur de laboratoire (Cliché: Razafimamonjison, 2013)



Figure 23: Humidimètre Sartorius® MA 45 (Labexchange, 2013)

II.7. Analyse économique

L'analyse économique, en tenant compte de tous les frais occasionnés par la production d'huiles essentielles tend à calculer le prix de revient d'1L d'essence. Le tableau XI donne un aperçu sur ces grandeurs économiques considérées.

Tableau XI: Les grandeurs économiques

MATIERES PREMIERES	COUTS DES TRAVAUX	AUTRES POSTES DE DEPENSES
Prix des feuilles	Coupe des branches et des feuillages	Location de l'alambic
Prix du combustible	Transport des feuilles	Prix du pétrole pour l'éclairage
	Abattage et transport du bois	
	Ebranchage des rameaux de giroflier	
	Surveillance de la cuisson	

En général, la vente de feuilles de giroflier n'existe pas dans la commune rurale d'Ambatoharanana. Le prix enregistré est obtenu par la moyenne des prix recueillis lors d'une enquête menée auprès des paysans. Le prix moyen d'un fagot d'une vingtaine de kilogramme a été estimé à Ar 2500. La figure 24 (p42) montre l'image des fagots.

Les coûts des travaux sont estimés sur la base du salaire journalier en vigueur dans la commune. Une journée¹⁰ de travail coûte Ar 3000. Le prix des combustibles dépend des vendeurs. La figure 47 (p81) rapporte les différentes sortes de combustibles.

¹⁰ Environ 8h de travail continu

Les autres postes de dépenses concernent la location des matériels de distillation et le prix du pétrole pour l'éclairage. L'alambic se loue à raison de 0,5L par 12 heures de distillation. L'éclairage consomme 125 ml de pétrole par nuit, soit Ar 400.



Figure 24: Un homme transportant deux fagots (Cliché : Rakotoarison, 2013)

II.8. Conclusion partielle II

Située au cœur de la zone de forte production de girofle de Madagascar, la situation géographique d'Ambatoharanana est idéale pour la conduite d'une étude visant la promotion de la qualité des huiles essentielles de feuilles de giroflier. Tous les alambics sont de nature traditionnelle. La considération des alambics améliorés étend la zone d'étude sur les communes rurales d'Ampasina Maningory et de Vohilengo.

L'étude a mobilisé des moyens matériels et méthodologiques. 129 alambics ont été identifiés. 64 échantillons d'huile essentielle ont pu être recueillis sur 50 distilleries. La classification des alambics est basée sur les études statistiques des résultats d'analyses chromatographiques. La détermination des constantes physico-chimiques fournit plus d'outils de contrôle qualité. Des suivis de cuisson sont exécutés en vue de déterminer si les alambics groupés dans chaque type produisent des huiles essentielles de qualité stable.

Dans le cas où l'hypothèse concernant la corrélation de la qualité des essences aux alambics est infirmée, les paramètres de distillation et les matières premières doivent être admis dans l'étude. Une seconde analyse statistique devra préciser l'influence des nouveaux paramètres sur les variations quantitatives et qualitatives.

L'analyse des éventuelles essences résiduelles contenues dans les feuilles cuites permettent de préciser l'influence des différents paramètres dans la notion de variabilité.

Une analyse économique est effectuée dans l'optique d'évaluer le prix de revient des produits finis. Elle est basée sur l'inventaire des dépenses occasionnées par les opérations de distillation.

La partie suivante consiste à traiter et interpréter les différents résultats.

Partie III

RESULTATS et INTERPRETATIONS des ANALYSES STATISTIQUES

III.1. Etat des lieux sur les distilleries artisanales

III.1.1. Les alambics traditionnels

129 alambics ont été trouvés dans la zone d'étude. La densité moyenne revient donc à 1,5 alambic par kilomètre carré. Ambatoharanana est constituée uniquement d'alambics traditionnels. Ils ont la même configuration que ceux cités par Ramalanjaona et Jourdan (1961); et Ledreux, (1928). Toutefois des changements se sont opérés au niveau du volume utile de la cucurbite, de la nature des matériaux de fabrication des essenciers et l'épaisseur des métaux constitutifs.

La littérature rapporte des cucurbites de 1 500l à 2 000l. Ces vieux alambics étaient construits avec des feuilles métalliques d'une épaisseur supérieure à 3,5mm. Aucun des alambics identifiés ne dispose d'un volume dépassant 1 500l et seulement une infime partie est réalisée avec une paroi dépassant 3mm d'épaisseur. Le volume d'un alambic ordinaire tourne actuellement autour de 1 000l (± 120 l). La cherté des métaux, la raréfaction des bois de chauffe et la diminution de la quantité de matière première disponible, contraignent les propriétaires à commander des alambics de faible capacité et fabriqués avec des métaux plus mince (2,5mm, 2mm, voire 1,5mm). Ces nouvelles générations d'alambics permettent la réduction du temps d'apparition de la première goutte de condensat et réduit en conséquence le temps de distillation et la dépense en combustible.

Ces alambics sont tous équipés d'un col de cygne et d'un condenseur en aluminium. Les essenciers sont constitués par des seaux en plastique (PEHD). La paroi de la cucurbite est exécutée généralement avec des feuilles d'aluminium; toutefois le fer et le cuivre sont aussi utilisés. Le fond de la cuve est toujours réalisé avec du fer galvanisé de 4mm d'épaisseur, voire plus. Cette épaisseur est justifiée car, non seulement, le fond doit supporter le poids de quelques hommes (Cf. Figure 25); mais il doit surtout résister à l'épreuve du feu de cuisson. La figure suivante montre le tassement par piétinement des matières premières pendant le chargement. Le tassement régulier favorise un bon remplissage et une cuisson homogène des feuilles.



Figure 25: Chargement de l'alambic (Cliché: Rakotoarison, 2013)

Les matériaux de fabrication du chapiteau et de la cucurbite constituent les seuls éléments discriminatifs distinguant un alambic d'un autre.

Tableau XII: Les matériaux de fabrication des alambics

METAUX DE FABRICATION		CHAPITEAU			
		Fer	Aluminium	Cuivre	Inox
CUCURBITE	Fer	x	x		
	Aluminium	x	x		
	Cuivre	x	x		
	Inox		x		x

En se basant sur la nature des matériaux de fabrication et selon les combinaisons ordonnées Cucurbite-Chapiteau du tableau XII, 8 modèles d'alambics sont à distinguer (**Fer-Fer, Fer-Aluminium, Aluminium-Fer, Aluminium-Aluminium, Cuivre-Fer, Cuivre-Aluminium, Inox-Aluminium, Inox-Inox**). Les alambics d'Ambatoharanana sont dominés par les combinaisons **Fer-Fer, Aluminium-Fer, Fer-Fer**. Parmi les alambics en service, il n'existe que 4 cucurbites en cuivre (**Cuivre-Fer, Cuivre-Al**) et 2 autres en inox (**Inox-Aluminium, Inox-Inox**).

L'installation des alambics traditionnels (figure 26) est ordinairement comprise comme suit: La cucurbite est noyée dans un bloc épais de maçonnerie; le chauffage se fait à feu nu et au bois. Le réfrigérant est situé à une hauteur suffisante, pour permettre le retour par cohobation des eaux mères dans la cucurbite (Ledreux, 1928). Les figures suivantes présentent les éléments constitutifs d'une distillerie traditionnelle.



Figure 26: Distillerie traditionnelle, mise en évidence des éléments constitutifs (Cliché : Rakotoarison, 2013)

Les deux seaux de la figure 27 font office d'essenciers. Ils sont reliés à la tuyauterie de cohobation par des gouttières en tiges de bambous (Cf. Annexe 7, p105).



Figure 27: Essenciers (Cliché : Rakotoarison, 2013)

Le condenseur à disques (figure 28B) s'encastre dans le fut (Figure 28A) pour former le système de réfrigération. La figure 28A et C montrent le raccordement du condenseur au col de cygne.



Figure 28: Système de réfrigération (Clichés: Rakotoarison, 2013)

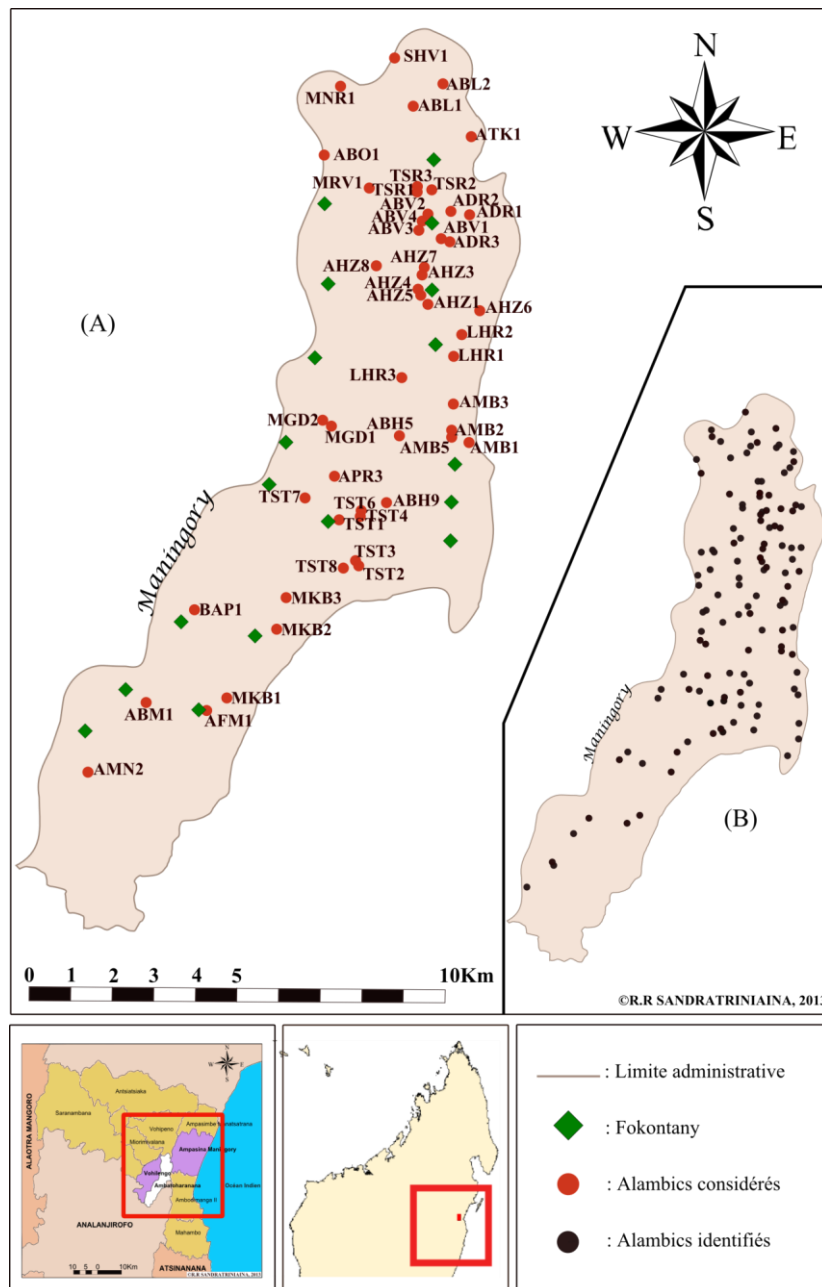


Figure 29: Col de cygne (Cliché : Rakotoarison, 2013)

Les alambics traditionnels sont implantés près d'un point d'eau dirigeable, à proximité des parcs à giroflier. Pour fonctionner correctement, les alambics ont besoin d'une importante quantité

d'eau. L'eau est indispensable non seulement à la cuisson mais aussi à l'alimentation continue du système de réfrigération.

La figure 30A montre la position géographique des 50 alambics sur lesquels ont été prélevés les échantillons. La figure 30B représente quant à elle l'ensemble des 129 alambics identifiés. Le faible nombre d'alambics de la zone Sud et Sud-ouest (Cf. figure 30) est lié aux problèmes d'eau. Contrairement à la partie Nord, ces zones sont caractérisées par des nappes phréatiques trop basses pour permettre l'exploitation de l'eau à la distillation.



(A) Les alambics étudiés

(B) Les alambics identifiés

Figure 30: Répartition géographique de la collecte des échantillons (Auteur, 2013)

La zone d'influence relative de quelques alambics est retracée par la carte ci-dessous. Le rayon des cercles de la figure 31 est matérialisé par la distance comprise entre le point d'implantation de l'alambic et le lieu de collecte des matières premières.

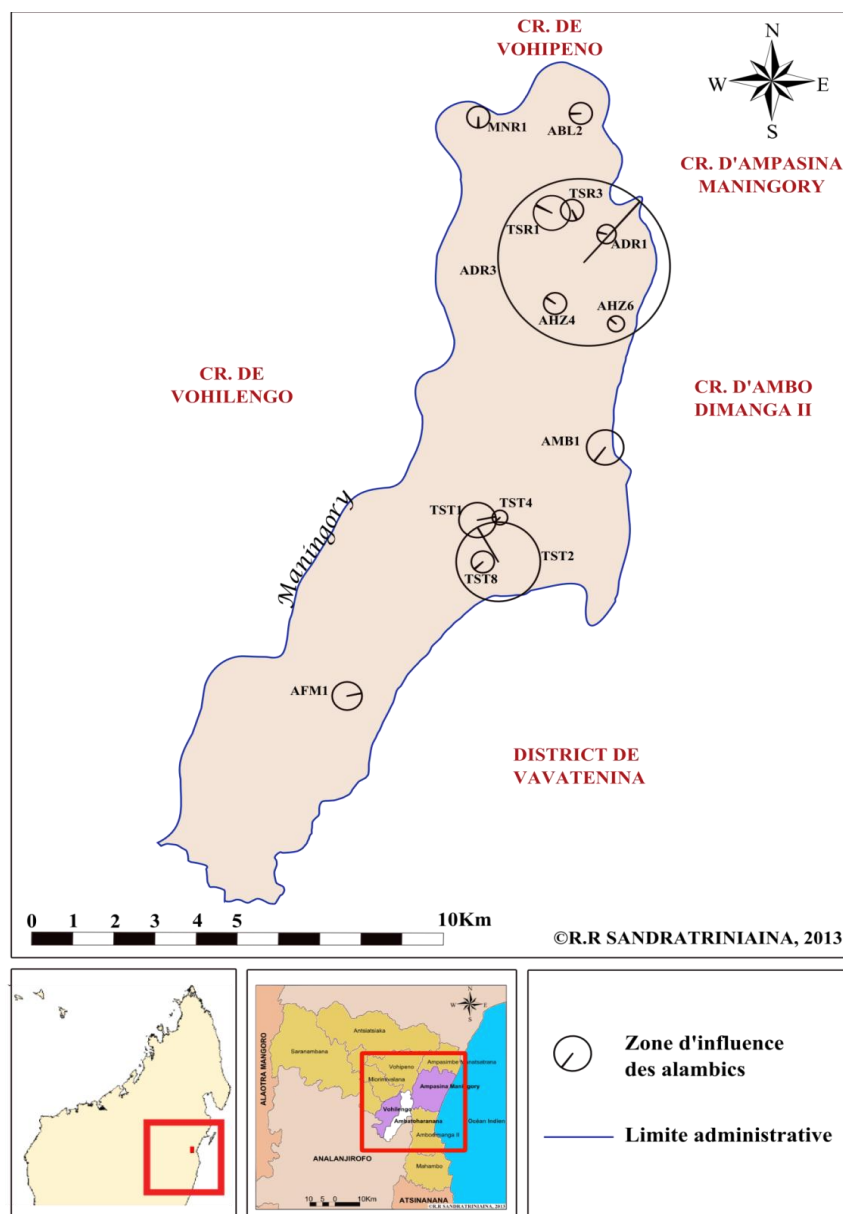


Figure 31: Zone d'influence relative¹¹ de quelques alambics d'Ambatoharanana (Auteur, 2013)

Un alambic est généralement dédié à la distillation des feuilles provenant des terroirs environnants. La distance entre le point d'implantation de l'alambic et le point de collecte des matières premières varie de quelques dizaines de mètres à quelques kilomètres. La variation de cette distance dépend de la circonscription géographique considérée. Favorisés par les transports fluviaux, les alambics installés sur la rive du fleuve Maningory ont la plus grande zone d'influence¹¹. En effet,

¹¹ Zone de collecte des matières premières alimentant un alambic donné

les feuilles cueillies sur des champs bordant ce fleuve sont facilement acheminées par pirogues vers ces alambics.

III.1.2. Les alambics améliorés

L'étude de ces alambics permet d'exploiter leurs performances dans l'amélioration des conditions générales de production d'huiles essentielles. L'identification d'éventuelles faiblesses permettra d'éviter des erreurs techniques. Deux, alambics améliorés sont implantés dans la commune rurale de Vohilengo et d'Ampasina Maningory. Par rapport à ceux d'Ambatoharanana, Ils comportent une amélioration matérielle et fonctionnelle.

Le fait d'être fabriqués exclusivement avec de l'acier inoxydable leur donne une certaine flexibilité fonctionnelle. La cucurbite en acier permet la distillation de différentes sortes de matières premières; ce qui est impossible avec l'aluminium. L'aluminium a comme handicap d'être difficilement nettoyable alors que dans le cas de l'acier, un grand lavage au savon suivi d'un chauffage à blanc de quelques heures permet de passer d'une matière première à une autre. Un autre point fort de ces alambics est qu'ils sont munis d'un assortiment de tuyauterie et de vanne, facilitant par exemple la gestion du débit d'eau froide. Enfin, ils sont doués d'une certaine mobilité assurée par des structures annexes qui leurs garantissent une facilité de réinstallation.

Plus sophistiqué, l'alambic d'Ampasina Maningory est muni de manomètre permettant le contrôle de la pression de service de la chaudière; ou encore du répartiteur de vapeur dans le fond de la cuve (Cf. figure 33). En outre, l'enveloppe isolante de la cucurbite limite les pertes calorifiques.

Du point de vue structural, l'alambic de Vohilengo semble être une transition entre celui d'Ampasina Maningory et ceux d'Ambatoharanana. Ils ont à peu près la même configuration. Les figures suivantes montrent les différents éléments constitutifs de cet alambic.



Chaudière

Alambic

Essenciers

Figure 32: L'alambic de Vohilengo (clichés : Rakotoarison, 2013)

Les figures suivantes mettent en relief l'alambic amélioré d'Ampasina Maningory avec le répartiteur de vapeur et la chaudière.

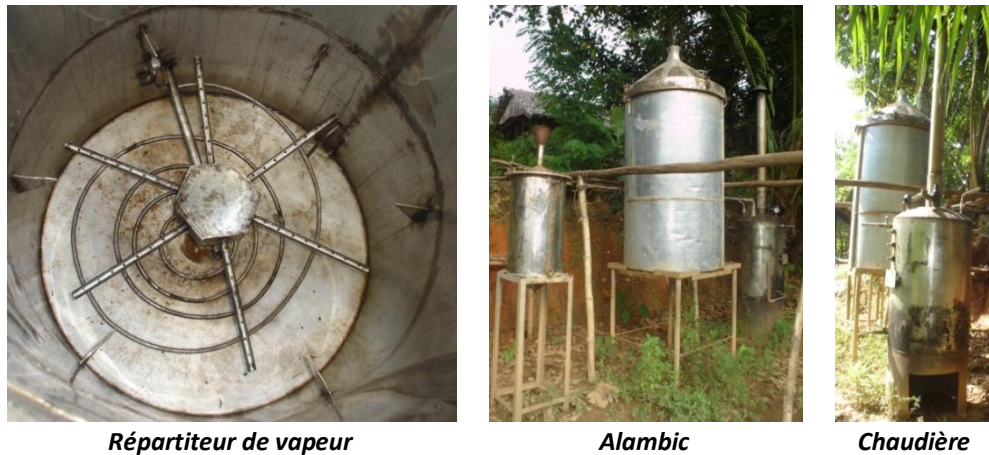


Figure 33: L'Alambic d'Ampasina Maningory (clichés: Rakotoarison, 2013)

III.2. Détermination des facteurs de variation du rendement

III.2.1. Description générale

La population étudiée est constituée de 35 alambics. Le rendement varie entre 1,75%-3,40% avec une moyenne de 2,39%. Ces informations sont rapportées à l'annexe 12 (p111). L'histogramme suivant affiche les variations du rendement

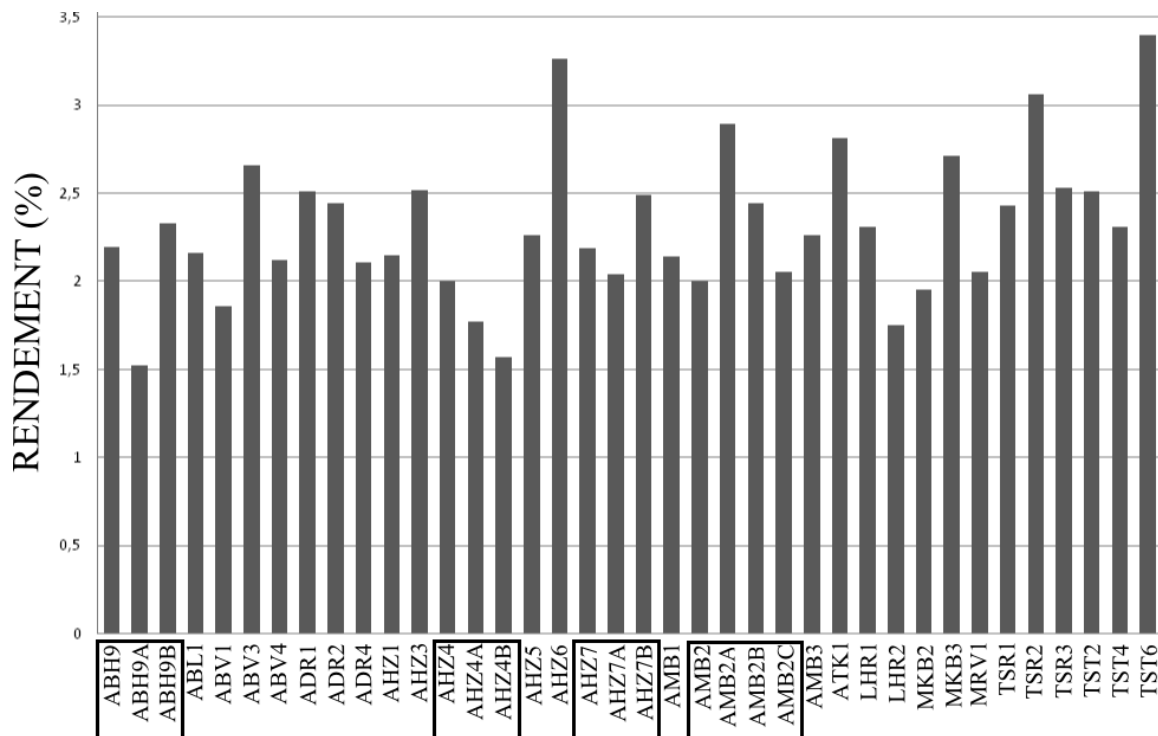


Figure 34: Variation du rendement

Des variations sont perceptibles, même au niveau d'un même alambic (ABH9, AHZ4, AHZ7, AMB2). Il est donc clair que la fluctuation du rendement ne peut pas être attribuée entièrement à l'alambic.

Tableau XIII: Description générale de la population

	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart-type	CV (%)
RENDEMENT (%)	1,75	3,40	2,39	0,43	18,05

Le coefficient de variation¹² (CV) de 18% indique une certaine hétérogénéité dans la population étudiée.

III.2.2. Evolution du rendement en fonction des principaux paramètres

L'influence de ces facteurs va être établie par l'analyse de la matrice de corrélation obtenue en ACP.

III.2.2.1. Matrice de corrélation

Cette matrice permet d'évaluer l'influence des différents paramètres sur la productivité. Seule la corrélation des autres variables avec le rendement est représentée dans le tableau suivant. La matrice complète est reléguée à l'annexe 17 (p116). La signification des codes attribués à chaque paramètre est relatée par le tableau IX (p39).

Tableau XIV: Corrélation du rendement avec les autres paramètres

	P	A					R	A					M	E	T					R	E					S		
	RENDEMENT	MATIERES PREMIERES					CONDUITE DE LA DISTILLATION					CONFIGURATION MATERIELLE DE LA DISTILLERIE																
RDT		Br	Fl	S1	S2	S3	S4	TEC	TDIS	TEF	DDIS	DEF	REF	TPG	FAC	DUR	Vfo	PCdC	SCdC	LCdC	HC	EpCo	VCuc	Vi	Ve	EpCuc	PCha	
	1	-1	1	-0	0,3	-0,3	0,1	0	0	-0	0,02	0,01	0,02	0	-0,12	0,1	0,04	-0	0	0	0,04	-0	-0,08	0,09	0,1	-0	-0,02	-0,07

III.2.2.2. Influence des matières premières

Les matières premières semblent être les paramètres qui ont le plus d'importance sur le rendement. Une corrélation positive ($r=1$) est recensée entre l'évolution de la productivité et le pourcentage en feuilles des matières premières. En revanche, le rapport du rendement avec le pourcentage en branchettes progressent dans le sens opposé ($r=-1$). Ces deux paramètres ont donc des effets antinomiques sur la quantité d'huile essentielle produite.

¹² Le coefficient de variation (CV) est le rapport entre l'écart-type et la moyenne. Il précise la dispersion de l'ensemble des informations autour de la moyenne.

Moins importante que celle des feuilles en générale, la proportion des stades S3 ($r=0,34$) contribue également à l'obtention d'un meilleur rendement. La richesse des matières premières en feuilles de stade S1 et S4 ne semble pas être un facteur discriminant. Ces résultats confirment les idées de Ramalanjaona et Jourdan (1961) sur le fait que les jeunes feuilles fournissent plus d'essences que les vieilles.

III.2.2.3. Influence des Paramètres liés à la conduite de distillation

Dans l'ensemble, ces paramètres de distillation n'ont presque pas d'influence sur le rendement. Quelques précisions peuvent être apportées sur les temps d'apparition de la première goutte (TPG, $r=-0,12$) et la fréquence d'ajout des combustibles (FAC, $r=0,10$). Ces deux variables ont des effets contradictoires. La FAC influe très faiblement mais de manière positive sur le rendement. Ce coefficient de corrélation indique qu'une alimentation constante et soutenue du feu de cuisson permet d'optimiser le rendement. En général, le TPG n'a que très peu d'impact sur la diminution du rendement. Pour le même alambic, la seule manière de raccourcir le TPG est de préchauffer l'eau de cuisson (d'environ 600L). Une telle pratique entraîne l'augmentation de la dépense en combustible d'environ 10%. Cet accroissement du frais de chauffage peut donc annuler l'éventuel profit généré par cette opération.

III.2.2.4. Influence de la configuration matérielle de la distillerie

L'eugénol réagit avec les métaux pour former des composés colorés, modifiant la couleur originale des huiles essentielles de girofle. Les matériaux de construction de la cucurbite, du col de cygne et du chapiteau n'ont que peu ou pas d'influence sur la coloration des essences. En effet, l'essence ne fait qu'effleurer ces éléments. Par contre, les produits demeurent plus longtemps en contact avec le condenseur et l'essencier. Les métaux constitutifs de ces deux dispositifs sont donc les sources avérées du changement de coloration des produits finis. (Ramalanjaona et Jourdan, 1961).

Le matériel de fabrication de la cucurbite influence le rendement. D'après les données de l'annexe 12 (p111), les alambics en aluminium (Al-Al) fournissent un meilleur rendement que les alambics en fer (Fe-Fe) et en cuivre (Cu-Al). Cela concorde aux assertions de Ramalanjaona et Jourdan (1961)

Bref, la variation du rendement dépend principalement de la richesse en feuilles des matières premières et du matériel de fabrication de l'alambic.

Ces résultats infirment en partie l'hypothèse n°1 car la variation quantitative de l'huile essentielle de girofle ne doit pas faire abstraction de la matière première.

III.3. Classification des alambics

III.3.1. Caractérisation des échantillons

Cette étape considère 50 échantillons pris respectivement sur 50 alambics traditionnels. Le tableau suivant présente les résultats d'analyses chromatographiques des échantillons destinés à la classification de ces 50 alambics. L'identification couvre en moyenne 98,64% de la composition chimique totale des échantillons.

Tableau XV: Analyses chromatographiques en vue de la classification des alambics

N°	Alambics	β -Caryophyllène (BCA) (%)	Oxyde de caryophyllène (OXC) (%)	Eugénol (EUG) (%)	Acétate d'eugényle (ACE) (%)	TOTAL (%)
1	AMB 1	13,20	1,50	83,20	0,80	98,70
2	ABV 1	12,60	1,40	83,20	1,70	98,90
3	ADR 1	13,00	1,40	82,90	1,30	98,60
4	ADR 2	14,60	1,60	81,10	1,20	98,50
5	ABL 1	14,90	1,70	80,70	0,80	98,10
6	BAP 1	16,10	1,70	80,50	0,60	98,90
7	ABM 1	12,70	1,40	85,00	0,40	99,50
8	AFM 1	17,70	1,80	76,00	3,50	99,00
9	AMN 2	12,90	1,40	82,30	2,50	99,10
10	MGD 2	11,90	1,30	85,60	0,60	99,40
11	MKB 2	13,90	1,50	81,20	2,10	98,70
12	MRV 1	12,80	1,40	82,40	2,10	98,70
13	AHZ 5	8,40	1,00	87,40	1,00	97,80
14	AHZ 8	15,90	1,70	79,40	1,90	98,90
15	TST 6	14,60	1,60	80,80	1,60	98,60
16	TST 8	16,10	1,80	77,70	2,30	97,90
17	TST 7	16,70	1,90	76,40	2,40	97,40
18	TSR 2	16,50	1,80	78,80	1,20	98,30
19	ABV 4	13,00	1,40	83,20	1,00	98,60
20	ABL 2	14,90	1,60	81,10	1,20	98,80
21	AHZ 4	13,20	1,50	82,80	0,90	98,40
22	LHR 3	12,20	1,40	85,00	1,00	99,60
23	AHZ 3	11,80	1,40	84,70	0,70	98,60
24	TST 4	17,40	1,90	77,60	1,30	98,20
25	TSR 3	12,20	1,30	83,10	2,30	98,90
26	TSR 1	14,70	1,60	80,60	1,70	98,60
27	ATK 1	14,70	1,60	81,70	0,90	98,90
28	AHZ 7	14,40	1,60	78,80	3,90	98,70
29	TST 2	16,30	1,80	77,60	2,30	98,00
30	LHR 2	15,50	1,70	79,00	2,00	98,20
31	ABH 5	15,60	1,70	80,90	0,60	98,80
32	ADR 3	13,50	1,50	82,70	1,20	98,90
33	ABO 1	14,90	1,60	82,20	0,90	99,60
34	AHZ 6	15,10	1,60	79,70	2,30	98,70
35	ABH 9	17,10	1,90	75,90	2,80	97,70
36	ABV 3	14,90	1,60	80,80	1,40	98,70
37	ABV 2	17,80	2,00	76,10	1,70	97,60

38	TST 3	13,90	1,60	81,50	1,70	98,70
39	MNR 1	13,80	1,50	83,80	0,40	99,50
40	AMB 2	12,40	1,30	84,70	0,80	99,20
41	AMB 3	17,50	1,90	78,00	1,40	98,80
42	MKB 1	15,90	1,80	78,00	2,50	98,20
43	MKB 3	14,40	1,60	81,00	1,10	98,10
44	TST 1	12,00	1,30	83,20	2,80	99,30
45	LHR 1	13,00	1,40	83,20	1,70	99,30
46	AHZ 1	16,70	1,80	79,60	0,70	98,80
47	MGD 1	19,70	2,20	74,00	1,50	97,40
48	SHV 1	12,70	1,40	83,50	0,80	98,40
49	AMB 5	13,80	1,40	83,50	0,50	99,20
50	APR 3	15,10	1,60	80,90	1,20	98,80
		BCA (%)	OXC (%)	EUG (%)	ACE (%)	TOTAL (%)
Minimum		8,40	1,00	74,00	0,40	97,40
Maximum		19,70	2,20	87,40	3,90	99,60
Moyenne		14,49	1,59	81,06	1,50	98,64
CV¹³ (%)		14,04	13,86	3,54	53,29	0,55

L'ensemble de ces résultats met en évidence 4 composants principaux dont l'eugénol (EUG), le β -caryophyllène (BCA), l'oxyde de caryophyllène (OXC) et l'acétate d'eugényle (ACE). L'eugénol est l'élément majoritaire (81,06%), suivi par le β -caryophyllène (14,49%), l'oxyde de caryophyllène (1,59%) et l'acétate d'eugényle (1,50%). Ces résultats concordent avec les fourchettes de valeurs fixées par la norme AFNOR NFT 75-207. Dufournet (1968) et Jirovetz (2006) ont trouvé des résultats semblables.

Le coefficient de variation (CV) est élevé dans l'ensemble des composants, ce qui indique une assez grande hétérogénéité.

III.3.2. Analyse en composantes principales (ACP)

La population statistique est représentée par les échantillons recueillis auprès des 50 alambics. Les variables sont formées par les 4 constituants majeurs dont l'eugénol (EUG), l'acétate d'eugényle (ACE), le β -caryophyllène (BCA) et l'oxyde de caryophyllène (OXC).

III.3.2.1. Test de sphéricité de Bartlett

Le test de sphéricité de Bartlett permet de vérifier l'existence d'une quelconque relation significative entre les variables. Les résultats de ce test sont rapportés par le tableau ci-dessous.

Tableau XVI: Test de sphéricité de Bartlett

Khi² (Valeur observée)	339,634
Khi² (Valeur critique)	12,592
DDL	6
p-value	< 0,0001
alpha	0,05

¹³ Coefficient de variation

La valeur critique du Khi^2 est largement inférieure à celle du Khi^2 observée, au seuil $\alpha=0,05$. L'hypothèse nulle H_0 sur l'absence de relation significative entre les variables est rejetée au profit de l'hypothèse H_1 (Au moins l'une des corrélations entre les variables est significativement différente de 0).

III.3.2.2. Valeurs propres

Les valeurs propres des axes principaux (variance sur les axes principaux), le pourcentage des informations et le pourcentage cumulé des informations sont exposés dans le tableau XVII.

Tableau XVII: Valeurs propres des axes en ACP

	F1	F2	F3
Valeur propre	3,07	0,89	0,02
Variabilité (%)	76,84	22,29	0,60
% cumulé	76,84	99,13	99,73

Les deux premières composantes principales F1 et F2 expliquent respectivement 76,84% et 22,29% de l'information totale. Leur combinaison linéaire de 99,13%, est largement supérieure à la moyenne. Les 3 premières composantes principales ont une combinaison linéaire de 99,73%, ce qui est amplement suffisant pour représenter les variables.

III.3.2.3. Caractérisation des variables

Les rapports entre les variables sont mis en exergue par le coefficient de corrélation «r». Ces valeurs sont significatives au seuil $\alpha=0,05$. Les variables ayant $r>0$, évoluent proportionnellement dans le même sens et vis versa. Le tableau XVIII expose la matrice de corrélation.

Tableau XVIII: Matrice de corrélation des variables

BCA	1			
OXC	0,98	1		
EUG	-0,94	-0,94	1	
ACE	0,25	0,24	-0,53	1
	BCA	OXC	EUG	ACE

Des fortes corrélations positive ($r=0,98$) est constatée entre le β - et l'oxyde caryophyllène. L'eugénol est en forte corrélation négative ($r=-0,94$) avec ces deux composants et à un degré moindre avec l'acétate d'eugényle ($r=-0,53$). Ce dernier n'est lié que très faiblement avec les autres éléments. Confirmant les valeurs du tableau XVIII, la figure 35 montre le plan principal formé par les axes F1 et F2.

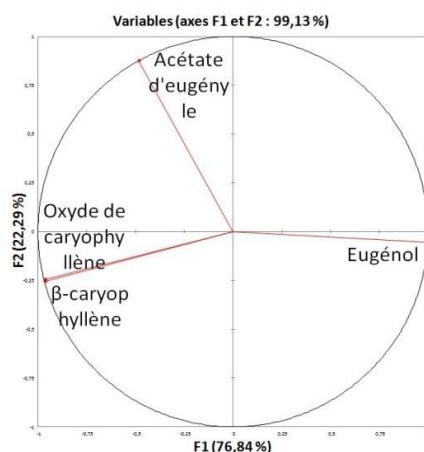


Figure 35: Projection des variables sur le plan factoriel 1:2

L'axe F1 est formé principalement par l'eugénol, le β-caryophyllène et l'oxyde de caryophyllène; mais accessoirement par l'acétate d'eugényle. L'axe F2 est marqué par la prédominance de l'acétate d'eugényle.

III.3.2.4. Caractérisation des individus

La figure 36 définit la répartition des 50 individus, images fictives des alambics, en trois groupes.

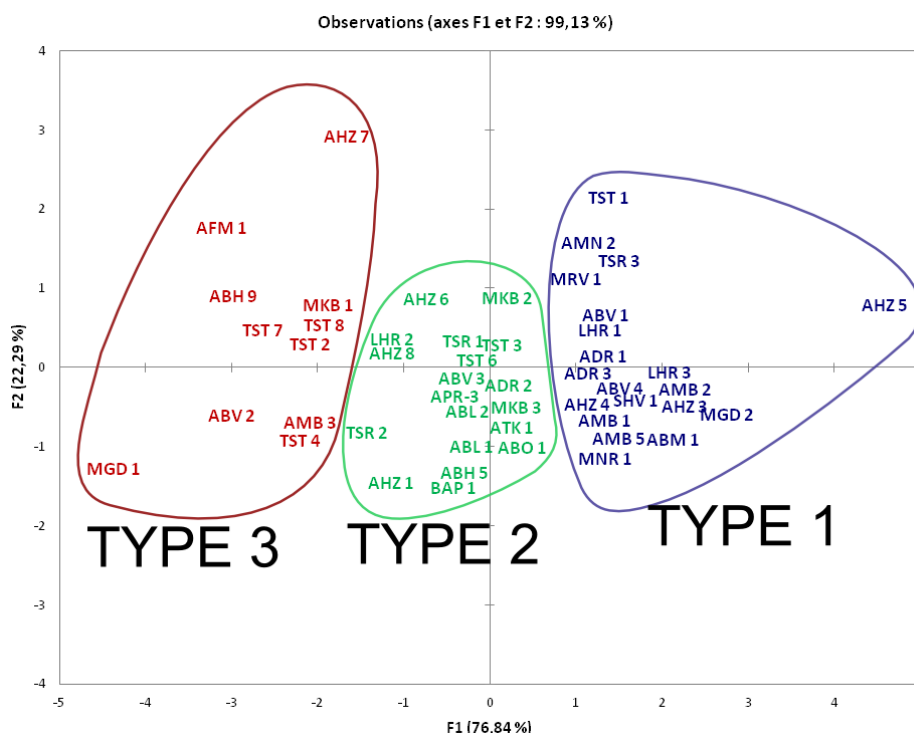


Figure 36: Répartition des 50 individus sur le premier plan factoriel

La désagrégation des individus se fait généralement suivant l'axe F1. Cet axe oppose des individus nettement plus riches en eugénol d'une part et ceux marqués par des teneurs élevée en β-

caryophyllène et oxyde de caryophyllène d'autre part. L'axe F2, décompose les individus de chaque type suivant la teneur en acétate d'eugényle. La figure 57 (p118) montre la répartition géographique des individus composant chaque type.

Alambics de TYPE 1 :

TST1, AMN2, TSR3, MRV1, ABV1, LHR1, ADR1, ADR3, LHR3, ABV4, AMB2, AHZ4, SHV1, AMB1, AMB5, ABM1, MNR1, MGD2, AHZ3, AHZ5 constituent les alambics de type 1. C'est sur ces alambics qu'ont été recueillis les 20 échantillons les plus riches en eugénol (83,77%). Cette valeur dépasse la moyenne générale de la population (81,06%). En revanche, les autres composants sont à des concentrations les plus basses. Les concentrations moyennes du β -caryophyllène, de l'acétate d'eugényle et de l'oxyde de caryophyllène sont respectivement de 12,67%, 1,21% et 1,39%.

A l'intérieur de ce groupe, les individus s'étalent dans la direction de l'axe F2 selon leur richesse en acétate d'eugényle. AMB5, MNR1 et ABM1 sont les plus pauvres en acétate d'eugényle tandis que MRV1, TST1, AMN2 et TSR3 en sont les plus riches. Le groupuscule formé par LHR3, AMB2, AHZ3 et MGD2 est riche en eugénol mais démuné d'acétate d'eugényle.

Alambics de TYPE 2

Les alambics de type 2 sont: **APR 3, ABH 5, ABL 1, ABL 2, ABV 3, ADR 2, AHZ 1, AHZ 6, AHZ 8, ATK 1, BAP 1, LHR 2, MKB 2, MKB 3, TSR 1, TSR 2, TST 6, AMB 3, ABO1**. Ce sont les 19 alambics qui ont fourni des huiles essentielles dont la composition chimique globale est voisine de la moyenne générale de la population. Des individus riches en β - et oxyde de caryophyllène comme **AHZ6, LHR2, AHZ8, TSR2, AHZ1** se détachent de l'ensemble du groupe.

Alambics de TYPE 3

Regroupe 11 alambics qui produisaient des huiles essentielles dont la teneur en eugénol est la plus basse de toute la population. Le β -caryophyllène, l'acétate d'eugényle et l'oxyde de caryophyllène se trouvent par contre à des concentrations largement supérieures à la moyenne générale. Les alambics de type 3 sont caractérisés par une forte dispersion intra-groupe. Un étirement est effet relevé entre des individus qui se rapprochent de la moyenne générale (**MKB1, TST8, TST2, AMB3, TST4**) et d'autres qui fournissaient des essences déficientes en eugénol mais plus concentrés en β -caryophyllène, en oxyde de caryophyllène et acétate d'eugényle (**AHZ7, AFM1, ABH9, TST7, ABV2, MGD1**).

III.3.3. Classification ascendante hiérarchique (CAH)

La classification ascendante hiérarchique confirme les trois types d'alambic établis en l'ACP. Dans les trois classes 1, 2 et 3 sont réparties 20, 19 et 11 individus. Ces classes correspondent respectivement aux types 1, 2 et 3 de l'ACP. La figure 37 restitue le dendrogramme de classification.

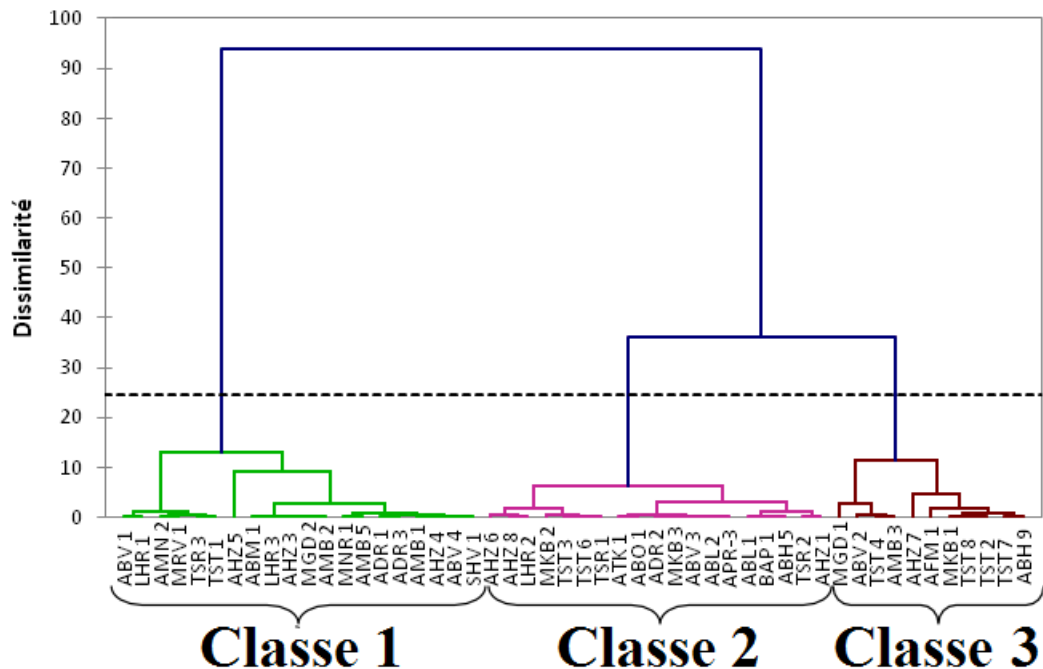


Figure 37: Dendrogramme de classification des individus

III.3.4. Analyse factorielle discriminante (AFD)

a) Test de Lambda de Wilks

Le test de lambda de Wilks est un préliminaire de la méthode AFD. Le tableau XIX en démontre les résultats.

Tableau XIX: Test de lambda de Wilks

Lambda	0,128
F (Valeur observée)	19,713
F (Valeur critique)	2,045
DDL1	8
DDL2	88
p-value	< 0,0001
alpha	0,05

L'ACP et la CAH ont permis de discerner trois types d'alambics. Le test de Lambda de Wilks, au seuil de signification alpha 0,05, permet de rejeter l'hypothèse nulle (H_0) d'égalité des vecteurs espérances des 3 groupes et retenir l'hypothèse alternative H_a (au moins l'un des vecteurs moyens

est différent d'un autre). La valeur de F critique est inférieure à la valeur de F observée. La différence entre les barycentres des groupes est significative.

b) Valeurs propres

Tableau XX: Valeurs propres et pourcentages des variances

	F1	F2
Valeur propre	5,70	0,16
Discrimination (%)	97,21	2,79
% cumulé	97,21	100

La première composante principale (F1) permet d'expliquer 97,21% de l'information totale. La seconde composante en rapporte 2,79%. La combinaison linéaire de ces deux premières composantes (100%) est représentative des variables.

c) Description des groupes

Tableau XXI: Taux de répartition des individus en groupe

Groupe	Effectifs	%
1	20	40,00
2	19	38,00
3	11	22,00

Ce tableau illustre le pourcentage des individus contenus dans chaque groupe. Les 50 éléments de la population sont classés à 100% dans leurs groupes d'appartenance. La représentation des individus en AFD est admise dans la figure 38.

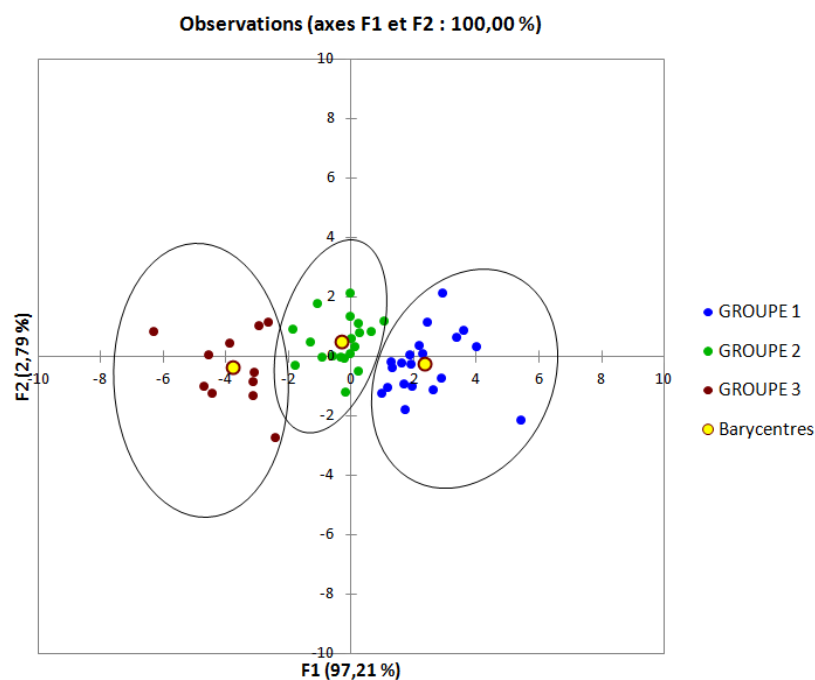


Figure 38: Représentation des individus en AFD

III.3.5. Synthèse sur la classification des alambics

Ces trois méthodes statistiques ont permis de classer les alambics étudiés. Les 50 individus peuvent donc être repartis en 3 groupes bien distincts. Les caractéristiques générales des principaux groupes, sont rapportées par le tableau XXII.

Tableau XXII: Valeurs minimales, maximales, moyennes et écart-types des différents composants chimiques des trois groupes formés

	TYPE 1				TYPE 2				TYPE 3			
	Min	Moy	Max	σ	Min	Moy	Max	σ	Min	Moy.	Max	σ
BCA	8,4	12,67	14,9	1,22	13,9	15	16,7	0,76	14,4	16,82	19,7	1,3
OXC	1	1,39	1,6	0,12	1,5	1,63	1,8	0,07	1,6	1,85	2,2	0,15
EUG	82,2	83,7	87,4	1,28	79,4	80,72	81,7	0,65	74	77,22	79	1,46
ACE	0,4	1,21	2,8	0,7	0,6	1,31	2,3	0,53	1,2	2,22	3,9	0,83

La figure 39 montre le pourcentage des différents éléments chimiques des échantillons issus de chaque type d'alambics.

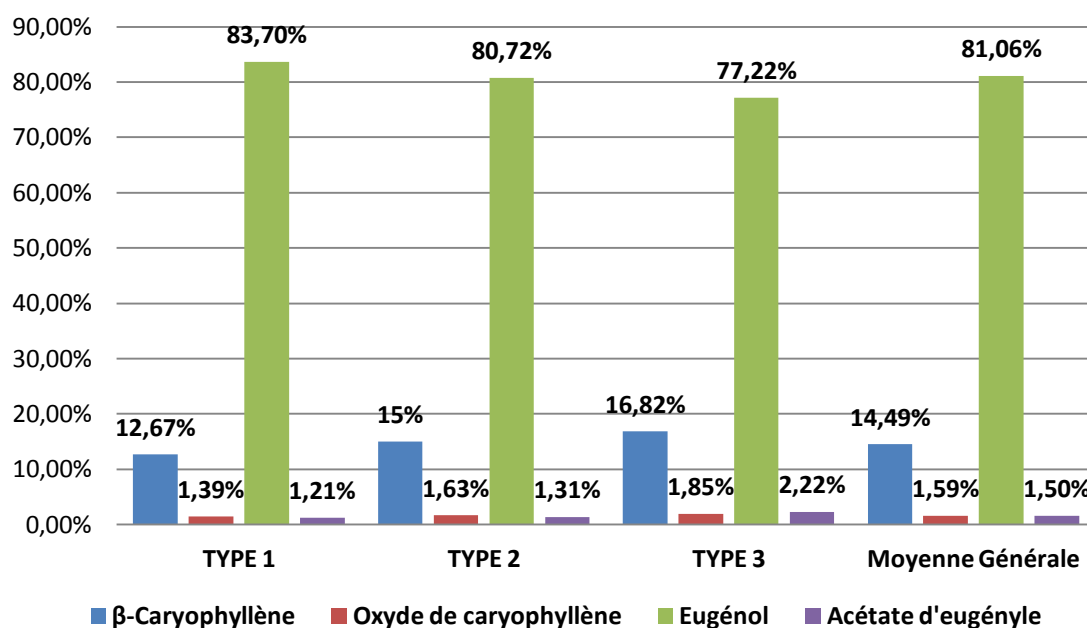


Figure 39: Caractéristiques chimiques des différents groupes

Les alambics de type 1 produisent des huiles essentielles dont la teneur en eugénol est la plus élevée; mais associées à une teneur la plus basse en d'autres éléments. Ceux de type 2 réunissent des produits dont la concentration en éléments chimiques est très proche de la moyenne générale. Ces deux groupes englobent 78% de l'effectif totale. Enfin, ceux du type 3 cumulent des alambics fournissant des essences les moins riches en eugénol mais dénotent une certaine performance quant à la concentration des trois autres composants.

III.4. Suivi de cuisson

III.4.1. Description des prélèvements

Le suivi s'est exécuté sur 6 alambics (AMB2, AMB3, ABH9, AHZ7, AHZ4 et LHR3) et a permis d'obtenir 18 échantillons. Le tableau XXIII expose les références des alambics suivis, les échantillons recueillis et le nombre des cuissons considérées.

Tableau XXIII: Les prélèvements

TYPES	ALAMBICS	NOMBRE DE CUISSONS SUIVIES PAR ALAMBIC	ECHANTILLONS
1	AHZ 4	3	AHZ4A, AHZ4B, AHZ4C
	LHR 3	2	LHR3A, LHR3B
	AMB 2	4	AMB 2A, AMB 2B, AMB 2C, AMB2D
2	AMB 3	3	AMB 3A, AMB 3B, AMB 3C
3	AHZ 7	3	AHZ7A, AHZ7B, AHZ7C
	ABH 9	3	ABH9A, ABH9B, ABH9C

Le tableau XXIV indique la composition chimique des échantillons recueillis des suivis. Les 4 constituants identifiés représentent en moyenne 98,8% des échantillons.

Tableau XXIV: Composition chimique des échantillons provenant des suivis

N°	Alambics	Echantillons	BCA (%)	OXC (%)	EUG (%)	ACE (%)	TOTAL (%)
1	ABH9	ABH9A	17,10	1,90	75,90	2,80	97,70
2		ABH9B	14,00	1,50	82,90	1,00	99,40
3		ABH9C	13,60	1,50	82,10	1,80	99,00
4	AHZ4	AHZ4A	13,20	1,50	82,80	0,90	98,40
5		AHZ4B	11,30	1,30	83,10	2,80	98,50
6		AHZ4C	16,30	1,70	78,80	1,50	98,30
7	AHZ7	AHZ7A	14,40	1,60	78,80	3,90	98,70
8		AHZ7B	12,80	1,40	83,30	1,30	98,80
9		AHZ7C	13,50	1,50	82,90	1,10	99,00
10	AMB2	AMB2A	12,40	1,30	84,70	0,80	99,20
11		AMB2B	13,60	1,50	82,70	0,80	98,60
12		AMB2C	12,80	1,50	83,10	1,30	98,70
13		AMB2D	14,00	1,50	83,20	0,40	99,10
14	AMB3	AMB3A	17,50	1,90	78,00	1,40	98,80
15		AMB3B	13,40	1,40	83,90	0,40	99,10
16		AMB3C	15,10	1,70	81,20	0,50	98,50
17	LHR3	LHR3A	12,20	1,40	85,00	1,00	99,60
18		LHR3B	14,60	1,50	82,10	0,80	99,00
Minimum			11,30	1,30	75,90	0,40	97,70
Maximum			17,50	1,90	85,00	3,90	99,60
Moyenne			13,99	1,53	81,92	1,36	98,80
CV(%)			11,81	11,18	3,00	68,74	0,45

Ces résultats sont marqués par la prédominance de l'eugénol (81,92%) et le β -caryophyllène (13,99%). L'oxyde de caryophyllène (1,53%) et l'acétate d'eugényle (1,36%) se trouvent à des concentrations quasi-identiques. Des coefficients de variations élevés sont mis en évidences.

III.4.2. Analyses statistiques

L'objectif est de comparer la composition chimique des échantillons recueillis durant les suivis. Les alambics AHZ4, LHR3, AMB2, AMB3, AHZ7 et ABH9 produisent des huiles essentielles de qualité chimiques stables si les échantillons résultant des cuissons successives se trouvent assemblés dans le même groupe. Cette répartition consiste à soumettre les résultats du tableau XXIV aux différentes méthodes statistiques telles qu'ACP, CAH et AFD.

L'ACP a permis la répartition des individus en 3 groupes. Les résultats de la CAH et de l'AFD sont répertoriés dans l'annexe 13 (p112). L'AFD (figure 54, p112) montre que tous les individus sont classés à 100% dans les trois partitions. En outre, la CAH (figure 53, p112) confirme les résultats de l'ACP (figure 40, ci-dessous) et de l'AFD. Les classes 1, 2 et 3 établis en CAH correspondent aux groupes 1, 2 et 3 de l'ACP.

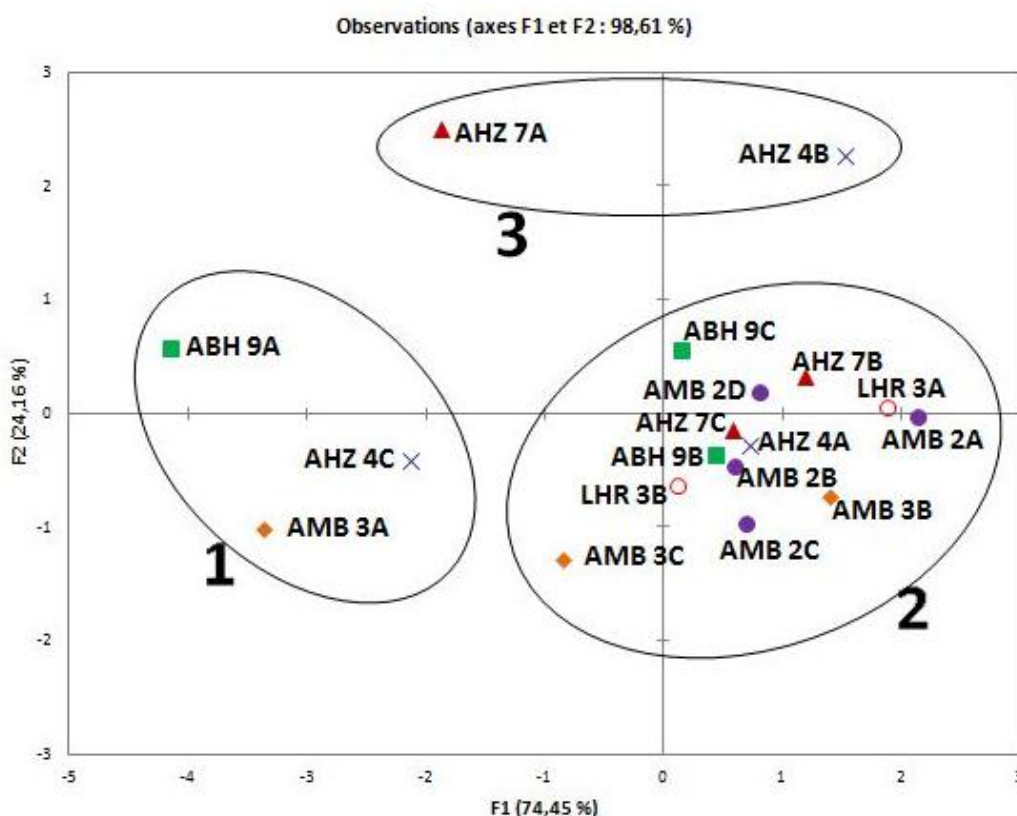


Figure 40: Analyse statistique des suivis

Tous les échantillons (LHR3A, LHR3B, AMB2A, AMB2B, AMB2C, AMB2D) issus de l'alambic LHR3 et AMB2 s'agglomèrent dans le groupe 2. Cela signifie que ces alambics ont fourni des huiles

essentielles de qualité similaire. Les échantillons issus des autres alambics (AMB3, AHZ4, ABH9 et AHZ7) se sont éparpillés à travers les 3 groupes. Par exemple, pour l'alambic AHZ4, les trois échantillons AHZ4A, AHZ4B et AHZ4C sont respectivement agencés dans les groupes 2, 3 et 1.

Seuls, 2 des 6 alambics évalués ont produit des essences de qualité voisine, ce qui est insuffisant pour cerner l'ensemble de la population. Afin de déterminer les facteurs de variation des huiles essentielles de feuilles de giroflier, il est impératif de procéder à des confrontations entre la composition chimique, les caractéristiques des alambics, la conduite de la distillation et les proportions des matières premières.

III.5. Détermination des facteurs de variation de la composition chimique

Il a été démontré durant le suivi que les alambics en soi ne garantissent pas l'obtention d'une huile essentielle standardisée. *Ces résultats infirment donc en partie l'hypothèse n°1 sur la dépendance de la composition chimique à la configuration matérielle des alambics.*

Afin d'élucider les autres sources de variabilité qualitative et quantitative, d'autres facteurs doivent être considérés.

L'objectif de cette étape est d'expliquer statistiquement la formation des trois groupes chimiques trouvés lors de la classification.

Les variables «matériel de fabrication des alambics» sont des variables qualitatives. L'ACM permet le traitement statistique des ce genre de variables. Par souci d'homogénéisation, toutes les variables doivent être transformées, selon l'annexe 6 (p103), en variables qualitatives. La matrice ainsi formée est rapportée à l'annexe 16 (p114). L'ACM permet aussi de définir la représentativité d'une variable au sein d'une autre variable. Ces propriétés seront exploitées dans la définition des paramètres *matériel, conduite de distillation et matière première* contribuant à la formation principaux *profils chimiques*.

III.5.1. Analyse factorielle de correspondance multiple (AFCM ou ACM)

III.5.1.1. Valeurs propres et pourcentage de l'inertie

Pour la suite, le terme «**TYPE**» de la classification sera remplacé par l'expression «**profil chimique**». Les **profils chimiques 1, 2 et 3** correspondent donc à la composition chimique globale des huiles essentielles obtenues respectivement sur les alambics de **TYPE 1, 2 et 3**. L'importance du nombre des variables traitées a entraîné la réduction des valeurs propres et induit la considération d'un grand nombre d'axes factoriels.

Tableau XXV: Valeurs propres et pourcentage de l'inertie

	F1	F2	F3	F4
Valeur propre	0,315	0,217	0,203	0,159
Inertie ajustée (%)	34,65	14,86	12,79	7,08
% cumulé	34,65	49,50	62,29	69,37

Les 4 premières valeurs propres expliquent respectivement 34,65%, 14,86%, 12,79% et 7,08% de l'inertie totale. Leur combinaison linéaire de 69,37% est suffisante pour représenter les variables. La figure suivante représente la projection des variables sur le premier plan factoriel.

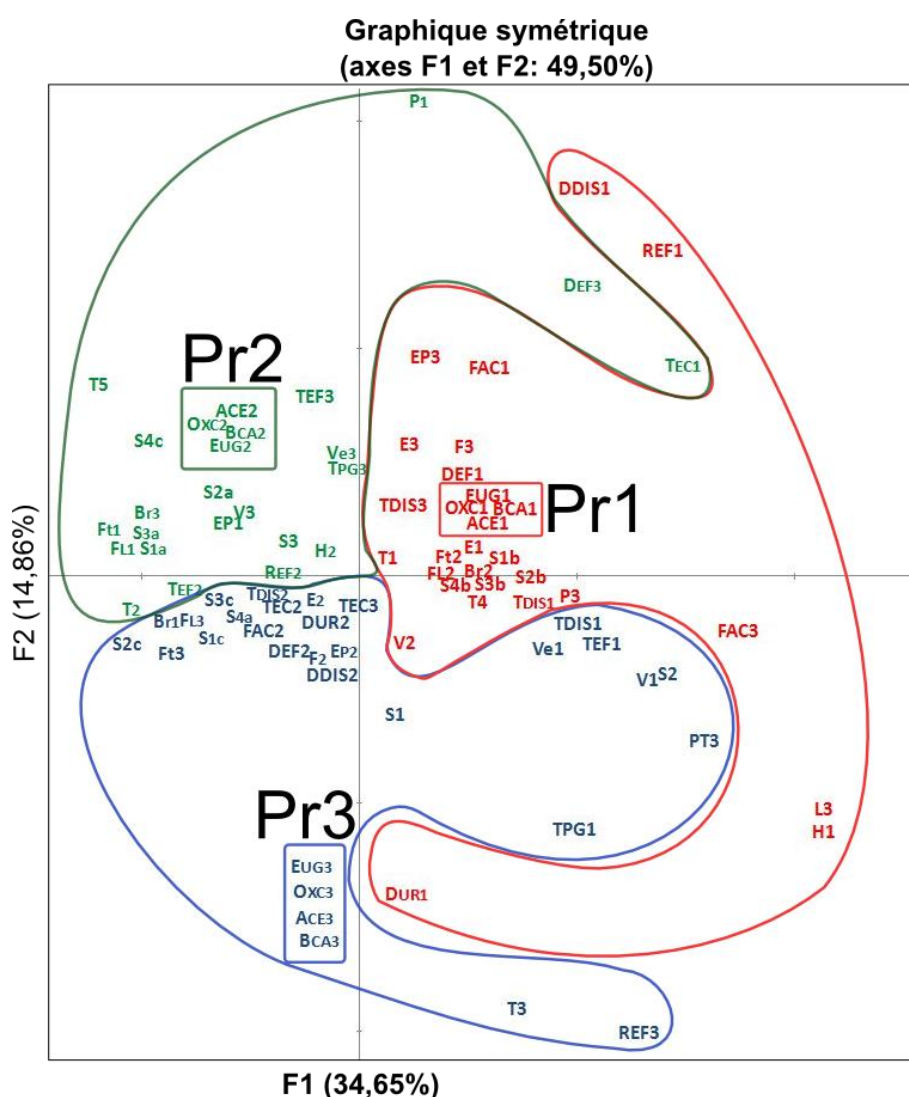


Figure 41: Projection des variables sur le plan F1:F2

Sur cette figure, la formation des profils chimiques (Pr, en encadré) peut être expliquée avec les paramètres limités par la même couleur. La signification des codes attribués à chaque paramètre est expliquée à l'annexe 6 (p103).

III.5.1.2. Interprétation des axes factoriels

L'axe F1 oppose :

- ⇒ **BCA1, OXC1, EUG1 et ACE1 (Profil chimique 1)**, T1, J1, S2, L3, H1, V1, Vi1, Ve1, TEC1, TDIS1, DDIS1, TPG1, TEF1, DEF3, REF1, FAC3, Br2, FL2, Ft2, S1b, S2b, S3b, S4b
- ⇒ **à BCA2, OXC2, EUG2 et ACE2 (Profil chimique 2)**, T2, P2, S3, H2, E2, V3, Vi2, Ve2, PT2, TEC2, TDIS2, DUR2, TEF2, DEF2, REF2, FAC2, Br3, FL1, Ft1, S1a, S2c, S3a, S4c

L'axe F2 oppose:

- ⇒ **BCA2, OXC2, EUG2 et ACE2 (Profil chimique 2)**, T5, F1, P1, Ve3, EP3, PT1, DDIS1, TPG3, DUR3, TEF3, DEF3, REF1, FAC1
- ⇒ **à BCA3, OXC3, EUG3, ACE3 (Profil chimique 3)**, T3, J1, F2, P2, S2, L3, H1, E2, V1, Vi1, Ve1, EP2, PT3, TEC2, TDIS1, DDIS2, TPG1, DUR2, TEF1, DEF2, REF3, FAC2, Br1, FL3, Ft3, S1c, S2c, S3c, S4a

L'axe F3 oppose:

- ⇒ **BCA1, OXC1, EUG1 et ACE1 (Profil chimique 1)**, F3, P2, L2, E3, Vi1, REF2, FL3, S1c, S2c, S3c, S4a
- ⇒ **à BCA2, OXC2, EUG2 et ACE2 (Profil chimique 2)**, T3, F1, P1, S1, L1, E1, Vi3, Ve3, PT1, DDIS2, TPG1, FL2, S1b, S2b, S3b

L'axe F4 oppose:

- ⇒ **BCA1, OXC1, EUG1 et ACE1 (Profil chimique 1)**, S1, L1, E3, V2, EP3, PT2, TDIS2, DDIS1, DEF1,
- ⇒ **à BCA2, OXC2, EUG2 et ACE2 (Profil chimique 2)**, T2, J2, S2, L3, H1, V1, EP2, PT3, TEC1, TDIS1, TPG3, FAC3, Br3, FL1, Ft1, S4c

Synthétisant les résultats ci-dessus, le tableau XXVI présente les paramètres (matériel, matière première et conduite de distillation) spécifiques à l'obtention d'un profil chimique donné.

Tableau XXVI: Résultats de l'ACM

PROFIL CHIMIQUE	COMPOSITION CHIMIQUE	CONFIGURATION MATERIELLE	CONDUITE DE DISTILLATION	MATIERES PREMIERES
1	BCA1, OXC1, EUG1, ACE1	T1, V2, EP3, P3, H1, E3	TEC1, TDIS1, DDIS1, TPG1, DUR1, TEF1, DEF1, REF1, FAC3	Br2, FL2, Ft2, S1b, S2b, S3b, S4b
2	BCA2, OXC2, EUG2, ACE2	T2, V3, EP3, P1, H2, E1	TEC1, TDIS1, DDIS1, TPG3, DUR2, TEF2, DEF3, REF2, FAC2	Br3, FL1, Ft1, S1a, S2c, S3a, S4c
3	BCA3, OXC3, EUG3, ACE3	T3, V1, EP2, P2, H1, E2,	TEC2, TDIS1, DDIS2, TPG1, DUR2, TEF1, DEF2, REF3, FAC2	Br1, FL3, Ft3, S1c, S2c, S3c, S4a

III.5.1.3. Interprétations des résultats de l'ACM

L'application des codages de l'annexe 6 (p103) sur le tableau XXVI conduit au tableau XXVII. Ce tableau illustre les conditions d'obtention des trois profils chimiques. Dans l'ensemble, chaque profil est déterminé par une association spécifique de paramètres.

Tableau XXVII: Configuration matérielle, proportion de matière première et configuration matérielle contribuant à la réalisation de chaque profil chimique.

	PARAMETRES	Profil 1	Profil 2	Profil 3
CONDUITE DE DISTILLATION	Durée de cuisson (mn)	DUR≤900	900<DUR≤1440	900<DUR≤1440
	Fréquence d'ajout de combustible (kg/h)	50<FAC	40<FAC≤50	40<FAC≤50
	Rapport eau-feuille	REF≤2	2<REF≤3	3<REF
	Débit d'eau froide (l/h)	DEF≤300	400<DEF	300<DEF≤400
	Température de l'eau froide (°C)	20<TEF≤25	25<TEF≤26	20<TEF≤25
	Temps d'apparition de la première goutte (mn)	TPG≤60	90<TPG	TPG≤60
	Débit du distillat (l/h)	DDIS≤20	DDIS≤20	20<DDIS≤30
	Température du distillat (°C)	TDIS≤30	TDIS≤30	TDIS≤30
	Température de l'eau sortant du réfrigérant (°C)	TEC≤50	TEC≤50	50<TEC≤70
PROPORTION RELATIVE des MATIERES PREMIERES	Feuilles de stade 1 (%)] 5; 6]] 0; 5]	Supérieur à 6
	Feuilles de stade 2 (%)] 9; 10]	Supérieur à 10	Supérieur à 10
	Feuilles de stade 3 (%)] 38; 40]] 0; 38]	Supérieur à 40
	Feuille de stade 4 (%)] 45; 50]	Supérieur à 50] 0; 45[
	Branchettes (%)] 37; 39]	Supérieur à 39] 0; 37]
	Feuilles (%)] 60; 62]	Inferieur à 60	Supérieure à 62
	Rapport feuilles-tiges] 1,5; 1,7]] 0; 1,5]	Supérieur à 1,7
CONFIGURATION MATERIELLE de la DISTILLERIE	Cucurbite-Chapiteau	Al-Al	Fe-Fe	Fe-Al
	Volume de la cucurbite (l)	900L<V≤1000	1000<V	V≤900
	Epaisseur de la paroi de la cucurbite	2,5<EP	2,5<EP	2<EP≤2,5
	Epaisseur du condenseur	17<E	E≤15	15<E≤17
	Hauteur du Condenseur	H≤50	50<H≤70	H≤50

Ce tableau indique l'intervention de tous les paramètres considérés dans la formation des profils chimiques. Ces informations peuvent être déchiffrées de la manière suivante:

Profil chimique 1

Le profil chimique 1 est caractérisé par de l'eugénol à 83,7%, du β-caryophyllène à 12,67%, de l'oxyde de caryophyllène à 1,39% et de l'acétate d'eugényle à 1,21%. Ces produits étaient obtenus sur un alambic en aluminium (Al-Al) ayant un volume utile de 900l à 1000l. L'épaisseur de sa paroi est supérieure à 2,5mm. Le condenseur dont la hauteur dépasse 50cm est épais de plus de 17cm.

La matière première utilisée est composée de 37% à 39% de branchettes et 60% à 62% de feuilles; avec un rapport feuille-tige compris entre 1,5 et 1,7. Les stades de développement S1, S2, S3 et S4 auxquels se trouvent ces feuilles sont respectivement proportionnés à 5%-6%, 9%-10%, 38%-40% et 45%-50%.

La distillation s'est effectuée en moins de 15 heures. Le feu est alimenté par plus de 50Kg de combustible par heure. Le chargement de l'alambic respecte un rapport eau-feuille inférieur ou égal à 2. Le débit d'eau froide pour la réfrigération n'excède pas le 300l/h. Les conséquences de ces paramètres sont: une première goutte de condensat apparu en moins d'une heure de cuisson; Le débit du distillat inférieure ou égale à 20l/h. Les températures du distillat et de l'eau sortant de réfrigérant restent respectivement au dessous de 30°C et 50°C.

Profil chimique 2

Avec 80,72% d'eugénol, 15% de β -caryophyllène, 1,63% d'oxyde de caryophyllène et 1,31% d'acétate d'eugényle, ce profil se singularise par une composition chimique qui s'agrége autour de la moyenne générale.

Ce sont les fruits d'une matière première contenant plus de 39% de branchettes et moins de 60% de feuilles avec un rapport feuille-tige inférieur à 1,5. La proportion des feuilles de différents stades sont: $S1 \leq 5\%$, $10\% < S2$, $S3 \leq 38\%$ et $50\% < S4$. La distillation de 15 à 24 heures a lieu dans un alambic en fer (Fe-Fe) dont la cucurbite de plus de 1000l de volume utile est munie d'une paroi épais de plus de 2,5mm. Le rapport eau-feuille de la charge de l'alambic oscille entre 2 et 3.

La réfrigération est assurée par de l'eau de 25°C admis à un rythme de 400l/h. Le condenseur de moins de 50cm de hauteur a une épaisseur comprise entre 15cm et 17cm. Le réfrigérant débite de l'eau à moins de 50°C. La fréquence d'ajout du combustible est comprise entre 40Kg/h et 50Kg/h. Le débit du distillat n'excède pas le 20l/h et sa température reste au dessous de 30°C. La première goutte est constatée en moins d'1h30min.

Profil chimique 3

Le profil chimique 3 est marqué par des produits les plus pauvres en eugénol (77,22%) mais les plus riches en β -caryophyllène (16,82%), en acétate d'eugényle (2,22%) et en oxyde de caryophyllène (1,85%). Ces essences sont issues d'une matière première constituée tout au plus par 37% de branchettes et au moins 62% de feuilles; avec un rapport feuille-tige supérieur à 1,7. La matière première contient plus de 6% de feuilles de stade S1, plus de 10% de S2, plus de 40% de S3 mais moins de 45% de S4.

La distillation s'est effectuée dans un alambic dont la cucurbit en fer de moins de 900l de volume utile a une paroi variant entre 2mm et 2,5mm; est muni d'un chapiteau en aluminium.

Les suivants sont les paramètres de distillation relatifs à ce profil:

- La cuisson dure entre 15 et 24 heures;
- L'eau de réfrigération de 20°C à 25°C arrive avec un débit compris entre 300l/h et 400l/h.
- La charge de l'alambic est caractérisée par un rapport eau-feuille supérieure à 3.
- L'alimentation du feu de cuisson est assurée par 40kg/h à 50kg/h.
- La température de l'eau sortant du réfrigérant est comprise entre 50°C et 70°C;
- La température du distillat est inférieure ou égale à 30°C;
- Le débit du distillat varie entre 20l/h et 30l/h;
- Le temps d'apparition de la première goutte de distillat est inférieure à une heure;

III.5.2. Paramètres physico-chimiques relatifs à chaque profil chimique

Le tableau XXVIII, relate la moyenne, le minimum, le maximum et l'écart-type des constantes physico-chimiques relatifs à chaque profil chimique. Les paramètres physico-chimiques concernent la densité (d_{20}^{20}) relative à 20°C, la miscibilité à l'éthanol (**Eth.**), l'indice de réfraction (n_{20}^{20}) et le pouvoir rotatoire (α_D^{20}). Les résultats correspondants figurent à l'annexe 11 (p109).

En général, la densité des huiles essentielles obtenues dans le cadre de cette étude concordent avec la norme AFNOR NFT 75-207. Ramalanjaona et Jourdan (1961), Dufournet (1968), Ledreux (1928) et Osman (2012) ont trouvé les mêmes résultats. L'indice de réfraction correspond aux analyses d'Osman (2012), Ramalanjaona et Jourdan (1961) et Dufournet (1968). Le pouvoir rotatoire est légèrement supérieur aux résultats proposés par la littérature, et en occurrence de celui de Dufournet (1968), d'Osman (2012) et Ramalanjaona et Jourdan (1961). La miscibilité à l'éthanol est supérieure aux valeurs proposées par Ramalanjaona et Jourdan (1961).

Tableau XXVIII: Profil chimique et Constantes physico-chimiques

	Profil 1				Profil 2				Profil 3			
	Min	Moy	Max	σ	Min	Moy	Max	σ	Min	Moy	Max	σ
d_{20}^{20}	1,04	1,04	1,05	0,00	1,03	1,04	1,04	0,00	1,03	1,03	1,04	0,00
Eth. (vol)	0,90	1,23	1,35	0,09	1,18	1,32	1,60	0,10	1,25	1,37	1,63	0,12
n_{20}^{20}	1,5291	1,5307	1,5314	0,0005	1,5284	1,5298	1,5306	0,0005	1,5277	1,5287	1,5298	0,0007
α_D^{20} (°)	-3,61	-3,32	-2,09	0,41	-4,12	-3,72	-3,25	0,25	-4,62	-3,90	-3,03	0,57

Les valeurs du pouvoir rotatoire indiquent que les huiles essentielles de feuilles de giroflier ont tendance à orienter les raies D du sodium vers la gauche. Elles sont donc lévogyres. La plus grande déviation (3.9°) est repérée au niveau du profil 3 tandis que le profil 1 présente la valeur minimale ($3,32^\circ$). La miscibilité à l'éthanol de ces échantillons est très rapprochée. Elle évolue dans le même sens que le pouvoir rotatoire. Contrairement aux essences de profil chimique 1, les essences de profil 3 sont les moins miscibles à l'éthanol 70°GL. Tous les échantillons ont à peu près le même indice de réfraction et la même densité relative. Cependant, les échantillons de profil 1 et 2 sont plus denses et plus réfractaires.

Le rapprochement entre l'évolution de ces constantes physico-chimiques et la composition chimique moyenne des échantillons conclut que l'activité optique et la miscibilité à l'éthanol sont corrélées négativement avec la concentration en eugénol mais entretiennent un rapport significativement positif avec la teneur en β - et oxyde de caryophyllène. Les produits riches en eugénol ont une densité et un indice de réfraction plus important. Ramalanjaona et Jourdan (1961) ont proposé le même résultat.

III.6. Etude des huiles essentielles résiduelles

III.6.1. Etude quantitative

La quantification des essences résiduelles permet d'apprécier la genèse du rendement en huile essentielle. L'extraction concerne 15 échantillons de résidus de distillation. 14 de ces échantillons étaient prélevés sur des alambics traditionnels. L'ensemble des résultats est rapporté à l'annexe 9 (p107).

III.6.1.1. Cas des alambics traditionnels

Le tableau ci-dessous fournit la valeur moyenne, le maximum, le minimum et l'écart-type du rendement rapporté à la matière sèche.

Tableau XXIX: Rendement moyen, maximal et minimal de la redistillation de feuilles cuites

Minimum	Moyenne	Maximum	Ecart-type	CV (%)
0,05	0,97	2,62	0,91	94,18

Ce tableau, révèle qu'à la fin des cuissons, la matière première contient encore de l'huile essentielle. Le rendement de redistillation varie en fonction de la durée de cuisson appliquée au niveau des distilleries sources. Plus la cuisson est longue, plus les feuilles s'épuisent. Le rendement maximal (2,62%) est attribué à une cuisson de 13h29mn tandis le rendement minimal (0,05%) était obtenu d'une cuisson de 26h32mn.

Pour la même cuisson, le rendement de la redistillation varie également en fonction de la place occupée par les matières premières au sein de l'alambic (Cf. figure 42). Cette variation peut être expliquée:

⇒ **Soit par l'inégalité de la puissance de chauffe** à laquelle est soumis chaque point de la cucurbite. Le rendement maximal en essence résiduelle a été enregistré au niveau de la zone centrale adjacente à l'ouverture du foyer (rectangle grisée de la figure 42A). L'accumulation des combustibles à cet endroit obstrue l'aération et induit une diminution locale du chauffage.

En plus, le chauffage exercé par l'air chaud contenu dans l'extension verticale du foyer (Cf. figure 42B et C) favorise la cuisson des matières premières disposées sur la périphérie de la cucurbite. Immédiatement recouverte d'une épaisse maçonnerie, le devant de l'alambic ne bénéficie pas de cet effet (Cf. figure 26, p45). En outre, la structure actuelle du foyer est propice à une fuite calorifique par rayonnement ou sous forme de gaz chaud.

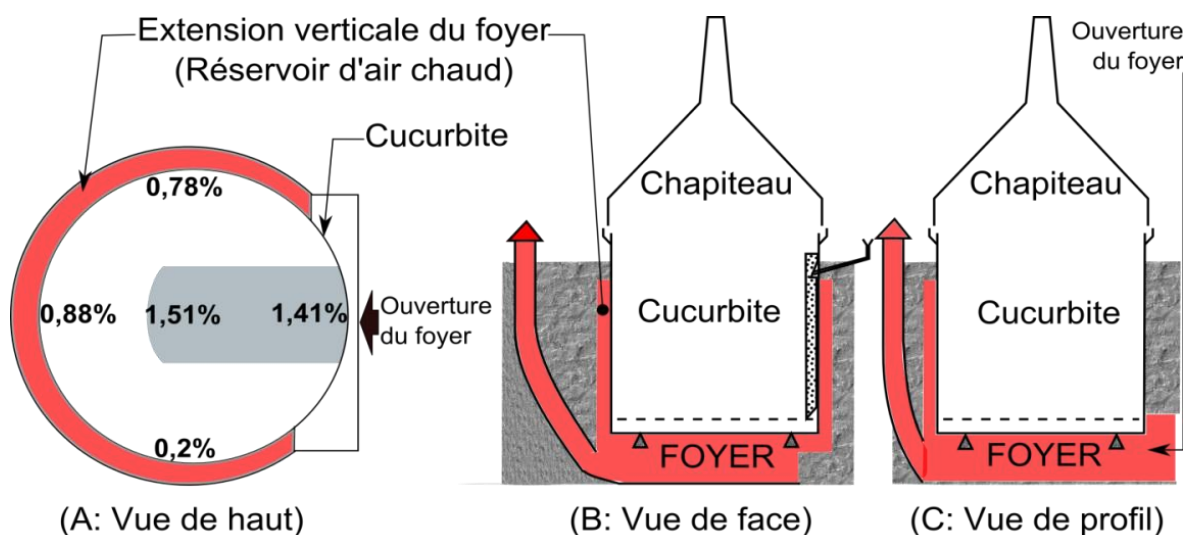


Figure 42: Variation de la quantité d'essence résiduelle selon la partie de la cucurbite (Auteur, 2013)

⇒ **Soit par un mauvais tassement:** Le tassement (Cf. figure 25, p44) assure non seulement un remplissage optimal de la cucurbite mais permet également d'avoir une cuisson homogène de la matière première. Cette notion suppose que toutes les parties de l'alambic sont soumises à des puissances de chauffe identiques.

Pour le même alambic, ce rendement varie d'une cuisson à une autre (Cf. Annexe 9, p107). Cette variation est sans doute liée à la conduite de distillation qui varie en fonction de l'opérateur.

III.6.1.2. Cas des alambics améliorés

Après une cuisson de 6h40mn, l'échantillon prélevé au niveau de l'alambic de Vohilengo a donné 2,39% d'huile essentielle. A première vue, cet alambic permet une meilleure extraction que l'alambic traditionnel. En effet, cette valeur est inférieure au rendement minimal de 2,62% issue d'un l'alambic traditionnel, fonctionnant pendant 13h29mn.

Cette performance peut être attribuée à une meilleure exploitation de la puissance de chauffe disponible. Les vapeurs produites au niveau de la chaudière sont exclusivement injectées sur la matière première. Les pertes calorifiques se résument aux pertes de charges constatées au niveau des parois non isolées. Le bref délai de distillation permet en outre une économie de temps et de combustible.

Par extrapolation de ces résultats, le rendement peut donc varier en fonction de :

- La conduite de distillation;
- La puissance de chauffe.

III.6.2. Etude qualitative

L'étude qualitative des essences résiduelles a pour objet de mieux appréhender la variation relative de la composition chimique des huiles essentielles de feuilles de giroflier. Ces résidus de distillation contenaient exactement la même proportion de feuilles et de branchettes que les matières premières utilisées sur leurs alambics d'origine. Seuls 13 des 15 échantillons ont produit une quantité d'essence suffisante pour l'analyse chromatographique. L'identification couvre 90,95% de la constitution chimique totale. L'ensemble des résultats est restitué à l'annexe 20 (p119).

III.6.2.1. Cas des alambics traditionnels

La redistillation de l'ensemble des résidus de distillation a permis d'obtenir des huiles essentielles contenant en moyenne 79,99% d'eugénol, 8,17% de β -caryophyllène, 1,23% d'oxyde de caryophyllène et 0,96% d'acétate d'eugényle. Les facteurs de dispersion indiquent des très fortes hétérogénéités. A titre comparatif, les feuilles fraîches¹⁴ fournissent des produits contenant en moyenne, 81,06% d'eugénol, 14,49% de β -caryophyllène, 1,59% d'oxyde de caryophyllène et 1,5% d'acétate d'eugényle (Cf. tableau XV, p53). La composition chimique des essences résiduelles est restituée à l'annexe 20 (p119). Le tableau suivant expose pour chaque composant, la valeur moyenne, le minimum, le maximum et le coefficient de variation.

¹⁴ Non cuites

Tableau XXX: Composition des essences résiduelles des alambics traditionnels

	BCA (%)	OXC (%)	EUG (%)	ACE (%)
Minimum	0,80	0,10	20,60	0,20
Moyenne	8,17	1,23	79,99	0,96
Maximum	50,20	6,90	96,30	1,60
CV (%)	175,00	161,81	30,13	55,65

Pour la même matière première, la composition chimique de l'essence résiduelle est relative à l'emplacement de la matière première dans la cucurbite. La figure 43¹⁵ montre l'ampleur de cette variation lors d'une cuisson au niveau de l'alambic AHZ4. Cette figure met en relief des essences résiduelles particulièrement riche en eu génol.

Tout comme dans le cas du rendement, la zone centrale¹⁶ contigüe à l'ouverture du foyer montre la plus haute teneur en eugénol, en caryophyllènes et en acétate d'eugényle. La périphérie présente par contre des huiles essentielles déficientes en éléments chimiques. Les produits extraits des matières premières occupant le bord de la cucurbite ont à peu près la même composition chimique. Les raisons de cette variation de la composition chimique peuvent être attribuées à la différence de puissance de chauffe subite par les différentes parties de la cucurbite.

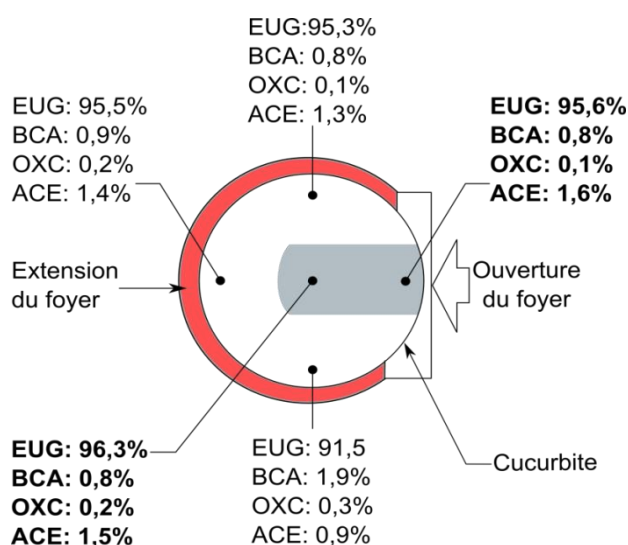


Figure 43: Variation de la composition chimique de l'essence résiduelle selon la partie de la cucurbite (Auteur, 2013)

Au niveau du même alambic, avec des matières premières différentes, la composition chimique varie d'une distillation à une autre (Cf. Annexe 9, p107). Cette fluctuation est rapportée au changement de la conduite de cuisson qui dépend des opérateurs.

¹⁵ Coupe transversale de la cucurbite

¹⁶ Grisée

La conduite de cuisson et la bonne répartition de l'énergie calorifique sont déterminantes pour la composition chimique de l'huile essentielle. L'influence du temps de distillation n'est pas très évidente. Pourtant, la plus basse teneur en eugénol correspond à la plus longue distillation.

III.6.2.2. Cas des alambics améliorés

L'échantillon pris sur l'alambic amélioré a donné de l'essence riche en eugénol (91,8%) et en acétate d'eugényle (1,9%); mais pauvre en β -caryophyllène (3,9%) et oxyde de caryophyllène (0,6%). Le tableau suivant montre la composition chimique de cette essence.

Tableau XXXI: Essence résiduelle d'alambic amélioré

BCA (%)	OXC (%)	EUG (%)	ACE (%)
3,9	0,6	91,8	1,9

Cette essence résiduelle est particulièrement riche en eugénol. L'échantillon de feuilles redistillées provenait d'une cuisson de 6h40mn. Le tableau suivant montre que les huiles essentielles issues des deux alambics améliorés ont des compositions chimiques voisines.

Tableau XXXII: Composition chimique des huiles essentielles produites sur alambics améliorés

N°	Alambics	BCA (%)	OXC (%)	EUG (%)	ACE (%)
1	VHL1	20,10	2,10	74,60	2,20
2	APM1	25,40	2,50	67,40	2,60

Ces huiles essentielles sont pauvres en eugénol mais très concentrées en β -caryophyllène. Cette richesse en eugénol des essences résiduelles (tableau XXXI) explique la déficience de cet élément dans les huiles essentielles du tableau XXXII. Ces deux alambics appliquent la même durée de distillation.

La distillation fractionnée exécutée par Ramalanjaona et Jourdan (1961) a démontré que la majeure partie de l'eugénol n'est extraite que très tardivement. En se basant sur cette information et la richesse en eugénol des essences du tableau XXXII, la durée de distillation appliquée sur les alambics améliorés paraît donc insuffisante.

III.7. Définition des facteurs des variations quantitatives et qualitatives des huiles essentielles de feuilles de giroflier

Le tableau XXVII (p66) montre que toutes les modalités des trois principaux paramètres¹⁷ sont représentées dans les colonnes correspondant à chaque profil chimique. Les caractéristiques quantitatives et qualitatives de l'huile essentielle de feuilles de giroflier ne peuvent donc être

¹⁷ Conduite de distillation, matériels de distillation et matières premières

dissociées de l'association objective entre la matière première, la conduite de distillation et la configuration matérielle de l'alambic.

III.7.1. Conduite de distillation et matériels de fabrication de l'alambic

III.7.1.1. Composition chimique

La composition chimique varie en fonction de la puissance de chauffe et la conduite de distillation :

Une cuisson brève est affiliée à des produits pauvres en eugénol mais riches en d'autres éléments. L'eugénol est plus dense que tous les autres composants chimiques. Concentrer l'huile essentielle en eugénol requiert donc beaucoup plus de temps. En effet, la relation entre la composition chimique et la conduite de distillation rapportée à l'annexe 14 (p113) expose une corrélation faible mais positive entre le temps de distillation et la quantité d'eugénol obtenue.

La puissance de chauffe agit sur la composition chimique globale. Le ramollissement de la matière première favorise la libération de tous les principes volatiles. En plus, un chauffage poussé augmente le flux de vapeur transportant les molécules aromatiques libérées.

Les matériels de fabrication peuvent influencer la composition chimique en général et la teneur en eugénol en particulier. L'eugénol ayant réagi avec les métaux pour former l'eugénate de métal est irrécupérable au niveau des distilleries artisanales. L'aluminium permet d'avoir une huile essentielle de qualité visuelle satisfaisante.

III.7.1.2. Rendement

Le rendement dépend de la conduite de distillation et de la puissance de chauffe. En effet, un puissant chauffage permet, dans un bref délai, d'épuiser les matières premières de ses réserves aromatiques. Le matériel de fabrication de l'alambic tient également un rôle non négligeable. Le meilleur rendement était obtenu sur des alambics fabriqués exclusivement avec de l'aluminium (Al-Al).

III.7.2. Matières premières

Etant le principal support des produits aromatique: les matières premières semblent être la base de la variation quantitative et qualitative des huiles essentielles.

III.7.2.1. Rendement

La variation du rendement dépend principalement de la richesse en feuilles de la matière première. Une forte proportion de jeunes feuilles est toujours rapportée à une grande quantité d'huile essentielle. Ramalanjaona et Jourdan ont trouvé le même résultat.

III.7.2.2. Composition chimique

La proportion relative de la matière première est liée au rapport feuille-tige et la représentativité des différents stades de feuilles. Selon les descriptions effectuées par Ramalanjaona et Jourdan (1961), les deux stades S1 et S2 sont des jeunes feuilles tandis que S3 et S4 sont des vieilles feuilles. L'image de chaque stade de feuilles est montrée par la figure 44. La disposition des feuilles de chaque stade sur la plante est restituée à l'annexe 18 (p117).

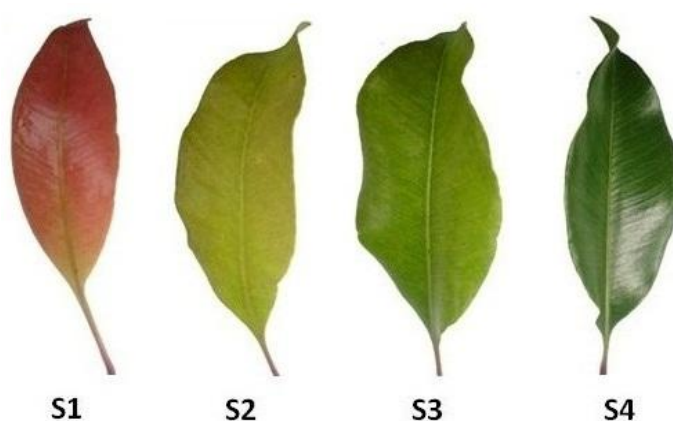


Figure 44: Les différents stades de feuilles du giroflier (Cliché: Rakotoarison, 2013)

Même très faiblement, une augmentation du rapport feuille-tige (RFT) entraîne celle du β -caryophyllène, de l'oxyde de caryophyllène et de l'acétate d'eugényle mais réduit l'eugénol. Ce qui laisse spéculer qu'une partie de l'eugénol des produits finis provient des tiges. En effet, Ramalanjaona et Jourdan (1961) stipulent que l'essence de branchettes contient en moyenne 96,5% d'eugénol. La proportion en jeunes feuilles favorise la formation du β -caryophyllène, de l'oxyde de caryophyllène et de l'acétate d'eugényle. Par contre la prépondérance des vieilles feuilles est corrélée positivement avec la teneur en eugénol (Cf. tableau XLVI, p113)

III.8. Analyses économiques

La distillation des feuilles de giroflier est avant tout une activité économique et est appelée à être génératrice de valeurs ajoutées. Elle se pratique surtout durant la période de soudure pour stabiliser la situation financière des ménages. Cette partie du rapport sert à déterminer le prix de revient local d'1l d'essence.

Afin de mieux appréhender la fraction huile essentielle de la filière girofle, il est fondamental d'envisager l'étude, d'abord sous l'angle de l'économie industrielle puis sous celui de l'économie familiale. Les résultats sont basés sur 23 opérations.

III.8.1. Analyse selon l'économie industrielle

L'économie industrielle tient compte de tous les postes de dépenses occasionnés par les opérations de distillation depuis la préparation des matières premières jusqu'à l'obtention des produits finis. Les dépenses sont réparties en trois catégories dont: le prix des matières premières, le coût des travaux et les autres coûts. Le tableau suivant détaille l'ensemble des frais d'exploitation.

Tableau XXXIII: Liste des frais pris en compte en économie industrielle

MATIERES PREMIERES	➤ Prix des feuilles ➤ Prix du bois
COUTS DES TRAVAUX	➤ Coupe des branches et des feuillages ➤ Transport des feuilles ➤ Abattage et transport du bois ➤ Ebranchage ➤ Surveillance de la cuisson
AUTRES POSTES DE DEPENSES	➤ Location de l'alambic ➤ Eclairage

III.8.2. Analyses selon l'économie familiale

L'économie familiale ne consigne que les frais directement endossés par l'exploitant. Les postes de dépenses retenues dans la présente analyse sont restitués par le tableau ci-dessous :

Tableau XXXIV: Analyse économique

MATIERES PREMIERES	Prix du bois
COUT DES TRAVAUX	-
AUTRES POSTES DE DEPENSES	Location de l'alambic Prix du pétrole pour l'éclairage

III.8.3. Résultats des analyses économiques

Compte tenu des prix locaux (Ambatoharanana) variant de Ar 15 000 à Ar 30 000¹⁸, les opérations de distillation des feuilles de giroflier n'est rentable qu'en économie familiale. Cette différence est mise en exergue par le tableau suivant.

Tableau XXXV: Résultats des analyses économiques

	ECONOMIE FAMILIALE	ECONOMIE INDUSTRIELLE
Prix de revient moyen (Ar)	5 977	16 960
Ecart-type (Ar)	2 157	3 828
Maximum (Ar)	9 100	22 463
Minimum (Ar)	4 351	13 638

Ces prix ont été calculés sur l'ensemble des alambics. L'écart-type différent de zéro est dû à la variation du prix des combustibles en fonction des vendeurs.

¹⁸ Rarement plus de Ar 40 000

III.9. Conclusion partielle III

Le rendement à l'extraction varie entre 1,75%-3,40% avec une moyenne de 2,39%. Les analyses chromatographiques des échantillons d'huile essentielle ont permis d'identifier 4 composants majeurs dont l'eugénol (81,06%), le β -caryophyllène (14,49%), l'oxyde de caryophyllène (1,59%) et l'acétate d'eugényle (1,50%). Ces éléments constituent en moyenne 98,64% de la composition chimique totale. La composition chimique des 50 échantillons d'huiles essentielles a été traitée avec la statistique multidimensionnelle (ACP, AFD et CAH). Ces traitements ont abouti à l'identification de trois types d'alambics correspondant à trois profils chimiques.

Les 20 alambics de type 1 ont produit les huiles essentielles les plus riches en eugénol (83,7%); mais les teneurs en β -caryophyllène (12,67%), en oxyde de caryophyllène (1,39%) et en acétate d'eugényle (1,21%) sont au plus basses.

19 alambics sont classés de type 2. Ils ont la particularité d'avoir une composition chimique proche de la moyenne générale. Ce groupe est caractérisé par l'eugénol à 80,72%, le β -caryophyllène à 15%, l'oxyde de caryophyllène à 1,63% et l'acétate d'eugényle à 1,31%.

Les alambics de type 3 regroupe 11 alambics. Ils ont produit des huiles essentielles dont la composition en eugénol de 77,22% est la plus basse de toute la population. En revanche, le β -caryophyllène (16,82%), l'oxyde de caryophyllène (1,85%) et l'acétate d'eugényle (2,22%) se trouve à des concentrations supérieures à la moyenne générale.

Les suivis de cuissons ont prouvé que les alambics ne permettent pas la production d'une huile essentielle de qualité stable. Ce qui infirme l'hypothèse 1 concernant «la dépendance de la composition chimique des essences produites sur la configuration matérielle des alambics»

Le traitement des données avec l'ACM a démontré que l'aspect qualitatif et quantitatif des huiles essentielles de feuilles de giroflier est lié étroitement à la synergie développée entre la matière première, la conduite de distillation et les alambics. Ces résultats confirment l'hypothèse 2 sur l'influence des conduites de distillation dans la variation de la composition chimique.

L'analyse économique a démontré que la distillation des feuilles de giroflier n'est rentable qu'en économie familiale. Cette rentabilité s'apprécie sur le rapport entre les prix de revient moyen des produits finis et la fluctuation perpétuelle de la cours des huiles essentielles. 1l d'essence a été évaluée à Ar 5977 pour l'économie familiale et à Ar 16 960 pour l'économie industrielle. Les produits industriels reviennent donc jusqu'à 3 fois plus chers que les produits artisanaux.

L'ensemble de ces résultats peuvent servir de base à d'autres sujets de recherche.

Partie IV

RECOMMANDATIONS et PERSPECTIVES

IV.1. Recommandations

IV.1.1. Maîtrise des ressources énergétiques

Dans le cas de l'hydrodiffusion, l'intégralité de la vapeur produite au niveau de la chaudière est directement injectée dans la matière première. Les pertes calorifiques se résument alors à la quantité de chaleur qui s'échappe au niveau des différentes parois non isolées. C'est sans doute la raison pour laquelle, les alambics améliorés produisent, dans un laps de temps 50% moindre, à peu près le même rendement que les alambics traditionnels. La maîtrise du chauffage permet donc de rationaliser la durée de distillation.

Au niveau des alambics d'Ambatoharanana, la conception actuelle du foyer limite l'utilisation de l'énergie calorifique par la distillation. Une grande partie des gaz est évacuée, sans avoir chauffée la cucurbite. La position de la cheminée et l'ouverture du foyer sont les principales sources de cette perte.

IV.1.1.1. Réaménagement du foyer

Pour que l'ensemble de la cucurbite bénéficie de la puissance chauffante des gaz chauds provenant du foyer, il est indispensable d'étendre verticalement ce dernier par un anneau de 20cm d'épaisseur. Cet anneau doit couvrir la circonférence de la cucurbite. L'extension se termine au niveau de la tuyauterie de cohobation par un remblayage capable de conserver la chaleur. La mise en œuvre de cette solution est montrée par la figure ci-dessous.

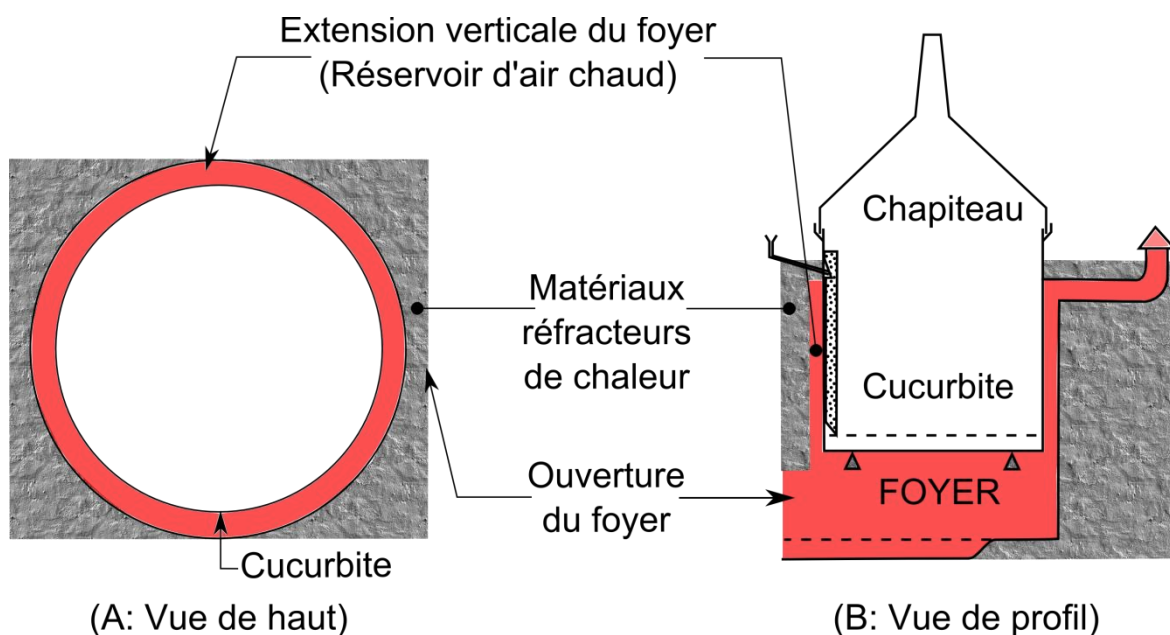


Figure 45: Extension verticale du foyer (Auteur, 2013)

Des fuites sont également constatées au niveau de l'ouverture du foyer. Ces fuites peuvent se produire sous formes de gaz chauds ou de rayonnement.

La limite supérieure du foyer laisse entrevoir la partie inférieure de la cucurbite (Cf. figure 26, p45). Après avoir frôlé la base de l'alambic, les gaz caloporteurs, encore chauds se dirigent immédiatement vers l'extérieur. La solution la plus radicale avancerait l'installation d'une porte pour que l'essentiel du flux calorifique ne soit pas évacué par la façade; mais l'application d'une telle proposition sur une distillerie artisanale serait difficile.

Donc, pour contraindre ces gaz à emprunter l'extension verticale du foyer, la traverse (Cf. figure 46) de l'ouverture de ce dernier doit être abaissée à 20cm au dessous du niveau de la base de la cucurbite. La diminution en conséquence de la hauteur peut être palliée par une excavation.

Afin d'améliorer l'aération du foyer, Ramalanjaona et Jourdan (1961) proposent la mise en place d'une grille. Ce dispositif va partager le foyer en deux niveaux. En plus d'être un support pour les combustibles, la partie supérieure est le siège d'un débit d'air de combustion primaire tandis qu'un débit d'air de combustion secondaire est prévu pour circuler au dessous de la grille. Pour pouvoir résister au feu, une telle structure doit être façonnée avec des métaux de grande épaisseur. La cherté de ces matériaux pourrait empêcher l'application de cette solution. A titre d'alternative, il peut être intéressant de creuser le long de la profondeur du foyer. Ce canal peut être surmonté par des pierres tout en laissant d'assez grandes orifices pour permettre la libre circulation de l'air. En outre, il doit être assez large pour faciliter l'enlèvement des excès de braises à l'aide d'une pelle. La figure suivante illustre cette recommandation.

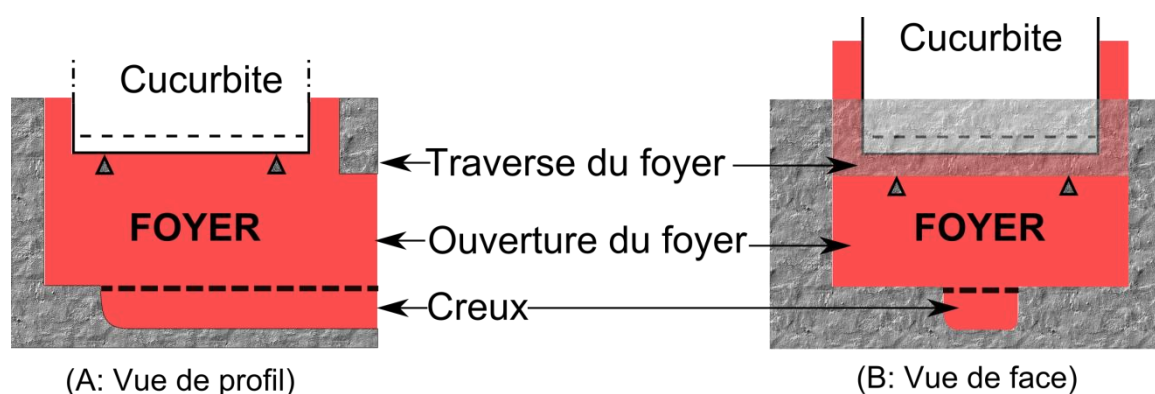


Figure 46: Réalisation d'un creux dans le foyer (Auteur, 2013)

Afin de renvoyer les chaleurs perdues par rayonnement, le foyer doit être construit avec des matériaux réfracteurs de chaleur tels que les pierres.

IV.1.1.2. Réaménagement de la cheminée

L'existence de la cheminée est indispensable, non seulement pour canaliser la sortie des gaz chauds, mais aussi pour définir un tirage. Ce phénomène d'aspiration est dû à l'écart de densité entre les fumées chaudes et l'air ambiant.

Pour les distilleries d'Ambatoharanana, l'origine du conduit de la cheminée est au même niveau que la base du foyer (Annexe 7, p105 et Annexe 8, p106). Cela entraîne l'expulsion directe des gaz caloporteurs vers l'extérieur.

Le déplacement de la cheminée à la limite de l'extension verticale du foyer permet alors de n'évacuer les masses d'air chaudes qu'après avoir chauffé la cucurbite (Cf. figure 45B, p78). Pour des alambics ayant un volume moyen de 1000l, le diamètre de la cheminée peut être fixé à 165mm. Cette valeur a été calculée par l'extrapolation des résultats obtenus par Cogat (2010).

IV.1.1.3. Les combustibles

La disponibilité en combustibles est un des gros problèmes des distilleries actuelles. Le bois est de plus en plus difficile à trouver. A Ambatoharanana, les distillations se font ordinairement avec du bambou, de l'albizzia, du giroflier, du caféier, du litchi, du glyricidia; bref, les opérateurs utilisent tous types de végétaux ligneux. Le reboisement est à préconiser. Il faut choisir des essences à croissance rapide comme les eucalyptus, les grevillea et les acacias. La figure suivante montre l'exemple des combustibles utilisés actuellement.



Différentes sortes de produits ligneux



Branches de giroflier (issus de l'ébranchage)

Figure 47: Les combustibles (Clichés: Rakotoarison, 2013)

Les matières premières étudiées au cours de cette recherche contenaient un peu moins de 40% de branchettes. Durant la saison sèche, ces tiges peuvent être une bonne alternative aux combustibles conventionnels. Le séchage permet de séparer les feuilles des tiges.

La puissance de chauffe augmente généralement avec l'existence d'une flamme léchant la cucurbite. Il est donc essentiel d'utiliser du bois relativement sec. En plus, pour faciliter l'alimentation du feu, ces combustibles doivent avoir des sections moyennement réduites.

Les bois de grande section ne se consomment que très superficiellement. Leur combustion entraîne plutôt l'entassement de braises que la production de flamme. L'accumulation de braises ne fait que ralentir la circulation de l'air. Ils ne contribuent au chauffage que s'ils sont en contact direct avec le corps de l'alambic.

IV.1.2. Conception du chapiteau

Au cours de la distillation, les vapeurs condensées au niveau du dôme ne réintègrent pas systématiquement l'intérieur de l'alambic. Elles peuvent s'écouler le long de l'arrête du chapiteau et se déversent dans la gouttière en «V» de la cucurbite (Cf. figure 48). Ce phénomène peut entraîner des pertes de principes actifs. Pour y remédier, le calorifugeage du chapiteau semble être la meilleure solution. Cependant, l'installation d'un déflecteur sur la face interne du dôme permet de ramener les condensats dans l'alambic. Le déflecteur est matérialisé par une lame de métal cylindrique. Les figures ci-dessous montrent les ruissellements de condensat et l'installation du déflecteur. L'annexe 22 (p120) propose une autre solution à ce problème.

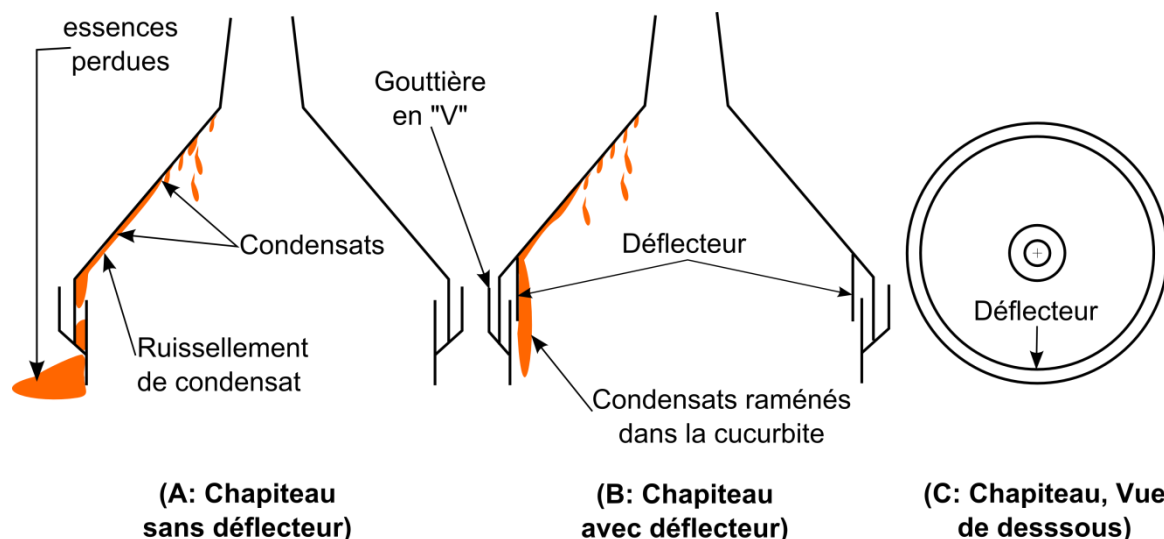


Figure 48: Adaptation du chapiteau (Auteur, 2013)

IV.1.3. Matière première

L'intégrité de la matière première doit être préservée au maximum. Les feuilles doivent rester entières et ne doivent subir ni pourriture ni moisissure. Les matières premières trempées doivent être distillées immédiatement: En effet, L'eau redémarre des réactions chimiques très

exothermiques au sein du stock de feuilles. La présence simultanée d'eau et de chaleur amorce l'hydrodistillation locale des matières premières et entraîne les pertes des principes volatiles.

La présence des tiges dans la matière première est indispensable. D'abord, elles sont riches en eugénol et génèrent des interstices favorisant la circulation des vapeurs et l'homogénéité de la cuisson de la matière première. Mais afin d'assurer un bon rendement, sa proportion au sein de la matière première ne doit pas dépasser 40%.

IV.1.4. Conduite de distillation

Pour être effective, la conduite de distillation devrait permettre l'épuisement des matières premières. Selon Ramalanjaona et Jourdan (1961), cela se produit au bout de 24 heures de cuisson. Cependant, il est primordial de tenir compte de la nature économique de l'activité. Logiquement, la quantité d'essences contenues dans les matières premières distillées est inversement proportionnelle au temps de distillation. L'allure des courbes relatant la diminution de la quantité d'essence et les frais d'exploitation cumulé est illustrée par la figure suivante.

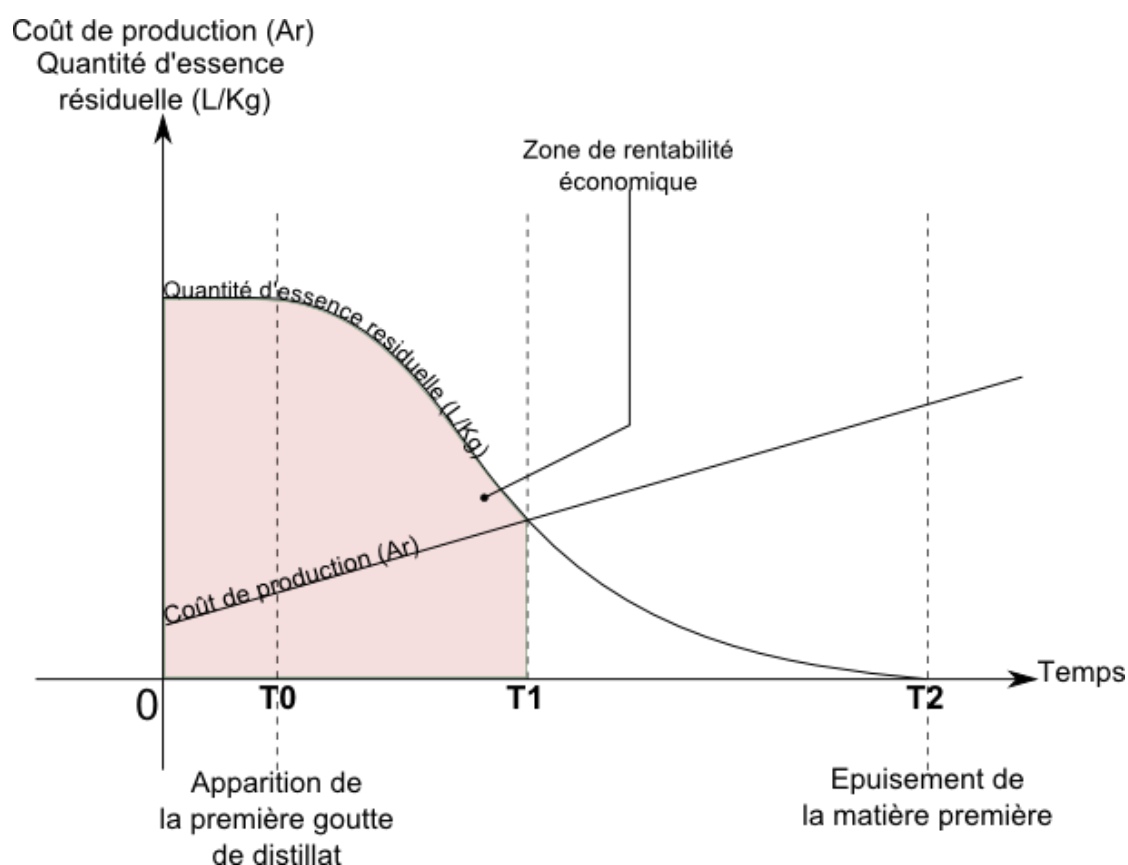


Figure 49: Distillation et rentabilité économique (Auteur, 2013)

D'après cette figure, le temps de distillation ne doit pas dépasser le temps T1. Cet instant correspond au bénéfice nul. Donc, la quantité et la qualité du produit obtenu après ce seuil ne permet plus de couvrir les dépenses y afférentes.

Afin de procéder à une économie de combustible, un chauffage maximal est recommandé avant la sortie de la première goutte de distillat. Après, la fréquence d'ajout de combustible peut être limitée de manière à maintenir une ébullition constante. Pour éviter la perte en essence, l'alimentation du feu doit tenir compte du débit maximal de l'eau de réfrigération. L'efficacité de la condensation peut être vérifiée par la température du distillat et la présence d'éventuelle vapeur émanant du condenseur.

Avant la distillation, les opérateurs ont l'habitude de mettre en moyenne 600l d'eau froide dans la cuve, ce qui induit jusqu'à plus de 2h d'attente avant l'apparition de la première goutte de distillat. Cette manière de procéder rallonge non seulement le temps de distillation mais augmente également la consommation de combustibles. Pour y remédier, il ne faut mettre que très peu d'eau de cuisson¹⁹. Toutefois, il est primordial de veiller à ce que la matière première soit initialement imbibée d'eau. Dès que les premières gouttes de distillat apparaissent, l'eau de cuisson peut être ramenée à son niveau normal par adjonction progressive d'eau sortant du réfrigérant.

Durant la distillation, l'ajout d'eau intermédiaire²⁰ arrête complètement l'ébullition. Cet arrêt dure jusqu'à 30min. Au cours d'une distillation de 20h, cette opération peut se reproduire, ce qui augmente proportionnellement la dépense en combustibles et le temps de distillation. En assurant une cohobation continue et une parfaite étanchéité du système, il est possible de réduire au maximum voire de supprimer les séquences d'ajout d'eau intermédiaire. Cette action doit s'accompagner d'une modification au niveau de la forme de la tuyauterie de cohobation qui doit permettre le retour continu de l'eau mère dans la cucurbitte tout en évitant la fuite des vapeurs aromatiques. Cette transformation est relatée par la figure suivante.

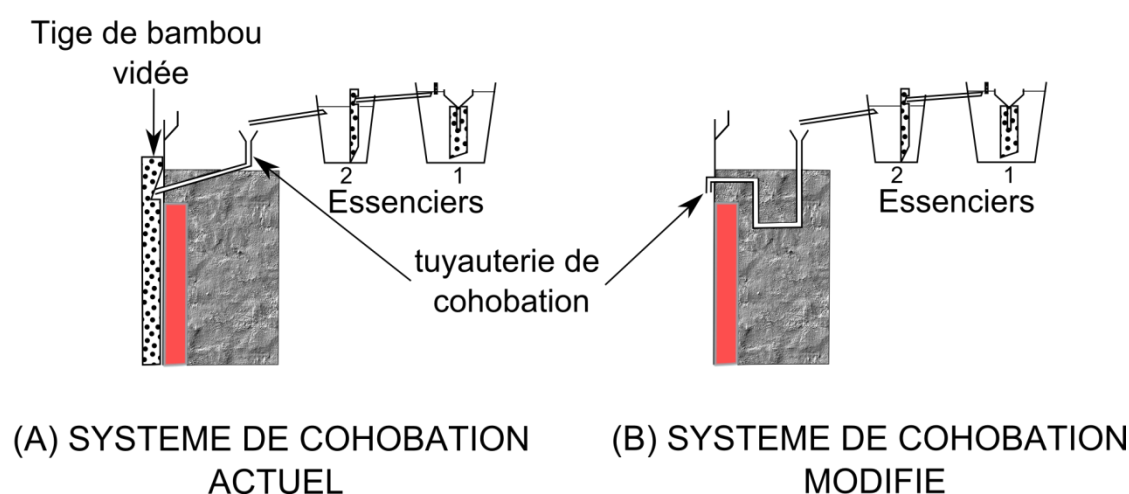


Figure 50: Modification du système de cohobation (Auteur, 2014)

¹⁹ Par exemple, 50L à 100L

²⁰ 100L à 180L d'eau

IV.2. Perspectives

Cette recherche a permis d'évaluer objectivement les incidences des différents paramètres sur les variations qualitatives et quantitatives de l'huile essentielle de feuilles de giroflier. Ces résultats peuvent servir de base à d'autres études. La liste suivante évoque quelques sujets de recherche.

Les propriétés antimicrobiennes et pesticides font partie des vertus des huiles essentielles de giroflier. Les résultats sur la quantité d'essence résiduelle peuvent être exploités dans d'autres domaines. Il serait intéressant de déterminer l'effet de l'utilisation des résidus de distillation en agriculture; notamment sur les microbes phytopathogènes et les ravageurs terricoles. Toutefois, cette étude doit aussi vérifier la rémanence de cette essence dans le sol ainsi que l'impact de son éventuelle utilisation sur les microbes utiles du sol.

La composition chimique et le rendement des huiles essentielles de feuilles de giroflier varient en fonction de l'importance des différents stades de feuilles dans la matière première. La classification établie par Ramalanjaona, et Jourdan (1961) est basée sur la couleur des feuilles. Le rapport entre les différents pigments des feuilles et la composition chimique des essences produites est un autre thème de recherche.

La présente étude était axée sur les processus de production. D'autres sources de variabilité comme les paramètres spatio-temporels, les facteurs climatiques et édaphiques méritent d'être exploités.

L'étude du vieillissement de l'huile essentielle de feuilles de giroflier en fonction des conditions de stockage (au niveau collecteurs et exportateurs) complétera les résultats proposés dans ce rapport.

Le temps de distillation optimale, peut être estimé par une étude de la cinétique de distillation au niveau des distilleries artisanales.

CONCLUSION GENERALE

Madagascar est classée première exportateur et deuxième producteur mondiale des produits du giroflier. La variabilité qualitative des produits constitue un obstacle au développement de cette filière. Pour les huiles essentielles de feuilles, cette variabilité se manifeste par la fluctuation de la teneur en eugénol, en β -caryophyllène et en l'acétate d'eugényle. Plusieurs facteurs comme le matériel végétal, l'état des matières premières, les facteurs spatio-temporels et la technique de production sont à l'origine de ces variations.

Le rendement à l'extraction varie entre 1,75%-3,40% avec une moyenne de 2,39%. Les analyses chromatographiques des échantillons d'huiles essentielles prélevés sur les distilleries traditionnelles d'Ambatoharanana ont abouti à l'identification de 4 composants majoritaires dont l'eugénol (81,06%), le β -caryophyllène (14,49%), l'oxyde de caryophyllène (1,59%) et l'acétate d'eugényle (1,50%). Ces éléments constituent en moyenne 98,64% de la composition chimique totale. Le traitement des résultats par la statistique multidimensionnelle (ACP, AFD et CAH) a conduit à l'ébauche de trois types d'alambics caractérisés respectivement par trois profils chimiques différents.

Les 20 alambics de type 1 ont produit les huiles essentielles les plus riches en eugénol (83,7%); mais les plus pauvres en β -caryophyllène (12,67%), en oxyde de caryophyllène (1,39%) et en acétate d'eugényle (1,21%). 19 alambics sont classés de type 2. Ils ont la particularité d'avoir une composition chimique très proche de la moyenne générale. Ce groupe est marqué par l'eugénol à 80,72%, le β -caryophyllène à 15%, l'oxyde de caryophyllène à 1,63% et l'acétate d'eugényle à 1,31%. Les alambics de type 3 regroupent 11 alambics. Ils ont produit des huiles essentielles dont la composition en eugénol de 77,22% est la plus basse de toute la population. En revanche, le β -caryophyllène (16,82%), l'oxyde de caryophyllène (1,85%) et l'acétate d'eugényle (2,22%) se trouvent à des concentrations supérieures à la moyenne générale.

La vérification de la classification par les opérations de suivi a prouvé que les alambics ne sont pas vraiment responsables de la composition chimique des huiles essentielles. L'hypothèse 1 sur la responsabilité exclusive des alambics dans la fixation de la composition chimique des huiles essentielles est donc partiellement rejetée.

En outre, le traitement des données avec l'ACM a permis d'avancer que la variabilité qualitative et quantitative des huiles essentielles de feuilles de giroflier ne peut être dissociées de l'ensemble formé par la matière première, les alambics et la technique de distillation.

L'analyse économique a démontré que la distillation des feuilles de giroflier n'est rentable qu'en économie familiale. Cette rentabilité a été jugée sur les prix de revient moyens d'1l d'essence qui étaient d'Ar 5977 pour l'économie familiale et Ar 16 960 pour l'économie industrielle.

RESSOURCES DOCUMENTAIRES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ALI S.M., KHAN A.A., AHMED I., MUSADDIQ M., AHMED K.S., POLASA H., RAO L.V., HABIBULLAH C.M., SECHI L.A., AHMED N.; 2005; "Antimicrobial activities of Eugenol and Cinnamaldehyde against the human gastric pathogen *Helicobacter pylori*", Annals of Clinical Microbiology and Antimicrobials, 4:20, doi:10.1186/1476-0711-4-20
- ALMA M.H., ERTAS M., NITZ S., KOLLMANNBERGER H.; 2007; Chemical composition and content of essential oil from the bud of cultivated Turkish clove (*Syzygium aromaticum* L.), BioResources 2(2), 26-269.
- ANDRIANOELISOA H.S, MENUT C., COLLAS DE CHATELPERON P., SARACCO J., RAMANOELINA P.; 2006; Intraspecific chemical variability and highlighting of chemotypes of leaf essential oils from *Ravensara aromatica* Sonnerat, a tree endemic to Madagascar. Flav. Fragr. J., 21, 833-838
- ANEJA K. R., JOSHI R.; 2010; Antimicrobial of *Syzygium aromaticum* and its Bud Oil against Dental Cares Causing Microorganisms, p1-3,14p.
- BACKHEET E.Y.; 1998; Micro Determination of Eugenol, Thymol and Vanillin in Volatile Oils and Plants, phytochemical analysis, VOL.9, 134–140 (1998), 7 p.
- BATISH D.R., SINGH H.P., SETIA N., KAUR S., KOHLI R. K.; 2006; Chemical Composition and Phytotoxicity of Volatile Essential Oil from Intact and Fallen Leaves of *Eucalyptus citriodora*, Z. Naturforsch.61 c, 465D471 (2006) p.
- BENZEGGOUTA N. ; 2005; Etude de l'Activité Antibactérienne des Huiles Infusées de Quatre Plantes Médicinales Connues Comme Aliments, Algérie, 153 p.
- BHUIYAN N.I., BEGUN J., NANDI N.C., AKTER F.; 2010; Constituents of the essential oil from leaves and buds of clove (*Syzygium aromaticum* (L.) Alston), Afr. J. Plant Sci. Vol. 4(11), pp. 451-454, (November 2010)
- BOUROCHE J-M., SAPORTA G.; 1989 ; L'analyse des données, Presse Universitaire de France, C. Que sais-je, 127p (A vérifier)
- BREWER M.S.; 2011; Natural Antioxidants: Sources, Compounds, Mechanisms of Action, and Potential Applications, Comprehensive reviews in food science and food safety, 10 (2011), 221-247, 27p
- BURT S; 2004; Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review, International Journal of Food Microbiology 94 (2004) 223–253, 31p
- CAILLET F., PAGES J.P. ; 1976 ; Introduction à l'analyse des données, Smash, Paris 490p.
- CARLOT G. ; 1973; Cours de statistique descriptive, p61-68, 488p.
- CHAIKIEB K., HAJLAOUI H., ZMANTAR T., KAHLA-NAKBI A. B., ROUABHIA M., MAHDOUANI K., BAKHROUF A.; 2007; The Chemical Composition and Biological Activity of Clove Essential Oil, *Eugenia*

caryophyllata (*Syzygium aromaticum* L., Myrtaceae): A Short Review, *Phytother. Res.* 21, 501–506 (2007)

CHANSEAU M., BOSC S., GALIAY E., OULES G.; 2002; l'utilisation de l'huile de clou de girofle comme anesthésique pour les smolts de saumon atlantique (*Salmo salar* L.) Et comparaison de ses effets avec ceux du 2-phenoxyethanol, *Bull. Fr. Pêche Piscic.* (2002) 365/366 : 579-589

CROUZET J. et RICHARD H., *Le monde des épices: poivre et clou de girofle*, 40p.

COGAT P.O; 2010; Mission d'appui technique au programme FLEX: Appui aux cultures de rentes, renforcement des capacités en économies d'énergies, ATUTG n°9.PTF.MY.2, 47p

DAGNELIE P.; 1986; *Théorie et méthodes statistiques: applications agronomiques. Volume 2*, presses agronomiques de Gembloux, Gembloux, 463p

DARABI H.R., MOHANDESSI S., BALAVAR Y., MOGHADDAM M.M., AGHAPOOR K., MOHSENZADEH F., NOURINIA A.A; 2011; Clove bud oil: an efficient, economical and widely available oil for the inhibition of wheat seed germination, *Environ Chem Lett* (2011) 9:519–524

DE VINCENZI M., SILANO M., STACCHINI P., SCAZZOCCHIO B. ; 2000 ; Constituents of aromatic plants : I. Methyeugenol, *Fitoterapia* 71 (2000) 216-221

DEMANGEL A.; 2011 ; Faisabilité de la mise en place d'une Indication géographique sur le Clou de girofle à Madagascar, 104p.

DORMAN H.J.D., FIGUEIREDO A.C., BARROSO J.G., DEANS S.G.; 2000; In vitro evaluation of antioxidant activity of essential oils and their components, *Flavour and Fragrance. Journal*.2000; 15:12-16, 5p

DUFOURNET R.; 1968; Le giroflier et sa culture à Madagascar, *Bulletin de Madagascar*, Mars 1968, N° 262, p216-179.

EDRIS A.E; 2007; Pharmaceutical and Therapeutic Potentials of Essential Oils and Their Individual Volatile Constituents: A Review, *Phytother. Res.* 21, 308–323 (2007)

FARAG R.S. , BADELBA A.A. , EL BAROTYA G.A; 1989; influence of Thyme and Clove Essential Oils on Cottonseed Oil Oxidation, *JAOCs*, Vol, 66, no. 6 (June 1989)

FICHI G., FLAMINI G., GIOVANELLI F., OTRANTO D., PERRUCCIA S.; 2007; Efficacy of an essential oil of *Eugenia caryophyllata* against *Psoroptes cuniculi*, *Experimental Parasitology* 115 (2007) 168–172

FLETCHER J.C.; RILEY M.J.H.; 2001; Essential oils composition, United States Patent, US 6,280,751 B1 (Aug. 28, 2001)

FRANÇOIS E.; 1928; *La culture du Giroflier à Madagascar*

FRAPPA C.; 1954; Sur une chenille de *thyrididae* du genre *Chrysotopus*, 5p.

FU Y.J., ZU Y.G., CHEN L.Y., SHI X.G., WANG Z., SUN S., EFFERTH T.; 2007; Antimicrobial Activity of Clove and Rosemary Essential Oils Alone and in Combination, *PHYTOTHERAPY RESEARCH*, 21, 989-994 (2007), 6P.

GAYDOU E.M., RANDRIAMIHARISOA R. P.; 1987; Multidimensional Analysis of Gas Chromatographic Data, Application to the Differentiation of Clove Bud and Clove Stem Essential Oils from Madagascar, *Perfumers & Flavorist*, 12(Oct-Nov 1987), pp45-51, p7.

GILL A.O., HOLLEY R.A.; 2004; Mechanisms of Bactericidal Action of Cinnamaldehyde against *Listeria monocytogenes* and of Eugenol against *L. monocytogenes* and *Lactobacillus sakei*, applied and environmental microbiology, 70(10), (2004), pp5750-5755, p6

GOPALAKRISHNAN M., MENON N., MATHEW A.G.; 1982; Changes in the Composition of Clove Oil During Maturation, *Journal of Food science and technology*, 19(Sept-Oct 1982), pp190-192, p3.

GOPALAKRISHNAN M., NARAYANAN C.S, MATHEW A.G.; 1984; Sesquiterpene Hydrocarbon from Clove Oil, 2 p.

GRIFFITHS S.P.; 2000; The use of clove oil as an anaesthetic and method for sampling intertidal rockpool fishes, *Journal of Fish Biology* (2000) 57,1453–1464

GUIDOTI T.L., LANG L.; 1992; Cloves cigarettes, the western journal of medicine, 156(992), pp537-538, p2.

HUMBERT H., G. COURS DARNE, H.BESAIRIE, F.BLASCO, P.LEGRIS, J.RIQUIER; 1965; Notice de la carte de Madagascar (Monographie des Cultures), 85-151, pp131-132

JEANCARD P.; 1927; Les parfums (Chimie et industrie) in Grande encyclopédie industrielles de J.B-BALLIERE), Librairie J.-B BAILLIERE et FILS, 387p.

JIROVETZ L., BUCHBAUER G., STOILOVA I., STOYANOVA A., KRASTANOV A., SCHMIDT E.; 2006; Chemical Composition and Antioxidant Properties of Clove Leaf Essential Oil, *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2006, 54, pp6303–6307, p5

JULIANI H.R., SIMON J.E., RAMBOATIANA M.R., BEHRA O., GARVEY A.S., RASKIN I.; 2004; Malagasy Aromatic Plants: Essential Oils, Antioxidant and Antimicrobial Activities, p5.

KOLLER W-D.; 1979; Einfluß der Destillationsbedingungen auf die Zusammensetzung und den Geschmack des ätherischen Öls aus gemahlenen Gewürznelken [Influence of Distillation Conditions on Composition and Taste of the Volatile Oil from Ground Clove], *Z. Lebensm Unters Forsch.* 168, 102-105 (1979)

KOLLER W-D.; 1979a; Einige lagerungsbedingte Veränderungen bei gemahlenen Gewürznelken: Ätherisches Öl, Geruchsstoffe, Sensorik, Wassergehalt und Keimzahl [Changes in Ground Cloves During Storage: Essential Oil, Aroma Substances, Sensory Analysis, Water Content and Microbial Load], *Z. Lebensm Unters Forsch.* 169, 457-461 (1979)

KOLLER W-D.; 1979b; Einige lagerungsbedingte Veränderungen bei gemahlenen Gewürznelken: Für die Veränderungen des Aromas wesentliche chemische Vorgänge [Changes of Ground Cloves During

Storage: Chemical Processes Responsible for the Aroma Changes], Z. Lebensm. Unters Forsch. 169, 462-463 (1979)

KOLLER W-D.; 1981; Identifizierung einiger flüchtiger Inhaltsstoffe von gemahlenen Gewürznelken [Identification of some Volatile Components of Ground Cloves], Z Lebensm Unters Forsch (1981) 173: 99-100

LEDREUX ; 1928; Le giroflier dans les régions de Fenerive, Soanierana et Sainte-Marie,

LEDREUX ; 1932; Le giroflier à Sainte-Marie et à Madagascar, 25 p.

LEE K.-G., SHIBAMOTO T; 2001; Antioxidant property of aroma extract isolated from clove buds [*Syzygium aromaticum*(L.) Merr. et Perry], Food Chemistry 74 (2001) 443–448

LEUNG C.F.; 1971; La culture et la production d'essence de girofle dans la région de Fénérive-Est, Mémoire de fin d'étude, ESSA/ AGRI, Université d'Antananarivo, p116

MACHADO M., DINIS A.M., SALGUEIRO L., CUSTÓDIO J.A., CAVALEIRO C., SOUSA M.C.; 2011; Anti-*Giardia* activity of *Syzygium aromaticum* essential oil and eugenol: Effects on growth, viability, adherence and ultrastructure, Experimental Parasitology 127 (2011) 732–739

MATAN N., RIMKEEREE H., MAWSON A.J., CHOMPREEDEA P., HARUTHAITHANASAN V., PARKER M.; 2005; Antimicrobial activity of cinnamon and clove oils under modified atmosphere conditions, 7 p.

MEYER S.L., LAKSHMAN D.K., ZASADA I.A., VINYARD B.T., CHITWOOD D.J.; 2008; Dose–response effects of clove oil from *Syzygium aromaticum* on the root-knot nematode *Meloidogyne incognita*, Pest Management Science 64:223–229 (2008)

MINAGRI/UPDR (Ministère de l'agriculture, de l'élevage et de la pêche-Unité politique de développement rural); 2003; Monographies régional des 18 D. (I).R.D.R.

MUCHALAL M., CROUZET J.; 1985; Volatile component of clove essential oil (*Eugenia caryophyllus* SPRENG) Neutral Fraction, Agricultural And Biological Chemistry, 49(6), 1583-1589 (1985)

ORONSKY B. T., ORONSKY N.C.; 2009; Composition and methods of use thereof, for the treatment of oral pain, comprising cloves or extracts thereof in combination with a steroid, Patent Application Publication, US 2009/0117059 A1 (May 7, 2009).

OSMAN S.M., EL-OBEID H.A., AYOUB S.M.; 2012; Physical and chemical analysis of some imported essential oils in the Sudanese market, African Journal of Pharmacy and Pharmacology Vol. 6(20), pp. 1477-1481, 29 May, 2012

PARK K.W., CHOI S.H., AHN J.Y., SOHN Y.G., KIM C.-G., LEE J.J.; 2011; Herbicidal action of clove oil on cucumber seedlings , Weed Biology and Management 11, 235–240 (2011)

Pharma-Sites; 2007; Fiche aromathérapie (*Eugenia caryophyllata*, huile essentielle de clou de girofle),

PINO J.A, MARBOT R., AGÜERO J., FUENTES V.; 2001; Essential Oil from Buds and Leaves of Clove (*Syzygium aromaticum* (L.) Merr; et Perry) Grown in Cuba, J. Essent. Oil Res., 13, 278-279 (July/August 2001)

PINTO E., VALE-SILVA L., CAVALEIRO C., SALGUEIRO L.. 2009; Antifungal activity of the clove essential oil from *Syzygium aromaticum* on *Candida*, *Aspergillus*, dermatophyte species , Journal of Medical Microbiology (2009), 58, 1454–1462

POLZIN G.M., STANFILL S.B, Brown C.R., ASHLEY D.L., WATSON C.H.; 2007; Determination of eugenol, anethole, and coumarin in the mainstream cigarette smoke of Indonesian clove cigarettes, Food and Chemical Toxicology 45 (2007) 1948–1953

PRASHAR A., LOCKE I.C., EVANS C.S.; 2006; Cytotoxicity of clove (*Syzygium aromaticum*) oil and its major components to human skin cells, Cell Prolif. 2006, 39, 241–248

PUNITHA S.M., BABU M.M., SIVARAN V., SHANKAR V.S., DHAS S.A., MAHESH T.C., IMMANUEL G., CITARASU T.; 2008; Immunostimulating influence of herbal biomedicines on nonspecific immunity in Grouper *Epinephelus tauvina* juvenile against *Vibrio harveyi* infection, Aquacult Int (2008) 16:511–523

PURBOPUSPITO J., VAN REES K.C.; 2002; Root distribution at various distances from clove trees growing in Indonesia, Plant and Soil 239: 313–320, 2002.

PUROHIT H.J., KULKARNI M.; 2005; Preparation of essential oil composition for potable liquid disinfection, United States Patent, US 6,929,810 B2 (Aug. 16, 2005)

RABELOHATAONA T.N; 2009; Contribution à l'étude chimique de l'effet saison sur la composition chimique des huiles essentielles de *Cinnamosma fragrans* dans la région Boeny et *Cinnamosma madagascariensis* dans la forêt d'Ambohitantely, Mem. de fin d'études, ESSA/IAA, Univ. Tanà, Mg., 100p., p96-97

RAINA V.K., SRIVASTAVA S.K., AGGARWAL K.K., SYAMASUNDAR K.V., KUMAR S.; 2001; Essential oil composition of *Syzygium aromaticum* leaf from Little Andaman, India, FLAVOUR AND FRAGRANCE JOURNAL ; 16: 334–336 (2001)

RAMALANJAONA G., JOURDAN E.; 1961; L'essence de girofle de Madagascar: Technologie, distillation, emballage; Antananarivo, Mg. 74p.

RAMANANTSOAVINA G.; 1971; Aperçus sur quelques produits agricoles malgaches (Café, Vanille, Girofle, Coton), in Terre malgache-Tany Malagasy 10: 199-230 (juillet 1971)

RAMANOELINA P.; 2003; Industries des extraits aromatiques, ESSA/IAA, Univ Tanà, Mg., 94p.

RAMANOELINA P.; 2003; Etude de la variabilité spatio-temporelle de la composition chimique de l'huile essentielle de Niaouli (*Melaleuca quinquenervia* (Cav.) S.T Blake) de Madagascar, Docteur ès sciences physiques de l'ESPA, Univ Tanà, Mg., 254p.

RAMIANDRISOA A.S.; 2010; conception d'un projet et élaboration d'un dossier pour le financement de crédits carbone (MDP ou VCS) : exemple de système agroforestier comme puits de carbone sur la cote Est de Madagascar, Mém. de fin d'études, ESSA/AGRI, Univ. Tanà, Mg., 36p. p12-13

RANAIVOARISOA T.; 1981; production et économie giroflière dans le Fivondronana de Fenerive-Est, Mém. de fin d'études, ESSA/MANAG, Univ. Tanà, Mg., 138p. pp1,15

RANDRIAMANALINA J.M.; 1990; Le paysan Betsimisaraka face à la lutte pour la survie: Cas de la région de Soanierana-Ivongo, Mém. de fin d'études, ESSA/MANAG, Univ Tanà, Mg., 100p.

RANDRIAMIARINARIVO M.; 2012; Etude de la composition en acides gras des huiles de graines d'*Adansonia spp.* (Baobab) et classification chimique de ses espèces, Mém. De fin d'études ESSA/IAA, Univ. Tanà, Mg., 144p.

RANDRIAMIHARISOA P.R.; 1995; Formation continue sur l'huile essentielle, Université d'Antananarivo- Département Agriculture- juin 1995, ESSA, Univ Tanà, Mg., 87p, pp1, 5, 16

RANDRIANALISON J.Y; 1996; Contribution a l'étude de l'huile essentielle de *longoza* (*Heydichium coronarium var flavescens*) de Madagascar: Variabilité chimique de la composition chimique selon les zones de collecte, Mém. de fin d'études, ESSA/IAA, Univ. Tanà, Mg., 122p, p18-24

RANOARISOA M.K ; 2012; Evolution historique et état des lieux de la filière girofle à Madagascar, Mém. de fin d'étude, ESSA/AGRI, Univ. Tanà, Mg., 122p.

RAOELIARIMANANA H.L; 1995; Contribution à la valorisation des huiles essentielles de Madagascar par leur utilisation en cosmétique, Mém. de fin d'études, ESSA/IAA, Univ. Tanà, Mg., 88p, p4-9

RASOARAHONA H.F. ; 2009; Mise au point d'une gamme de produits cosmétiques pour bébé et enfants, Mém. de fin d'études, ESSA/IAA, Univ. Tanà, Mg., 129p, p13.

RASOARAHONA J.; 2004; Lipides des poissons d'eau douce de Madagascar: Identification des acides gras et évolution du profil de leur composition chez *Cyprinus carpio*, *Carassius auratus*, *Oreochromis niloticus*, *O. macrochir*, *Tilapia rendalli*, *T. zillii* et *Arius madagascariensis*; application à la différenciation de ces espèces en fonction de la saison et/ou de l'origine; Doctorat d'Etat ès sciences physiques, Univ. Tanà., Mg., 213p., p69-71.

RAZAFIMAMONJISON G.; 2011; Variabilités chimiques et activités antimicrobiennes des huiles essentielles de *Cinnamosma spp.* : Alternative aux antibiotiques en aquaculture de crevette ; thèse pour l'obtention du diplôme de Doctorat, ESSA/IAA. Univ Tanà, Mg., 206p.

RAZAFIMAMONJISON G., JAHIEL M., DUCLOS T., RAMANOELINA P., FAWBUSH F., DANTHU P. ; 2013a; Bud, leaf and stem essential oil composition of clove (*Syzygium aromaticum* L.) from Indonesia, Madagascar and Zanzibar. Natural Product Communications, 8 (2013) 7p, pp1-2.

RAZAFIMAMONJISON G., JAHIEL M., RAMANOELINA P., FAWBUSH F., DANTHU P.; 2013b; Effects of Phenological stages on yield and composition of essential oil of *Syzygium aromaticum* buds from Madagascar, 9p

RAZAKARATRIMO J.T. ; 2011; Empreinte carbone de différents types d'exploitations agricoles à base de systèmes agroforestiers (Fenerive-Est), Mem. De fin d'études, ESSA/Eaux et Forêts, Univ. Tanà Mg. 108p.

ROVIO S., HARTONEN K., HOLM Y., HILTUNEN R., RIEKKOLA M.-L; 1999; Extraction of clove with pressured water, Flavour and fragrans journal, 14, 399-404 (1999).

- RYAN R.E., MORRIS S.; 2002; Antimicrobial composition, United States Patent, US 6,352,702 B1 (Mar. 5, 2002)
- SATO K., KRIST S., BUCHBAUER G.; 2006; Antimicrobial Effect of trans-Cinnamaldehyde, (-)-Perillaldehyde, (-)-Citronellal, Citral, Eugenol and Carvacrol on Airborne Microbes Using an Airwasher, Biol. Pharm. Bull. 29(11) 2292—2294 (2006)
- SCHNEIDER E.; 2007; Filière girofle (clou)-région Analanjirofo, 13p.
- SMADJA J.; 2009; Les huiles essentielles (Colloque GP3A, Tananarive 2-3 juillet 2009), 52p
- SRIVASTAVA A. K., SRIVASTAVA S. K., SYAMSUNDAR K. V.; 2004; Bud and leaf essential oil composition of *Syzygium aromaticum* from India and Madagascar, Fl. and Fragr. J. 2005; 20: 51–53
- SURESH P., INGLE V.K., VIJAYALAKSHMI V.; 1992; Antibacterial activity of eugenol in comparaison with other antibiotics, J. Fd. Sci. Technol, 1992, Vol. 29(4), 254-256.
- TEUSCHER E., ANTON R., LOBSTETIN A.; 2005; Girofle, Plantes aromatiques: Epices, aromates, condiments et huiles essentielles, Editions *TECH&DOC*, Lavoisier pp: 266-272
- TOMBOARISENDRA A.A ; 2005; Etude de la potentialité en huiles essentielles des plantes aromatiques de la forêt de Tampolo-Région Analanjirofo, Mém. de fin d'études, ESSA/IAA. Univ. Tanà, Mg., 93p, pp1, 8, 15,16
- TWORKOSKI T.; 2002; Herbicide effects of essential oils, Weed Science, 50(4):425-431. 2002.
- VALISOLALA J.;1990; Inventaire et études des plantes aromatiques et médicinales des Etats de l'Océan Indien. Commission de l'Océan Indien, Antananarivo.
- VERNIN G., VERNIN E., METZGER J., PUJOL L., PARKANYI C.; 1994; GC/MS ANALYSIS OF CLOVES ESSENTIAL OILS, in Herbs and Edible Fungi (1994) Elsevier Sciences B.V p483_500.
- VIDAL L.V., ALBINATI R.C., ALBINATI A.C., LIRA A.D., ALMEIDA T.R., SANTOS G.B.; 2008; Eugenol como anestésico para a tilápia-do-nilo [Eugenol as an anesthetic for Nile tilapia], Pesq. agropec. bras., Brasília, v.43, n.8, p.1069-1074, ago. 2008
- WALTER J.F., LOCKE J. C., NORMOYLE M.C.; 1997; clove oils as a plant fungicide, United States Patent, 5,679,351 (Oct. 21, 1997)
- ZRIRA S., BENJILALI B., LAMATY G.; 1995; Effet du séchage à l'air libre des feuilles d'*E. camaldulensis* sur le rendement et la composition de l'huile essentielle. Actes Inst. Agron. Vet. (Maroc) 1995, Vol. 15(14) :27-35

WEBIOGRAPHIES

ANANDA AROMATHERAPY; 2012, Clove Essential oil (*Eugenia caryophyllata*) www.anandaapothecary.com/articles/essential-oils, consulté le 29 mai 2012.

ANONYME; 2012a, huile essentielle girofle griffes (bio), www.huiles-et-sens.Com, consulté le 07 juillet 2013.

ANONYME; 2012b, Clove Essential Oil Information, www.essentialoilworld.Com/Clove-essential-oil-information.html

HYTEC (Laboratoire); 2011, Fiche technique: Huile essentielle de Clous de Girofle, <http://www.aroma-zone.com>, consulté le 06 Août 2011

LABEXCHANGE; 2013, Sartorius MA 45, www.labexchange.com, consulté le 02 septembre 2013.

MADAGASCAR-TRIBUNE; 2008; Filière girofle: Courbes en J des exportations, <http://www.madagascar-tribune.com/Courbe-en-J-des-exportations.4695.html>, mise en ligne le samedi 9 février 2008.

ORGANIC INFORMATION SERVICES Pvt Ltd.; 2012, Health Benefits of clove oil, www.organicfact.net, consulté le 29 mai 2012.

RIRIFLEUR; 2008, Petite cure de clous de girofle pour une belle peau, ririfleur.centerblog.net/rub-Beaute-au-naturel.html, consulté le 25 juillet 2013.

TOUTMADA; 2011, Le girofle, www.toutmada.com/le-girofle/decouvrir, consulté le 06 Août 2011

VANAROMA; 2010, Clove oil, <http://www.vanaroma.com/products/clove>, consulté le 24 septembre 2013.

PARTIE EXPERIMENTALE

A. Hydrodistillation des feuilles cuites

Matériels

- Hydrodistillateur composé d'un Bec Bunsen, ballon (2l), essencier (pour essence lourde), réfrigérant
- Balance analytique (0,0001 g près)
- Un flacon
- Une seringue
- Humidimètre

Mode opératoire

- Prise d'essais : Résidus de distillation
- Découper les feuilles de giroflier
- Peser l'échantillon sur une balance à 0,01g près (M)
- Introduire l'échantillon dans un ballon de 2 litres. Prendre la précaution de ne pas trop tasser les échantillons dans le ballon, de bien les répartir dans toute sa contenance afin d'éviter une mauvaise répartition de la température
- Remplir le ballon de l'eau jusqu'à sa moitié
- Placer le raccord de réduction entre le ballon et l'essencier en mettant un peu de graisse neutre (silicone) pour assurer l'étanchéité et faciliter le démontage de l'appareil
- Ouvrir le robinet du réfrigérant pour faire circuler l'eau
- Allumer le feu: chauffage maximum avant la première goutte puis diminuer un peu, et maintenir constante
- A la fin de la distillation, noter le volume (V) de l'essence et le mettre dans un flacon
- Sécher l'HE mélangée en utilisant une seringue de 10 ml

Calcul de rendement

Rendement volume par poids

- M : masse de la prise d'essai (en gramme)
- V : Volume de l'essence obtenue

$$R(V/P)\% = \frac{V}{M} \times 100$$

B. Densité (NFT 75-111/ISO 279-2000)

Matériels

- Pycnomètre
- Balance analytique au 10^{-4} g près
- Etuve
- Papier Joseph

Réactifs

- Eau distillée
- Alcool

Mode opératoire

- Peser le pycnomètre vide parfaitement propre et sec (A)
- Laisser dans le milieu ambiant jusqu'à atteinte d'un équilibre de température
- Remplir avec de l'eau distillée (B)
- Vider le pycnomètre. Rincer avec un peu d'alcool. Sécher à l'étuve
- Remplir le pycnomètre d'HE
- Attendre l'équilibre de température
- Bien essuyer le pycnomètre et peser
- Vider le pycnomètre. Rincez-le avec de l'hexane et de l'alcool puis sécher à l'étuve.

Calcul de densité

Le calcul de la densité se fait selon la formule suivante:

$$D_t = \frac{C - A}{B - A} \times \Delta + 0,0012 \left[1 - \frac{C - A}{B - A} \times \Delta \right]$$

Tels que A : masse du pycnomètre vide
 B : masse du pycnomètre + eau distillée
 C : masse du pycnomètre+HE
 Δ : Densité de l'eau à la température t
 La précision de la mesure est de $\pm 0,0005$

Coefficient de correction

La densité diminue quand la température augmente d'où le coefficient 0,0008 à ajouter par degré supérieur à 20°C et à retrancher par degré inférieur à 20°C.

C. Indice de réfraction (NF T 75-112 /ISO 280-2000)**Matériels**

- Réfractomètre d'ABBE
- Source de lumière
- Papier Joseph

Réactif : Alcool

Mode opératoire

- Laver les prismes du réfractomètre à l'alcool puis essuyer avec du papier Joseph
- Verser 1 à 2 gouttes d'essence entre les prismes
- Déplacer la lumière de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule
- Lire l'indice de réfraction de l'essence à la température t. faire deux lecture et prendre la moyenne.
- Bien nettoyer les prismes avec de l'alcool après distillation.

Précision de la mesure : $\pm 0,0002$ **Correction**

L'indice de réfraction diminue quand la température augmente d'où la nécessité d'une correction lorsque la température de lecture est :

- Inférieure à 20 °C, retrancher 0,00044 par degré
- Supérieure à 20°C, ajouter 0,00044 par degré

$$\eta_D^t = \eta_D^{t'} + 0.00044 (t' - t)$$

D'où la formule suivante :

Où « t' » est la température de lecture (et $t=20^\circ\text{C}$)

D. Pouvoir rotatoire (NFT 75-113)**Matériels**

- Polarimètre de JOBIN YVON
- Balance au 0,0001 g près

Réactifs

- Eau distillée

Mode opératoire

- Peser exactement 8 ml d'HE dans une fiole jaugée de 10 ml
- Rincer le tube polarimétrique de 100 mm avec de l'eau distillée
- Remplir le tube de l'eau distillée en évitant d'emprisonner des bulles d'air
- Régler le zéro de l'appareil avec cette eau distillée
- Remplacer l'eau distillée par du tétrachlorure de carbone. Vérifier que son pouvoir rotatoire est nul
- Remplacer la solution de tétrachlorure de carbone avec de l'huile essentielle.
- Polariser

- Effectuer deux lectures successives et prendre la moyenne
- Bien nettoyer le tube après emploi.

E. Miscibilité a l'alcool (NFT 75-101)

Matériels

- Burette de capacité 25 ml
- Pipette 1 ml
- Eprouvette de 25 ml

Réactifs

- Mélange Hydro-éthanolique à 70%

Mode opératoire

- Prendre 1ml d'HE à l'aide de la burette, la mettre dans l'éprouvette
- Ajouter, à l'aide de la burette, l'éthanol à 70% (V/V) par fraction de 0,1 ml jusqu'à miscibilité complète, en agitant énergiquement après chaque addition. Lorsque le mélange est parfaitement limpide, noter le volume du mélange hydro-éthanolique utilisé

Expression des résultats

La miscibilité de l'HE à l'alcool à 70% (V/V) s'exprime par V (volume d'éthanol avec laquelle l'huile essentielle a été dissoute et devient limpide)

ANNEXES

Annexe 1 : Coordonnées géographiques des points particuliers

Tableau XXXVI: Coordonnées géographiques des points particuliers

REF (CODE-Alambics)	FOKONTANY et/ou Village (d'appartenance de l'alambic)	LATITUDES (SUD)	LONGITUDES (EST)
ABH0	AMBODIHASINA	17°18'54,1"	049°18'53,9"
ABH1	AMBODIHASINA	17°18'28,8"	049°19'14,7"
ABH2	AMBODIHASINA	17°18'50,5"	049°19'11,1"
ABH3	AMBODIHASINA	17°18'56,3"	049°19'15,2"
ABH4	AMBODIHASINA	17°18'56,9"	049°19'15,5"
ABH5	AMBODIHASINA	17°18'02,3"	049°18'11,6"
ABH6	AMBODIHASINA	17°18'31,5"	049°18'07,1"
ABH7	AMBODIHASINA	17°18'30,0"	049°17'47,5"
ABH8	AMBODIHASINA	17°18'43,1"	049°18'14,2"
ABH9	AMBODIHASINA	17°18'54,9"	049°18'02,4"
ABL0	SOBERAKA (AMBOLOMADINIKI)	17°13'41,2"	049°18'20,4"
ABL1	SOBERAKA (AMBOLOMADINIKI)	17°13'43,9"	049°18'23,7"
ABL2	SOBERAKA (AMBOLOMADINIKI)	17°13'25,2"	049°18'47,2"
ABL2C	SOBERAKA (AMBOLOMADINIKI)	17°13'25,5"	049°18'40,7"
ABL3	SOBERAKA (AMBOLOMADINIKI)	17°13'29,2"	049°18'14,8"
ABL4	SOBERAKA (AMBOLOMADINIKI)	17°13'47,7"	049°18'14,7"
ABL5	SOBERAKA (AMBOLOMADINIKI)	17°13'54,9"	049°18'10,9"
ABM0	AMBODIMANGA MAHALENA	17°21'21,2"	049°14'30,6"
ABM1	AMBODIMANGA MAHALENA	17°21'30,9"	049°14'47,7"
ABM2	AMBODIMANGA MAHALENA	17°21'50,6"	049°14'27,6"
ABO0	SOBERAKA (AMBODIOVITRA RANOMAFANA)	17°14'05,5"	049°17'15,5"
ABO1	SOBERAKA (AMBODIOVITRA RANOMAFANA)	17°14'21,1"	049°17'12,2"
ABR0	AMBODIMANGA RANOMAFANA	17°14'58,9"	049°17'11,1"
ABR1	AMBODIMANGA RANOMAFANA	17°14'37,5"	049°17'11,2"
ABT0	SOBERAKA (AMBOHITSARA)	17°13'57,9"	049°17'09,8"
ABT1	SOBERAKA (AMBOHITSARA)	17°14'04,4"	049°17'04,3"
ABV0	AMBODIVOHITRA	17°15'15,3"	049°18'39,2"
ABV1	AMBODIVOHITRA	17°15'26,9"	049°18'45,3"
ABV2	AMBODIVOHITRA	17°15'08,0"	049°18'34,8"
ABV3	AMBODIVOHITRA	17°15'18,7"	049°18'28,7"
ABV4	AMBODIVOHITRA	17°15'13,0"	049°18'29,0"
ABV5	AMBODIVOHITRA	17°15'28,9"	049°18'39,1"
ABV6	AMBODIVOHITRA	17°15'10,4"	049°18'29,9"
ADP0	ANDAPA	17°17'00,7"	049°17'03,3"
ADP1	ANDAPA	17°17'14,1"	049°17'13,7"
ADP1C	ANDAPA	17°17'12,6"	049°17'16,7"
ADP2	ANDAPA	17°17'12,6"	049°17'18,7"
ADP3	ANDAPA	17°17'28,0"	049°17'39,8"
ADP4	ANDAPA	17°16'52,9"	049°17'32,9"
ADP5	ANDAPA	17°16'41,3"	049°17'08,0"
ADR0	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°15'23,0"	049°18'58,3"
ADR1	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°15'08,2"	049°19'08,3"

ADR1C	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°15'07,1"	049°19'03,0"
ADR2	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°15'06,4"	049°18'53,7"
ADR3	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°15'30,6"	049°18'51,8"
ADR3C	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°14'40,3"	049°19'37,2"
ADR4	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°15'01,8"	049°19'13,8"
ADR5	AMBODIVOHITRA (ANDRATAMBE)	17°15'02,9"	049°19'20,5"
AFM0	AMBODIAFOMENA	17°21'35,7"	049°15'29,6"
AFM1	AMBODIAFOMENA	17°21'36,6"	049°15'36,9"
AFM1C	AMBODIAFOMENA	17°21'28,9"	049°15'41,9"
AHZ0	AMBODIHAZININA	17°16'07,4"	049°18'39,7"
AHZ1	AMBODIHAZININA	17°16'18,4"	049°18'34,7"
AHZ10	AMBODIHAZININA	17°15'29,9"	049°17'52,9"
AHZ11	AMBODIHAZININA	17°16'08,9"	049°19'08,2"
AHZ12	AMBODIHAZININA	17°15'53,9"	049°19'20,0"
AHZ13	AMBODIHAZININA	17°15'54,4"	049°19'07,4"
AHZ14	AMBODIHAZININA	17°15'51,5"	049°18'56,1"
AHZ15	AMBODIHAZININA	17°16'25,4"	049°18'58,9"
AHZ16	AMBODIHAZININA	17°16'39,8"	049°18'00,6"
AHZ17	AMBODIHAZININA	17°16'31,9"	049°18'00,0"
AHZ18	AMBODIHAZININA	17°16'10,5"	049°17'57,8"
AHZ2	AMBODIHAZININA	17°16'20,6"	049°18'32,5"
AHZ3	AMBODIHAZININA	17°15'55,0"	049°18'30,3"
AHZ4	AMBODIHAZININA	17°16'06,6"	049°18'27,9"
AHZ4C	AMBODIHAZININA	17°16'01,8"	049°18'20,2"
AHZ5	AMBODIHAZININA	17°16'11,5"	049°18'29,6"
AHZ6	AMBODIHAZININA	17°16'23,9"	049°19'17,4"
AHZ6C	AMBODIHAZININA	17°16'19,2"	049°19'13,9"
AHZ7	AMBODIHAZININA	17°15'50,7"	049°18'32,1"
AHZ8	AMBODIHAZININA	17°15'48,8"	049°17'52,9"
AHZ9	AMBODIHAZININA	17°15'42,3"	049°18'02,1"
AJM0	ANJAHAMARINA	17°19'23,6"	049°18'53,9"
AJM1	ANJAHAMARINA	17°19'40,9"	049°18'19,6"
AJM2	ANJAHAMARINA	17°19'09,3"	049°18'24,3"
AJM3	ANJAHAMARINA	17°19'23,4"	049°18'23,2"
AJM4	ANJAHAMARINA	17°19'32,7"	049°19'16,5"
AJM5	ANJAHAMARINA	17°19'52,1"	049°19'15,4"
AJM6	ANJAHAMARINA	17°20'13,3"	049°19'02,1"
AMB0	AMBATOHARANANA	17°18'23,6"	049°18'56,9"
AMB1	AMBATOHARANANA	17°18'06,8"	049°19'08,2"
AMB1C	AMBATOHARANANA	17°18'17,4"	049°19'00,1"
AMB2	AMBATOHARANANA	17°17'56,5"	049°18'54,4"
AMB3	AMBATOHARANANA	17°17'36,8"	049°18'56,2"
AMB4	AMBATOHARANANA	17°17'33,2"	049°19'09,2"
AMB5	AMBATOHARANANA	17°18'02,6"	049°18'54,9"
AMN0	AMBOHIMANARIVO	17°21'53,3"	049°13'57,3"
AMN1	AMBOHIMANARIVO	17°22'28,9"	049°14'00,8"
AMN2	AMBOHIMANARIVO	17°22'26,2"	049°14'00,0"
APM0	AMPASINA MANIGORY	17°12'54,4"	049°24'28,4"

APM1	AMPASINA MANIGORY	17°11'34,6"	049°23'55,1"
APR1	AMPIRANAMBO 2	17°18'50,4"	049°16'19,5"
APR2	AMPIRANAMBO 2	17°19'01,2"	049°16'16,4"
APR3	AMPIRANAMBO 2	17°18'33,5"	049°17'19,7"
APRO	AMPIRANAMBO 2	17°18'39,0"	049°16'27,3"
ATK0	SOBERAKA (ANTANANKORO)	17°14'07,7"	049°19'05,8"
ATK1	SOBERAKA (ANTANANKORO)	17°14'07,7"	049°19'10,3"
ATK2	SOBERAKA (ANTANANKORO)	17°13'49,0"	049°18'48,4"
ATK3	SOBERAKA (ANTANANKORO)	17°13'47,7"	049°18'50,9"
ATK4	SOBERAKA (ANTANANKORO)	17°13'54,0"	049°19'09,4"
ATK5	SOBERAKA (ANTANANKORO)	17°14'14,3"	049°19'05,5"
BAPO	BEAMPY	17°20'28,1"	049°15'14,4"
BAP1	BEAMPY	17°20'18,6"	049°15'26,2"
BAP2	BEAMPY	17°20'09,0"	049°15'36,3"
CRA	AMBATOHARANANA (CHEF LIEU)	17°18'26,6"	049°18'35,0"
LHR0	LOHARIANA	17°16'50,6"	049°18'41,3"
LHR1	LOHARIANA	17°16'59,6"	049°18'55,9"
LHR2	LOHARIANA	17°16'43,3"	049°19'02,6"
LHR3	LOHARIANA	17°17'15,8"	049°18'14,3"
LHR4	LOHARIANA	17°17'36,2"	049°18'30,0"
LHR5	LOHARIANA	17°16'54,0"	049°18'22,1"
LHR6	LOHARIANA	17°17'07,0"	049°18'12,3"
LHR7	LOHARIANA	17°17'17,2"	049°17'59,6"
LHR8	LOHARIANA	17°17'02,7"	049°18'57,9"
LHR9	LOHARIANA	17°17'06,4"	049°18'53,3"
MGD0	MANGOANDRANO	17°18'05,4"	049°16'40,5"
MGD1	MANGOANDRANO	17°17'53,7"	049°17'16,4"
MGD2	MANGOANDRANO	17°17'50,1"	049°17'09,8"
MGD3	MANGOANDRANO	17°18'30,8"	049°16'48,9"
MKB1	MANAKAMBAHINY	17°21'27,7"	049°15'53,9"
MKB2	MANAKAMBAHINY	17°20'33,2"	049°16'33,3"
MKB3	MANAKAMBAHINY	17°20'09,2"	049°16'40,9"
MKB4	MANAKAMBAHINY	17°20'22,1"	049°15'55,6"
MKBO	MANAKAMBAHINY	17°20'38,0"	049°16'14,3"
MNR0	SOBERAKA (MANARATSANDRY)	17°13'29,1"	049°17'13,2"
MNR1	SOBERAKA (MANARATSANDRY)	17°13'28,4"	049°17'24,5"
MNR1C	SOBERAKA (MANARATSANDRY)	17°13'35,3"	049°17'24,7"
MRV0	AMBODIVOHITRA (MAROVANIHY)	17°15'02,5"	049°17'50,9"
MRV1	AMBODIVOHITRA (MAROVANIHY)	17°14'47,8"	049°17'47,6"
MRV2	AMBODIVOHITRA (MAROVANIHY)	17°15'01,3"	049°18'04,3"
MRV3	AMBODIVOHITRA (MAROVANIHY)	17°15'04,8"	049°18'04,5"
SBR0	SOBERAKA	17°14'24,1"	049°18'39,1"
SBR1	SOBERAKA	17°13'42,4"	049°17'37,3"
SBR2	SOBERAKA	17°14'01,9"	049°17'49,4"
SBR3	SOBERAKA	17°14'20,6"	049°18'58,0"
SBR4	SOBERAKA	17°14'31,3"	049°18'27,3"
SBR5	SOBERAKA	17°14'31,5"	049°18'24,9"

SHR0	SAHARINA	17°16'03,3"	049°17'13,9"
SHR1	SAHARINA	17°16'00,1"	049°17'28,7"
SHR2	SAHARINA	17°15'59,7"	049°17'28,1"
SHR3	SAHARINA	17°16'00,2"	049°17'13,4"
SHR4	SAHARINA	17°16'28,8"	049°17'07,0"
SHR5	SAHARINA	17°16'22,2"	049°17'23,1"
SHV0	SOBERAKA (SAHAVOLO)	17°13'09,1"	049°18'05,8"
SHV1	SOBERAKA (SAHAVOLO)	17°13'06,6"	049°18'07,2"
TSR0	AMBODIVOHITRA (TSARATAMPONA 2)	17°14'49,5"	049°18'32,9"
TSR1	AMBODIVOHITRA (TSARATAMPONA 2)	17°14'50,8"	049°18'27,4"
TSR1C	AMBODIVOHITRA (TSARATAMPONA 2)	17°14'45,6"	049°18'12,4"
TSR2	AMBODIVOHITRA (TSARATAMPONA 2)	17°14'50,3"	049°18'38,0"
TSR3	AMBODIVOHITRA (TSARATAMPONA 2)	17°14'49,4"	049°18'28,0"
TSR3C	AMBODIVOHITRA (TSARATAMPONA 2)	17°14'52,1"	049°18'29,1"
TST0	TSARATAMPONA 1	17°19'08,2"	049°17'14,0"
TST1	TSARATAMPONA 1	17°19'07,7"	049°17'23,3"
TST10	TSARATAMPONA 1	17°19'31,9"	049°17'54,4"
TST11	TSARATAMPONA 1	17°19'31,8"	049°17'52,9"
TST12	TSARATAMPONA 1	17°18'52,1"	049°17'09,4"
TST1C	TSARATAMPONA 1	17°19'05,3"	049°17'37,8"
TST2	TSARATAMPONA 1	17°19'44,0"	049°17'40,8"
TST2C	TSARATAMPONA 1	17°19'15,2"	049°17'24,8"
TST3	TSARATAMPONA 1	17°19'41,3"	049°17'38,1"
TST4	TSARATAMPONA 1	17°19'05,9"	049°17'41,0"
TST4C	TSARATAMPONA 1	17°19'09,3"	049°17'39,7"
TST5	TSARATAMPONA 1	17°19'10,1"	049°18'02,8"
TST6	TSARATAMPONA 1	17°19'02,3"	049°17'41,6"
TST7	TSARATAMPONA 1	17°18'50,0"	049°16'56,0"
TST8	TSARATAMPONA 1	17°19'44,7"	049°17'26,4"
TST8C	TSARATAMPONA 1	17°19'48,6"	049°17'22,0"
TST9	TSARATAMPONA 1	17°19'56,4"	049°16'54,7"
VHL0	VOHILENGO	17°17'18,0"	049°15'30,1"
VHL1	VOHILENGO	17°18'19,2"	049°15'34,3"

Annexe 2 : Les paramètres relevés lors des suivis

Tableau XXXVII: Les différents paramètres

matières premières,	- Les différentes proportions (feuille-tige, en différents stades) -Séchage
Conduite de distillation	-Durée de cuisson, -Temps d'apparition de la première goutte -les différentes températures -Rapport Eau-feuille -Fréquence d'ajout de combustibles - Les différents débits (eau mère, eau froide...)
Conformation des distilleries	-Les dimensions des différents appareils -Matériels de fabrication des alambics

Annexe 3 : Définitions des huiles essentielles selon le domaine d'étude

BOTANIQUE: « Produits d'extraction de la plante, rencontrées dans la partie odorante. Substances contenues dans l'appareil sécréteur de la plante avant toute tentative d'extraction. »

CHIMIE ORGANIQUE : « Quand l'appareil sécréteur est détruit, la naissance d'huiles essentielles se base sur les phénomènes chimiques tels que les isomérisations, l'oxydation, la peroxydation, après le contact de l'essence avec l'air. Les huiles essentielles sont considérées comme des mélanges complexes de constituants principaux comme les hydrocarbures volatiles, composés de terpènes et de sesquiterpènes; produits oxygénés d'alcool, de phénol, d'aldéhyde et des cétones. »

TECHNOLOGIE : «Ce sont des substances brutes obtenues de façon banale par hydrolyse. Ils se classent donc comme substances indésirables» (Tomboarisendra, 2005).

Annexe 4: Variation de la qualité des essences en fonction de l'état des matières premières (Ramalanjaona et Jourdan, 1961)

Le tableau suivant montre la variation de la qualité des essences suivant l'état des matières premières.

Tableau XXXVIII: Rapport entre la qualité de l'huile essentielle et celle de la matière première

Produit distillé	Humidité (%)	Essence		d_4^{20}	n_D^{20}	α_D^{20}	Eugénol (%)	Solubilité
		% MN	% MS					
Jeunes feuilles	50	4,39	8,78	1,049	1,5292	-1°18	86,0	0,96
Feuilles âgées	52	2,68	5,60	1,60	1,5342	-1°07	92,0	0,97
Mélange réel sans branchettes	51	3,16	6,45	1,055	1,5333	-1°18	90,0	0,93
Feuilles récoltées sur l'arbre ²¹	51,0	3,16	6,45	1,055	1,5333	1°,18	90,0	0,93
Feuilles au pied de l'arbre ¹	13,0	2,30	2,65	1,047	1,5336	-	8 2,0	1,10

*il s'agit du pourcentage en volume de l'eugénol déterminé par la méthode à la soude à 3% à chaud

Le tableau suivant montre les résultats issus des deux échantillons de feuilles, l'un séché à l'ombre, l'autre provenant d'un fagot exposé au soleil pendant 4 jours (sans pluie).

²¹ Sans branchettes et distillées avec des alambics en verres

Tableau XXXIX: Rapport entre rendement en essence et traitement des feuilles

Produit distillé	Séchage	Humidité (%)	Essence	
			% matière naturelle	% matière sèche
Feuilles à 33% de branchettes.	Étalées à l'ombre	14,4	4,48	5,22
Feuilles à 33% de branchettes.	En fagot au soleil	28,9	3,83	5,37

Annexe 5: Variation géographique de la composition chimique

L'huile essentielle de feuilles de giroflier de Little Andaman sont différentes de celle originaire d'Indonésie.

Tableau XL: Variation géographique de la qualité de l'essence de feuille de giroflier (Raina *et al*, 2001)

	Little Andaman	Indonésie	Sud de l'Inde
Eugénol	94,4%	71.00%	95,2%
β -caryophyllène	2,90%	14.00%	
α -humulène	0,36%	1,75%	
Nerol	0,79%		
Oxyde de β -caryophyllène	0,67%		

Annexe 6 : Le découpage d'informations utilisé en ACM

Tableau XLI: Conversion des variables en variables qualitatives

COMPOSITION CHIMIQUE		BCA1, OXC1, EUG1, ACE1	pour les échantillons issus des alambics de type 1	
		BCA2, OXC2, EUG2, ACE2	pour les échantillons issus des alambics de type 2	
		BCA3, OXC3, EUG3, ACE3	pour les échantillons issus des alambics de type 3	
CONDUITE DE DISTILLATION	température de l'eau froide	TEF1	Si	20°C<TEF≤25°C
		TEF2	Si	25°C<TEF≤26°C
		TEF3	Si	26°C<TEF
	débit d'eau froide	DEF1	Si	DEF≤300L/h
		DEF2	Si	300L/h<DEF≤400L/h
		DEF3	Si	400L/h<DEF
	Rapport eau-feuille	REF1	Si	REF≤2
		REF2	Si	2<REF≤3
		REF3	Si	3<REF
	Fréquence d'ajout des combustibles	FAC1	Si	FAC≤40Kg/h
		FAC2	Si	40Kg/h<FAC≤50Kg/h
		FAC3	Si	50Kg/h<FAC
	Température de l'eau sortant du réfrigérant	TEC1	Si	TEC≤50°C
		TEC2	Si	50°C<TEC≤70°C
		TEC3	Si	70°C<TEC
	Température du distillat	TDIS1	Si	TDIS≤30°C
		TDIS2	Si	30°C<TDIS≤40°C
		TDIS3	Si	40°C<TDIS
	Débit du distillat	DDIS1	Si	DDIS≤20L/h
		DDIS2	Si	20L/h<DDIS≤30L/h
		DDIS3	Si	30L/h<DDIS
	Durée d'apparition de la première goutte de condensat	TPG1	Si	TPG≤60mn
		TPG2	Si	60mn<TPG≤90mn

	Durée de distillation	TPG3	Si	90mn<TPG
		DUR1	Si	DUR≤900mn
		DUR2	Si	900mn<DUR≤1440mn
		DUR3	Si	1440mn<DUR
MATIERES	Matériels de fabrication des alambics: Selon les métaux constitutifs du couple (Cucurbite-chapiteau)	T1	Si	Al-Al
		T2	Si	Fe- Fe
		T3	Si	Fe-Al
		T4	Si	Cu-Al
		T5	Si	Al- Fe
		T6	Si	Cu-Fe
		T7	Si	Inox- Al
		T8	Si	Inox,-Inox
	Volume du foyer	F1	Si	V≤400cc
		F2	Si	400cc<V≤500cc
		F3	Si	500cc<v
	Pente du col de cygne	P1	Si	P≤4°
		P2	Si	4°<P≤5°
		P3	Si	5°<P
	Section du col de cygne	S1	Si	S≤60cm ²
		S2	Si	60cm ² <S≤70cm ²
		S3	Si	70cm ² <S
	Longueur du col de cygne	L1	Si	L≤300Cm
		L2	Si	300Cm<L≤400Cm
		L3	Si	400Cm<L
	Hauteur du condenseur	H1	Si	H≤50Cm
		H2	Si	50Cm<H≤70Cm
		H3	Si	70Cm<H
	Epaisseur du condenseur	E1	Si	E≤15Cm
		E2	Si	15Cm<E≤17Cm
		E3	Si	17Cm<E
	volume de la cucurbite	V1	Si	V≤900L
		V2	Si	900L<V≤1000L
		V3	Si	1000L<V
	Epaisseur de la paroi de la cucurbite	EP1	Si	EP≤2mm
		EP2	Si	2mm<EP≤2,5mm
		EP3	Si	2,5mm<EP
MATIERES PREMIERES	Pourcentage en branchettes	Br1	Si	Br≤37%
		Br2	Si	37%<Br≤39%
		Br3	Si	39%<Br
	Pourcentage en feuilles	Fl1	Si	Fl≤60%
		Fl2	Si	60%<Fl≤62%
		Fl3	Si	62%<Fl
	Rapport feuille-tige	Ft1	Si	RFT≤1,5
		Ft2	Si	1,5<RFT≤1,7
		Ft3	Si	1,7<RFT
	Pourcentage en feuilles de stade S1	S1a	Si	S1≤5%
		S1b	Si	5%<S1≤6%
		S1c	Si	6%<S1
	Pourcentage en feuilles de stade S2	S2a	Si	S2≤9%
		S2b	Si	9%<S2≤10%
		S2c	Si	10%<S2
	Pourcentage en feuilles de stade S3	S3a	Si	S3≤38%
		S3b	Si	38%<S3≤40%
		S3c	Si	40%<S3
	Pourcentage en feuilles de stade S4	S4a	Si	S4≤45%
		S4b	Si	45%<S4≤50%
		S4c	Si	50%<S4

Annexe 7 : Schéma d'un alambic traditionnel

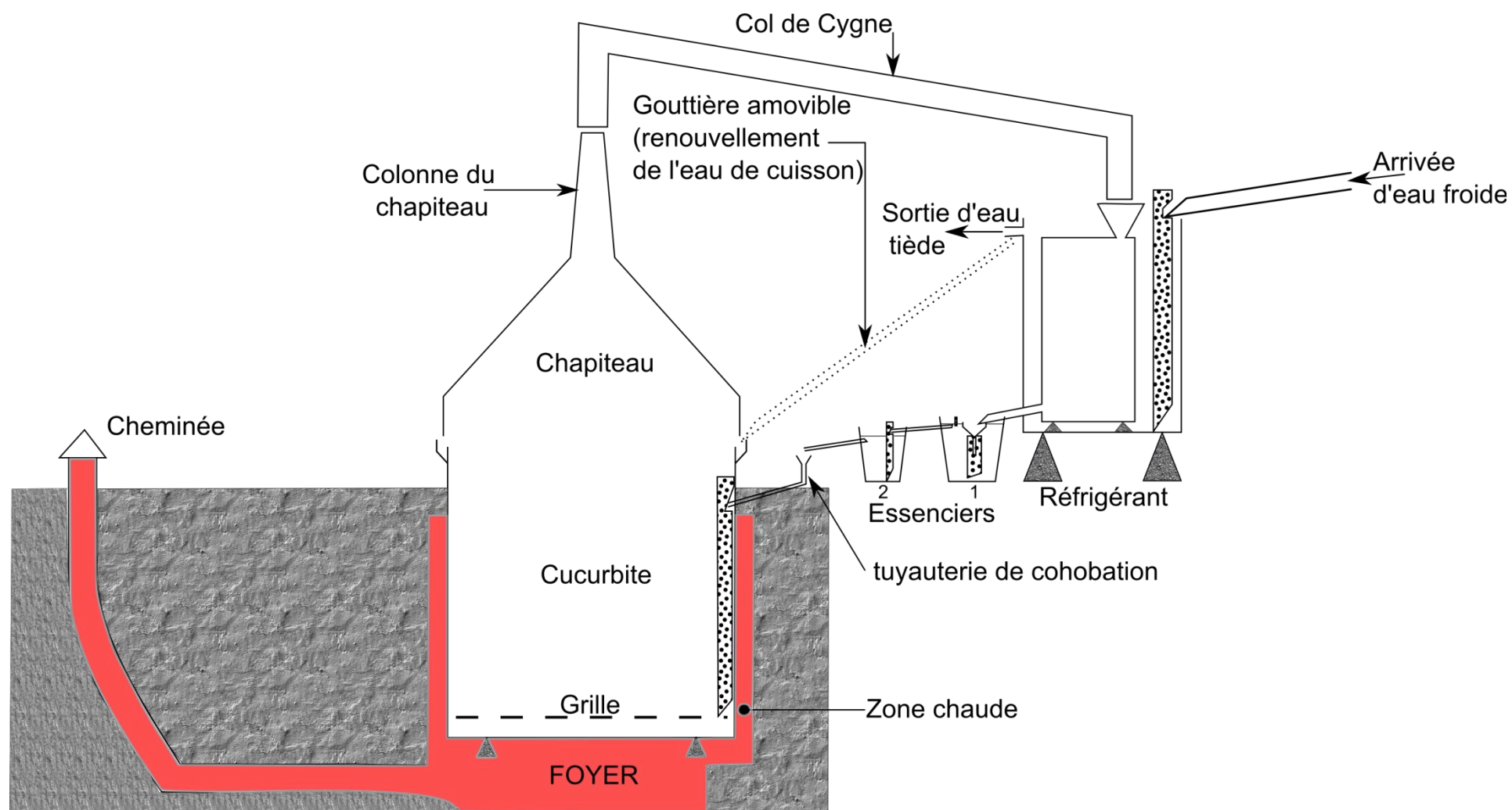


Figure 51: L'alambic traditionnel

Annexe 8 : Appréciation de la dimension des différents éléments de l'alambic traditionnel

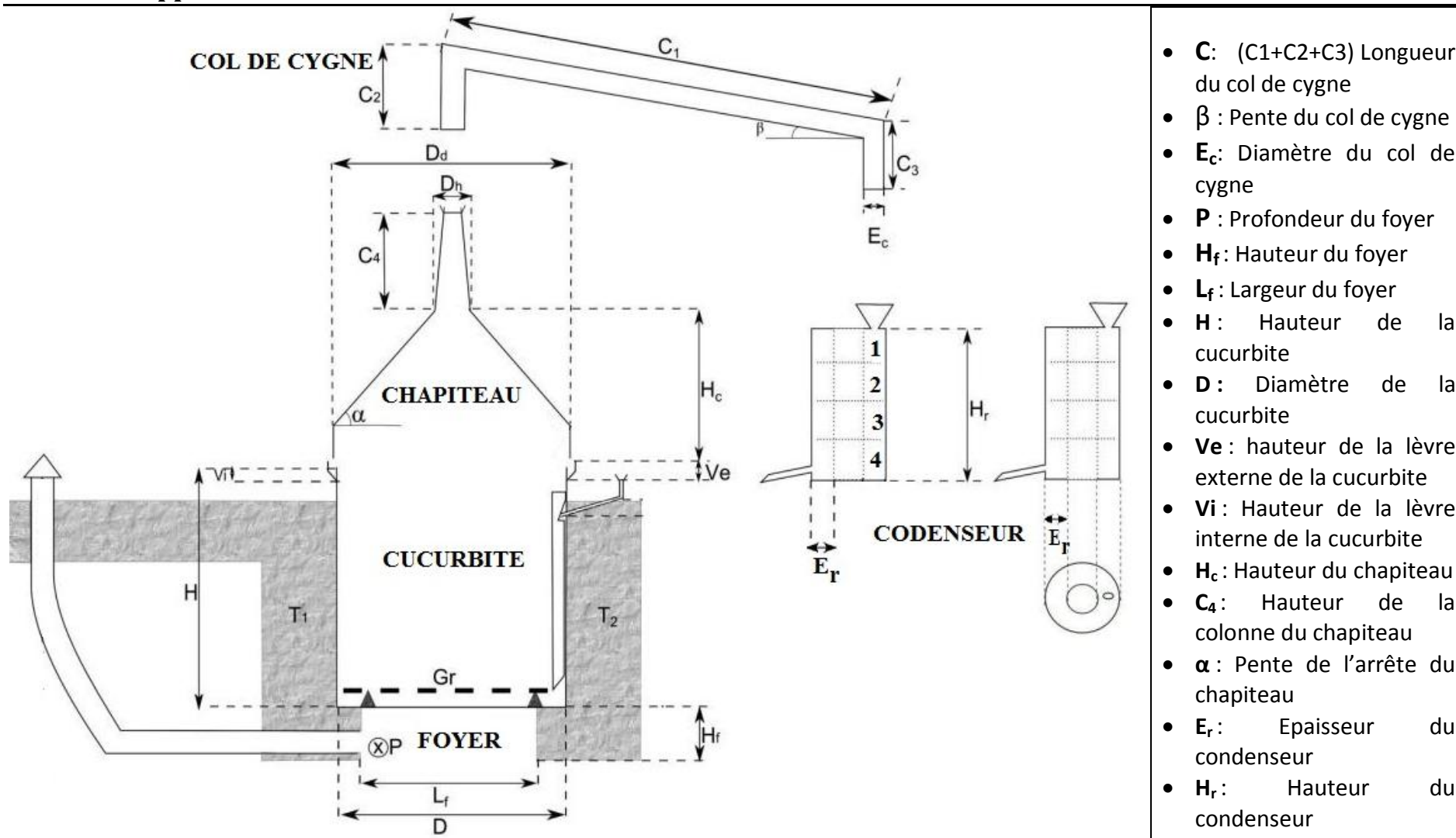


Figure 52: Mensuration des différentes parties de l'alambic traditionnel

Annexe 9 : Caractéristiques des échantillons de résidus de distillation

Le tableau suivant relate les caractéristiques de la redistillation au laboratoire des 15 échantillons de feuilles cuites. Les lignes noires signifient des échantillons pris sur différentes cuissons du même alambic. Les lignes grises indiquent par contre des échantillons prélevés sur la même cuisson du même alambic.

Tableau XLII: Caractérisation des opérations de redistillation de feuilles cuites

Echantillons	Alambic d'origine	Durée de cuisson (h)	Temps de redistillation	Stockage avant redistillation (jours)	Teneur en eau (%)	Prise d'essai (g)	Rendement %(V/P)	
							matière naturelle	matière sèche
I	AHZ7	23h30mn	4h30	34	45,76	242,5	0,082	0,152
II	AHZ7	12h30mn	4h30	34	16,71	144	0,208	0,250
III	AHZ7	13h00mn	4h30	33	33,25	269,9	0,111	0,167
IV	AHZ7	11h51mn	4h30	32	20,54	270,7	1,071	1,348
VI	AHZ7	26h32mn	4h30	32	62,19	334,5	0,030	0,079
VII	AMB5	15h40mn	4h30	31	42,53	288,8	0,139	0,241
VIII	AMB2	17h39mn	4h30	31	14,17	86	0,698	0,813
IX	AMB3	12h42mn	4h30	28	18,1	225,6	0,044	0,054
X	ABH9	13h30mn	4h30	24	46,47	256,7	1,130	2,110
XI A	AHZ4	13h29mn	4h30	19	42,46	331,4	1,509	2,622
XI B	AHZ4	13h29mn	4h30	19	42,5	321,3	0,778	1,353
XI C	AHZ4	13h29mn	4h30	19	49,37	256,3	0,195	0,385
XI D	AHZ4	13h29mn	4h30	19	53,41	295,6	0,880	1,888
XI E	AHZ4	13h29mn	4h30	19	33,56	353,9	1,413	2,126
VHLR	PPRR	6h40mn	4h30	11	55,09	270	1,074	2,392

Annexes 10: Propriétés et Vertus des huiles essentielles de girofle

1. Vertus médicinales et thérapeutiques

Le giroflier est connu comme étant une plante médicinale traditionnelle. Les propriétés thérapeutiques de son huile essentielle sont attribuées à ses capacités antimicrobiennes, antifongiques, antiseptiques, antivirales, stimulantes, anti-inflammatoire, anti-vomissement, analgésique, antispasmodique, anti-carminative, antiseptique, diurétique, odontalgique, antiflatulant, antihelminthique (Bhuiyan *et al*, 2010 ; Organic Information Services Pvt Ltd., 2012, Raina *et al*, 2001; Anonyme, 2012a; Polzin *et al*, 2007). C'est une essence dont les caractéristiques thérapeutiques ont fait ses preuves en dentisterie. (Alma *et al*, 2005; Chaieb *et al*, 2007; Chanseau *et al* 2002; Prashar *et al*, 2006; Suresh *et al*, 1992; ToutMada, 2011; Lee et Shibamoto, 2001).

Les sesquiterpènes trouvés dans cette essence sont des potentiels agents anticancerigènes. Sa haute teneur en eugénol lui conférant des propriétés pharmaceutiques largement exploitées dans le traitement des maladies parodontales et de la toux. L'administration orale des extraits de girofle permet de réguler des formes variées d'allergies et de l'asthme. Elle permet aussi de traiter le stress (Alma *et al*, 2005 ; Lee *et Shibamoto*, 200; Organic Information Services Pvt Ltd., 2012, (Chaieb *et al*, 2007 ; Razafimamonjison *et al*, 2013).). Cette huile essentielle est aussi un stimulant, et permet de remédier aux désordres digestifs ou encore la diarrhée (Machado *et al*, 2011).

2. Propriétés biologiques

La phytotoxicité de l'huile essentielle de girofle lui a valu d'être utilisé comme herbicide et fongicide. Elle agit en inhibant la germination. En effet, le contact des graines avec l'huile essentielle de girofle fait perdre son intégrité aux cellules de ces derniers. (Tworkoski, 2002; Walter *et al*, 1997; Darabi, 2011; Park *et al*, 2011).

L'huile essentielle de girofle inhibe généralement un large spectre de microorganisme, gram- et gram+ confondus. L'activité antimicrobienne recensée chez cette essence est due à sa haute teneur en eugénol. Ses actions se résument à l'inhibition de la production des enzymes essentielles à la survie des microbes et aux dommages qu'elles peuvent causer directement sur les cellules microbiennes. En effet, l'eugénol dénature les protéines et régit avec les phospholipides de la cellule microbienne, la rendant ainsi perméable. (Ali *et al*, 2007; Bhuiyan *et al*, 2010; Matan *et al*, 2005; Machado *et al*, 2011; Ryan et Morris, 2002; Pharma-Sites, 2007; Sato *et al*, 2006).

Elle a été testée positive contre des bactéries, des virus et des champignons. Elle permet ainsi de lutter contre: *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Listeria monocytogène* et *Lactobacillus sakei*, *Aspergillus niger*, *Saccharomyces cerevisiae*, *Enterobacter sakzaki*, *Klebsiella pneumoniae*, *Helicobacter pylori*, *Erwinia carotovora*, *Phytophthora nicotianae*, *Fusarium oxysporum*, *Campylobacter jejunii*, *Salmonella enteridii* (Chaieb *et al*, 2007; Gill et Holley, 2004; Juliani, 2004; Meyer, 2008; Srivastava *et al*, 2004; Suresh *et al*, 1992 ; Razafimamonjison *et al*, 2013; Machado *et al*, 2011; Fu *et al*, 2007; Pinto *et al*, 2009). L'essence de girofle est aussi acaricide car elle permet de lutter contre *Psoroptes cuniculi* (Fichi *et al*, 2007).

3. Propriétés technologiques

Les huiles essentielles de girofle sont connues pour ses remarquables pouvoirs antioxydants (Dorman, 2000; Brewer, 2011). Les industries pharmaceutiques, parfumeries, savonneries, agroalimentaires et cosmétiques sont ses principaux utilisateurs (Prashar *et al*, 2006, Raina *et al*, 2001; Polzin *et al*, 2007 ; ToutMada, 2011).

La propriété antiseptique et antioxydante de cette essence est utilisée dans l'industrie agroalimentaire pour définir des conservateurs des produits alimentaires (Suresh et al, 1992, Juliani, 2004; Jirovetz *et al*, 2006 ; Chaieb *et al*, 2007; Razafimamonjison *et al*, 2013 ; Ananda aromatherapy, 2012). Elle est par exemple utilisée comme antioxydant naturel pour l'huile de grain de coton; (Farag *et al*, 1989).

L'huile essentielle de girofle est également exploitée dans la fabrication de peinture, de vernis et de vanilline (Bhuiyan *et al*, 2010, Srivastava *et al*, 2004). Les clous de girofle sont principalement utilisés comme épices dans différentes cuisines du monde (surtout en Europe). En Asie (Indonésie). La fabrication du Kretek fait intervenir des clous de girofle (Razafimamonjison *et al*, 2013, Alma *et al*, 2005).

Annexe 11 : Résultats d'analyses physico-chimiques

Tableau XLIII: Analyses physico-chimiques des échantillons

N°	Echantillons	d_{20}^{20}	Miscibilité à l'éthanol (Vol)	n_{20}^{20}	α_D^{20} (°)
1	ABH5	1,0356	1,25	1,5296	-4,0432
2	ABH9	1,0322	1,63	1,5292	-4,5486
3	ABH9A	1,0370	1,75	1,5303	-3,6822
4	ABH9B	1,0400	1,45	1,5308	-3,3212
5	ABL1	1,0380	1,3	1,5301	-3,8266
6	ABL2	1,0356	1,3	1,5292	-3,8988
7	ABM1	1,0410	1,3	1,5309	-3,0324
8	ABO1	1,0368	1,18	1,5301	-3,9710
9	ABV1	1,0482	0,9	1,5310	-3,5629
10	ABV2	1,0307	1,31	1,5281	-3,5629
11	ABV3	1,0380	1,3	1,5301	-3,6822
12	ABV4	1,0406	1,25	1,5311	-3,6100
13	ADR1	1,0403	1,3	1,5306	-3,5629
14	ADR2	1,0404	1,25	1,5302	-3,5629
15	ADR3	1,0402	1,3	1,5306	-3,5629
16	AFM1	1,0316	1,43	1,5281	-4,1154
17	AHZ1	1,0351	1,35	1,5297	-3,2490
18	AHZ3	1,0422	1,2	1,5314	-3,4656
19	AHZ4	1,0378	1,35	1,5306	-3,5378
20	AHZ4A	1,0450	1,3	1,5308	-2,4548
21	AHZ4B	1,0337	1,35	1,5294	-4,3320
22	AHZ5	1,0424	1,2	1,5291	-3,5629
23	AHZ6	1,0376	1,25	1,5294	-3,8266
24	AHZ7	1,0384	1,3	1,5298	-3,0324
25	AHZ7A	1,0417	1,25	1,5309	-3,2490

26	AHZ7B	1,0395	1,25	1,5303	-3,5378
27	AHZ8	1,0370	1,3	1,5298	-3,5629
28	AMB1	1,0416	1,23	1,5310	-3,5629
29	AMB2	1,0396	1,2	1,5305	-2,5270
30	AMB2A	1,0391	1,2	1,5304	-2,6714
31	AMB2B	1,0396	1,2	1,5307	-2,6714
32	AMB2C	1,0373	1,25	1,5301	-3,5629
33	AMB3	1,0353	1,4	1,5283	-3,7544
34	AMB3A	1,0376	1,25	1,5301	-3,3212
35	AMB3B	1,0405	1,2	1,5301	-3,5629
36	AMB5	1,0374	1,18	1,5303	-3,4656
37	AMN2	1,0392	1,2	1,5299	-3,5629
38	APR3	1,0358	1,3	1,5297	-3,5378
39	ATK1	1,0375	1,35	1,5303	-4,0432
40	BAP1	1,0345	1,28	1,5297	-3,9710
41	LHR1	1,0400	1,25	1,5305	-2,0938
42	LHR2	1,0337	1,4	1,5294	-4,1154
43	LHR3	1,0424	1,18	1,5314	-3,1768
44	LHR3A	1,0401	1,3	1,5295	-3,5629
45	MGD1	1,0274	1,3	1,5277	-4,6208
46	MGD2	1,0430	1,3	1,5308	-2,9602
47	MKB1	1,0330	1,3	1,5294	-4,6208
48	MKB2	1,0359	1,2	1,5302	-3,8988
49	MKB3	1,0352	1,3	1,5300	-3,5629
50	MNR1	1,0369	1,3	1,5310	-3,5378
51	MRV1	1,0409	1,25	1,5311	-3,5629
52	SHV1	1,0415	1,2	1,5308	-3,5629
53	TSR3	1,0409	1,35	1,5301	-3,5629
54	TSR2	1,0374	1,5	1,5284	-3,5629
55	TSR3	1,0374	1,25	1,5305	-3,5629
56	TST1	1,0435	1,25	1,5311	-2,9602
57	TST2	1,0335	1,55	1,5292	-3,5378
58	TST3	1,0375	1,325	1,5306	-3,4656
59	TST4	1,0305	1,35	1,5286	-3,5629
60	TST6	1,0352	1,6	1,5297	-3,3934
61	TST7	1,0303	1,3	1,5282	-3,8266
62	TST8	1,0354	1,25	1,5292	-3,7544
63	VHL1	1,0297	1,3	1,5273	-5,3428
	d₂₀²⁰	Miscibilité à l'éthanol (Vol)	n₂₀²⁰	α_D²⁰ (°)	
	Moyenne	1,0377	1,2991	1,5299	-3,5775
	Minimum	1,0274	0,9000	1,5273	-5,3428
	Maximum	1,0482	1,7500	1,5314	-2,0938
	Ecart-type	0,0039	0,1211	0,0009	0,5199
	CV(%)	0,3789	9,3254	0,0610	-14,5337

Annexe 12 : Rendement de distillation sur alambics traditionnels

Tableau XLIV: Rendement de distillation au niveau des alambics traditionnels

N°	Observations	Rendement %(V/P)	Matériel de fabrication du couple Cucurbite- Chapiteau
1	TST6	3,4	Al-Al
2	AHZ6	3,26	Al-Al
3	TSR2	3,06	Al-Al
4	ATK1	2,81	Al-Al
5	ABV3	2,66	Al-Al
6	TSR1	2,43	Al-Al
7	ABV1	2,41	Al-Al
8	ADR1	2,41	Al-Al
9	ADR2	2,41	Al-Al
10	ADR4	2,41	Al-Al
11	AHZ7	2,41	Al-Al
12	AHZ7A	2,41	Al-Al
13	AHZ7B	2,41	Al-Al
14	AMB2A	2,41	Al-Al
15	AMB2B	2,41	Al-Al
16	AMB2C	2,41	Al-Al
17	AMB3	2,41	Al-Al
18	LHR2	2,41	Al-Al
19	AHZ4B	2,41	Fe-Fe
20	ABH9	2,41	Fe-Al
21	ABH9A	2,41	Fe-Al
22	ABH9B	2,41	Fe-Al
23	AHZ3	2,41	Cu-Al
24	LHR1	2,31	Al-Al
25	TST4	2,31	Fe-Fe
26	AHZ5	2,26	Al-Al
27	ABL 1	2,16	Al-Fe
28	AHZ1	2,15	Fe-Fe
29	AMB1	2,14	Al-Al
30	ABV4	2,12	Al-Al
31	MRV1	2,05	Al-Al
32	AHZ4	2	Al-Al
33	AMB2	2	Al-Al
34	MKB2	1,95	Inox-Inox
35	AHZ4A	1,77	Al-Al

Annexe 13 : Analyse statistique des suivis

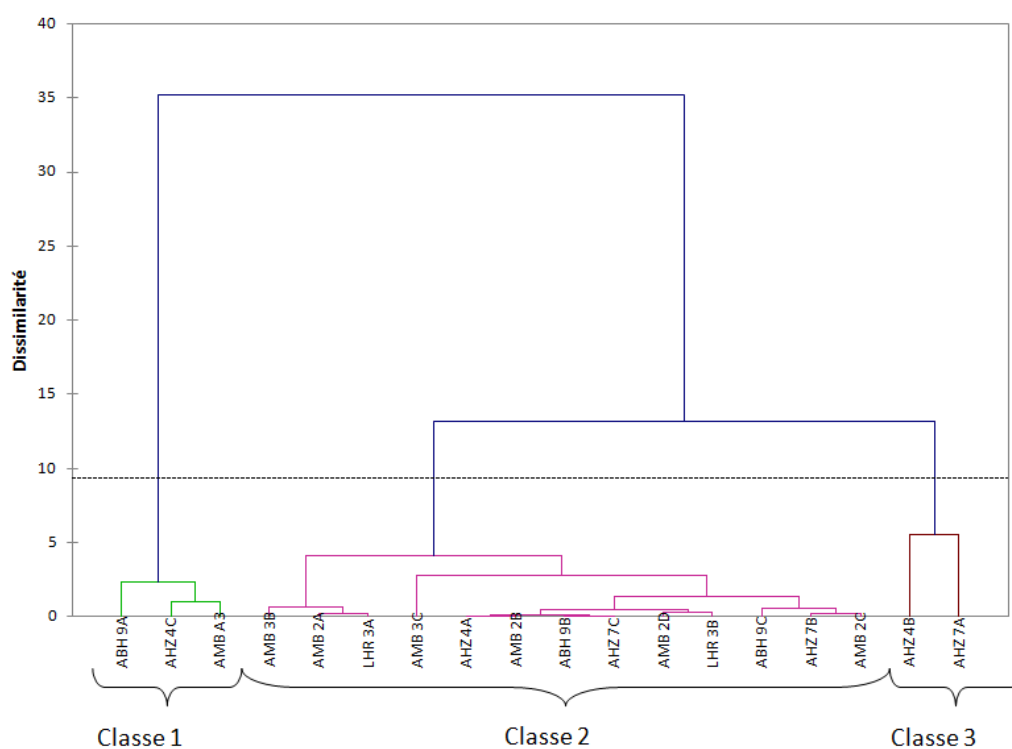


Figure 53: Les individus suivis en CAH

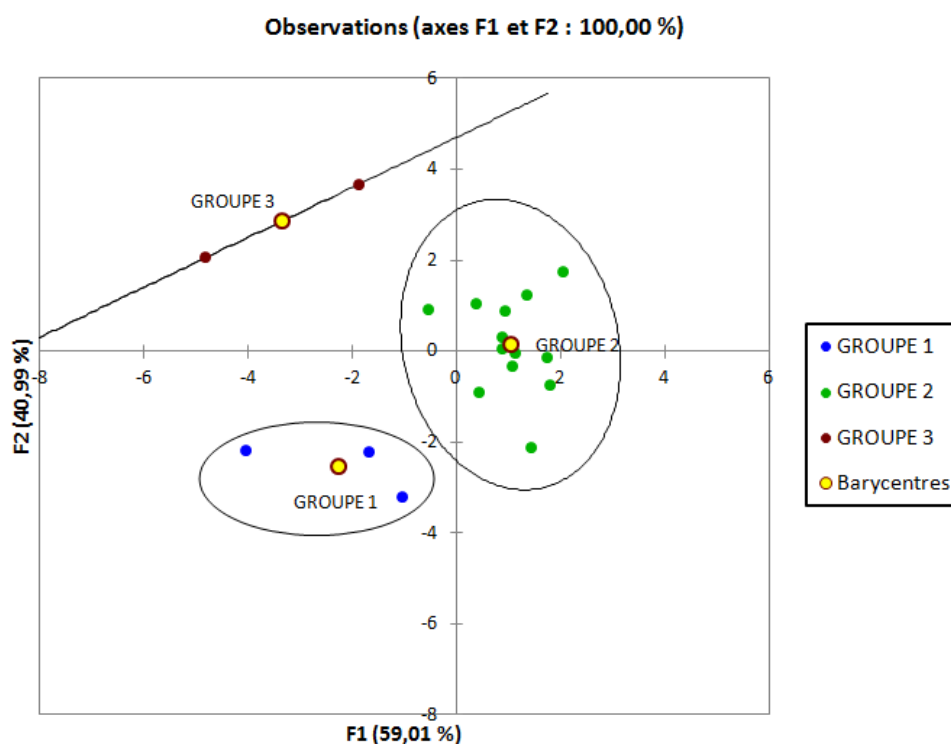


Figure 54: Les individus suivis en AFD

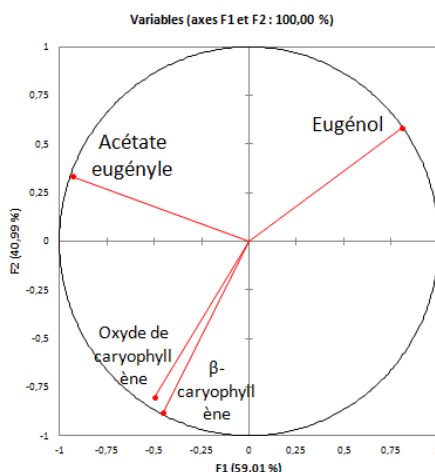


Figure 55: Les variables suivies en AFD

Annexe 14 : Corrélation entre la composition chimique et la conduite de distillation

Tableau XLV: Matrice de corrélation entre composition chimique et conduite de distillation

BCA	1												
OXC	0,972	1											
EUG	-0,925	-0,939	1										
ACE	0,176	0,214	-0,503	1									
TEC	0,091	0,032	-0,106	0,212	1								
TDIS	0,012	-0,049	0,054	-0,164	0,416	1							
TEF	-0,003	0,003	0,039	-0,087	0,018	0,250	1						
DDIS	-0,084	-0,085	0,123	-0,154	-0,079	-0,323	-0,316	1					
DEF	-0,101	-0,069	0,072	0,000	-0,479	-0,265	0,426	-0,219	1				
REF	0,267	0,277	-0,361	0,338	0,123	0,256	-0,372	0,095	-0,332	1			
TPG	-0,261	-0,278	0,284	-0,187	0,056	0,120	0,370	-0,304	0,252	-0,453	1		
FAC	-0,080	-0,061	0,052	0,069	-0,145	0,055	0,299	-0,231	0,476	-0,069	0,016	1	
DUR	-0,138	-0,167	0,214	-0,265	-0,118	0,089	0,295	-0,277	0,162	-0,501	0,516	-0,159	1
	BCA	OXC	EUG	ACE	TEC	TDIS	TEF	DDIS	DEF	REF	TPG	FAC	DUR

Annexe 15 : Corrélation entre composition chimique et proportion relative de la matière première

Tableau XLVI: Corrélation entre proportion relative de la matière première et composition chimique

BCA	1						
OXC	0,98	1					
EUG	-0,94	-0,93	1				
ACE	0,21	0,16	-0,48	1			
RFT	0,20	0,20	-0,21	0,10	1		
S3+S4	-0,47	-0,50	0,47	-0,12	-0,24	1	
S1+S2	0,47	0,50	-0,47	0,12	0,24	-1,00	1
	BCA	OXC	EUG	ACE	RFT	S3+S4	S1+S2

Annexe 16: Matrice de l'ACM

Tableau XLVII: Matrice pour l'ACM

REF	BC A	OX C	EU G	AC E	M dF	J O I	Vf o	PC dC	SC dC	LC dC	H C	Ep Co	VC uc	Vi	V e	EpC uc	PC ha	TE C	TDI S	DDI S	TP G	DU R	TE F	DE F	RE F	FA C	Br	Fl	R FT	S1	S2	S3	S4
ABO 1	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T2	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP1	PT 2	TE C3	TDI S3	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F3	DE F2	RE F2	FA C2	Br 3	Fl 2	R 2	S1 c	S2 c	S3 a	S4 b
ABV 1	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 3	P3	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 3	V e3	EP3	PT 2	TE C2	TDI S3	DDI S1	TP G3	DU R2	TE F3	DE F3	RE F1	FA C3	Br 2	Fl 2	R 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
ADR 1	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 2	P3	S3	L1	H 2	E2	V2	Vi 1	V e1	EP3	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S3	TP G1	DU R2	TE F1	DE F1	RE F2	FA C1	Br 2	Fl 2	R 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AHZ 3	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T4	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V2	Vi 2	V e3	EP2	PT 3	TE C2	TDI S2	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F1	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	Fl 2	R 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AHZ 4	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E3	V2	Vi 1	V e2	EP3	PT 2	TE C3	TDI S2	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	Fl 3	R 2	S1 c	S2 a	S3 b	S4 a
AHZ 4A	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E3	V2	Vi 1	V e2	EP3	PT 2	TE C3	TDI S2	DDI S2	TP G3	DU R2	TE F3	DE F1	RE F2	FA C1	Br 1	Fl 3	R 3	S1 c	S2 c	S3 c	S4 a
AHZ 7A	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 2	P2	S2	L3	H 1	E1	V1	Vi 1	V e1	EP2	PT 3	TE C1	TDI S1	DDI S2	TP G3	DU R3	TE F1	DE F3	RE F1	FA C3	Br 2	Fl 2	R 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AM B1	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 3	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 1	V e1	EP2	PT 2	TE C2	TDI S1	DDI S2	TP G3	DU R2	TE F3	DE F3	RE F2	FA C1	Br 3	Fl 1	R 1	S1 b	S2 a	S3 a	S4 c
AM B2	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 3	P2	S2	L2	H 2	E2	V1	Vi 1	V e1	EP2	PT 2	TE C3	TDI S2	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	Fl 2	R 2	S1 a	S2 a	S3 c	S4 a
AM B2A	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 3	P2	S2	L2	H 2	E2	V1	Vi 1	V e1	EP2	PT 2	TE C1	TDI S1	DDI S3	TP G1	DU R2	TE F1	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	Fl 2	R 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AM B2B	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 3	P2	S2	L2	H 2	E2	V1	Vi 1	V e1	EP2	PT 2	TE C3	TDI S2	DDI S3	TP G2	DU R3	TE F1	DE F2	RE F2	FA C1	Br 2	Fl 2	R 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AM B5	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 3	P2	S3	L2	H 3	E3	V3	Vi 1	V e1	EP3	PT 2	TE C3	TDI S3	DDI S1	TP G2	DU R3	TE F1	DE F1	RE F2	FA C1	Br 2	Fl 2	R 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
LHR 1	BC A1	OX C1	EU G1	AC E1	T1	J 1	F 2	P2	S3	L1	H 2	E2	V3	Vi 2	V e3	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 1	Fl 3	R 3	S1 a	S2 a	S3 c	S4 b

ABL 1	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T5	J 1	F 2	P2	S3	L1	H 2	E2	V3	Vi 3	V e3	EP2	PT 2	TE C3	TDI S3	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F3	DE F2	RE F2	FA C2	Br 3	FL 1	Ft 1	S1 a	S2 a	S3 b	S4 c
ABV 3	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T1	J 2	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP2	PT 2	TE C3	TDI S1	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 3	FL 2	Ft 2	S1 a	S2 c	S3 a	S4 c
ADR 2	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T1	J 1	F 1	P1	S3	L2	H 2	E1	V3	Vi 2	V e3	EP3	PT 1	TE C1	TDI S2	DDI S1	TP G3	DU R3	TE F3	DE F3	RE F1	FA C1	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
ADR 4	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T1	J 1	F 1	P2	S3	L1	H 2	E1	V2	Vi 3	V e2	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AHZ 1	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T2	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 c	S2 c	S3 a	S4 c
AHZ 8	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T1	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AM B3B	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T1	J 1	F 2	P2	S1	L1	H 2	E1	V2	Vi 3	V e3	EP2	PT 2	TE C3	TDI S3	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F1	DE F1	RE F2	FA C2	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
TSR 1	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T1	J 3	F 3	P2	S3	L1	H 2	E1	V3	Vi 3	V e3	EP3	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 1	FL 3	Ft 3	S1 a	S2 a	S3 a	S4 c
TST3	BC A2	OX C2	EU G2	AC E2	T1	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 3	FL 1	Ft 1	S1 b	S2 a	S3 c	S4 a
ABH 9	BC A3	OX C3	EU G3	AC E3	T3	J 1	F 2	P3	S3	L1	H 2	E2	V2	Vi 1	V e1	EP2	PT 2	TE C2	TDI S3	DDI S2	TP G1	DU R2	TE F1	DE F2	RE F3	FA C2	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
ABV 2	BC A3	OX C3	EU G3	AC E3	T1	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP2	PT 2	TE C3	TDI S2	DDI S3	TP G3	DU R2	TE F3	DE F2	RE F2	FA C2	Br 1	FL 3	Ft 3	S1 c	S2 c	S3 b	S4 a
AHZ 7	BC A3	OX C3	EU G3	AC E3	T1	J 1	F 2	P2	S2	L3	H 1	E1	V1	Vi 1	V e1	EP2	PT 3	TE C3	TDI S1	DDI S2	TP G1	DU R2	TE F1	DE F2	RE F3	FA C3	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
AM B3	BC A3	OX C3	EU G3	AC E3	T1	J 1	F 2	P2	S1	L1	H 2	E1	V2	Vi 3	V e3	EP2	PT 2	TE C3	TDI S2	DDI S3	TP G1	DU R1	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
LHR 2	BC A3	OX C3	EU G3	AC E3	T1	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 2	FL 2	Ft 2	S1 b	S2 b	S3 b	S4 b
TSR 2	BC A3	OX C3	EU G3	AC E3	T1	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e1	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 1	FL 3	Ft 3	S1 c	S2 c	S3 a	S4 b
TST4	BC A3	OX C3	EU G3	AC E3	T2	J 1	F 2	P2	S3	L2	H 2	E2	V3	Vi 2	V e2	EP2	PT 2	TE C2	TDI S2	DDI S2	TP G2	DU R2	TE F2	DE F2	RE F2	FA C2	Br 3	FL 1	Ft 1	S1 a	S2 c	S3 c	S4 a

Tableau XLVIII: Matrice de corrélation entre le rendement et les différents paramètres

Mémoire de fin d'études, 2014: Variabilité de l'huile essentielle de feuilles de giroflier

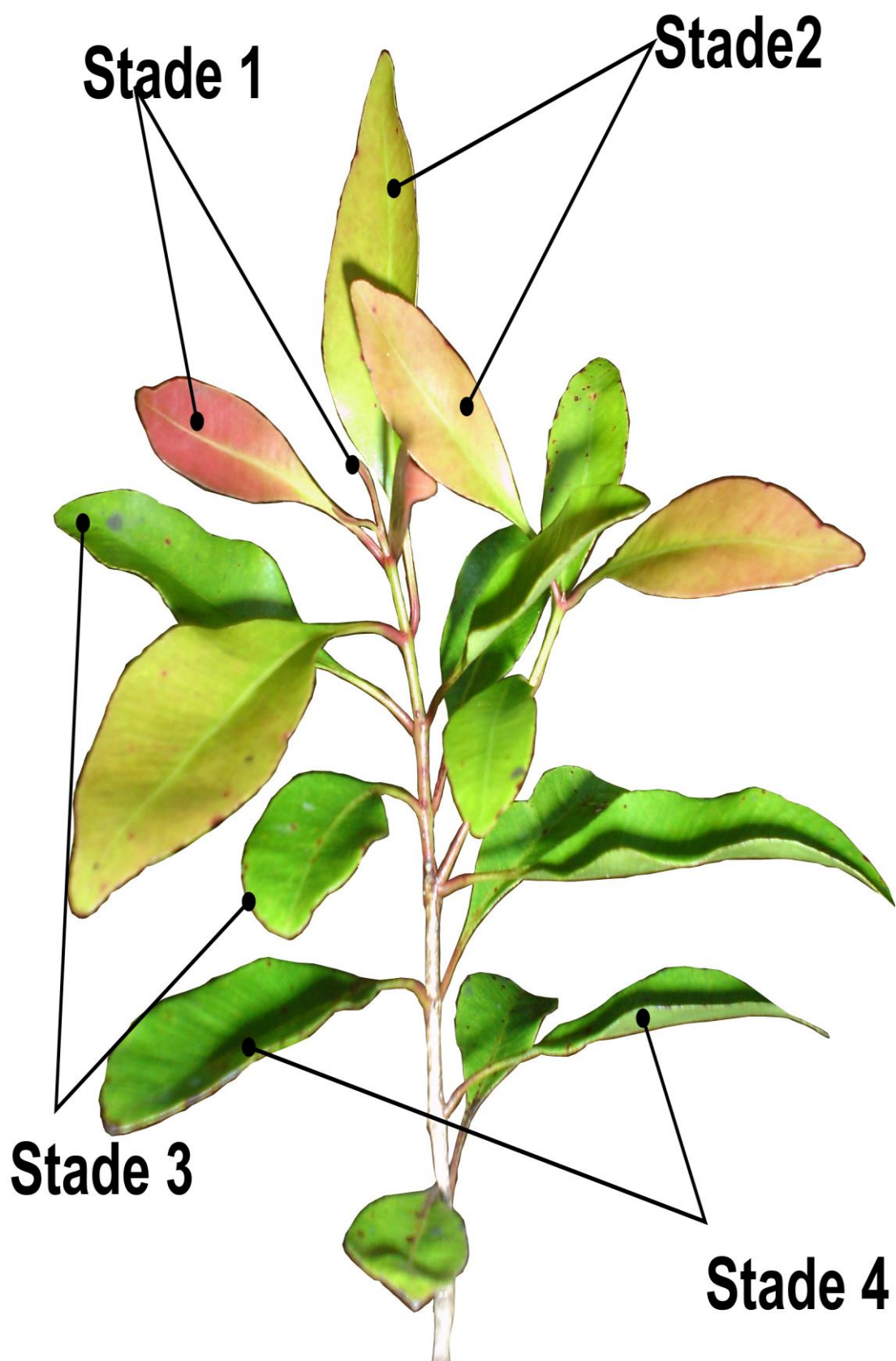
Annexe 18 : Les différents stades de feuille du giroflier

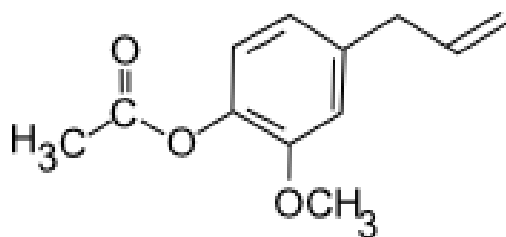
Figure 56: Rameau de giroflier (Cliché: Auteur, 2013)

Annexe 20 : Analyses chromatographiques des essences résiduelles

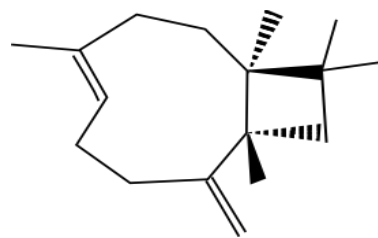
Tableau XLIX: Composition chimique des essences résiduelles

N°	Echantillons	Alambics sources	BCA (%)	OXC (%)	EUG (%)	ACE (%)	TOTAL
1	VHLR	VHL1	3,90	0,60	91,80	1,90	98,20
2	XI A	AHZ4	0,80	0,20	96,30	1,50	98,80
3	XI B		0,80	0,10	95,30	1,30	97,50
4	XI C		1,90	0,30	91,50	0,90	94,60
5	XI D		0,90	0,20	95,50	1,40	98,00
6	XI E		0,80	0,10	95,60	1,60	98,10
7	I	AHZ7	50,20	6,90	20,60	0,30	78,00
8	II		4,50	0,70	79,80	0,70	85,70
9	III		15,10	2,40	51,90	0,40	69,80
10	IV		1,00	0,20	94,50	1,30	97,00
11	VIII	AMB2	5,50	0,80	85,00	0,40	91,70
12	VII	AMB5	15,50	2,70	58,20	0,20	76,60
13	X	ABH9	1,00	0,20	95,70	1,50	98,40

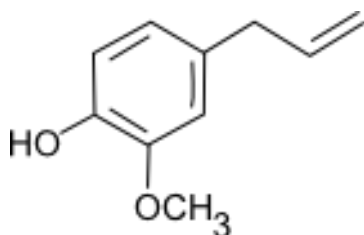
Annexe 21 : Quelques formules chimiques



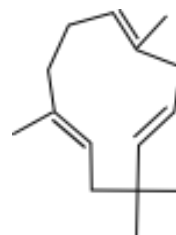
Acétate d'eugényle



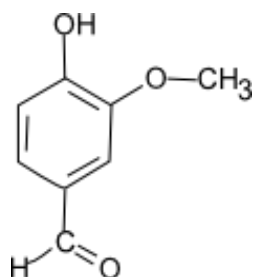
β-caryophyllène



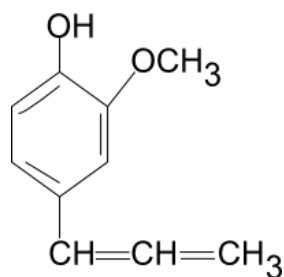
Eugénol



α-Humulène



Vanilline



Isoeugénol

Figure 58: Formules chimiques de quelques composés

Annexe 22 : Réadaptation de la lèvre interne de la cucurbite

Pour éviter la perte par écoulement des gouttelettes d'essence, une autre alternative consiste à rallonger la lèvre interne de la gouttière en «V» de manière à ce qu'elle touche la partie interne du chapiteau telle qu'elle est montrée par la figure ci-dessous.

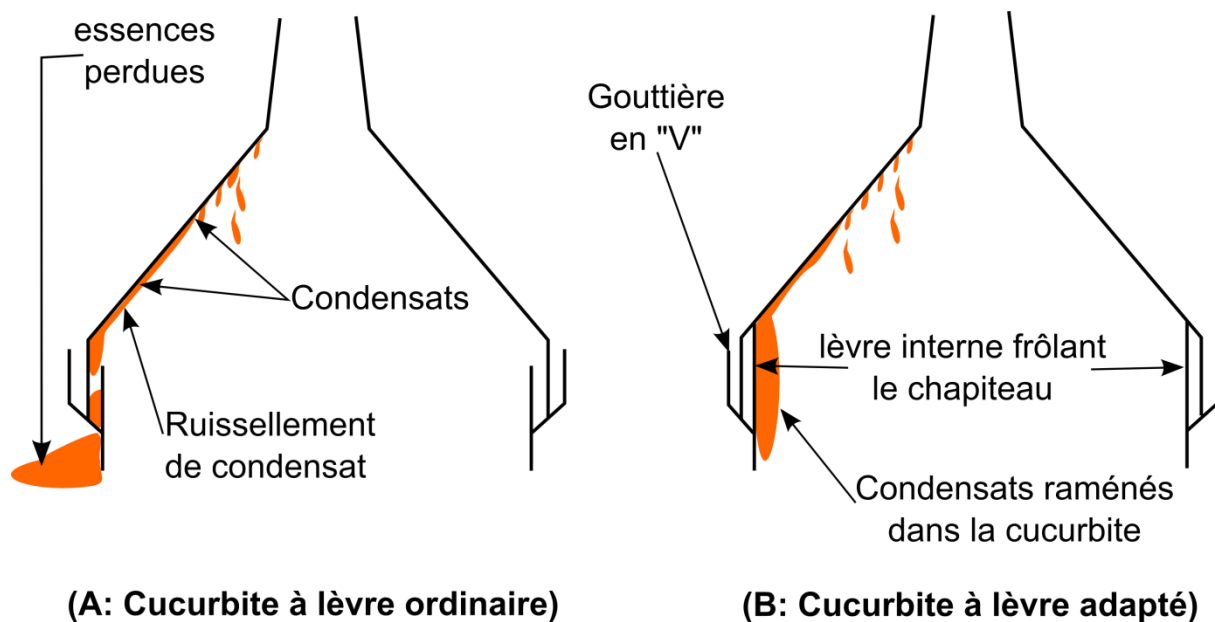


Figure 59: Adaptation de la lèvre interne de la cucurbite (Auteur, 2014)

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.....	i
SOMMAIRE	iii
GLOSSAIRES	iv
LISTE DES ABREVIATIONS ET DES ACRONYMES.....	vi
LISTE DES TABLEAUX	viii
LISTE DES FIGURES.....	ix
LISTE DES PARTIES EXPERIMENTALES	xi
LISTE DES ANNEXES.....	xii
INTRODUCTION GENERALE	1

PARTIE I: GENERALITES ET CADRE CONCEPTUEL DE L'ETUDE

I.1. Cadre conceptuel de l'étude.....	3
I.1.1. Contexte	3
I.1.2. Énoncé de la Problématique	3
I.1.3. Les objectifs	3
I.1.3.1. Objectif principal	3
I.1.3.2. Objectifs spécifiques.....	3
I.1.4. Hypothèses.....	4
I.1.4.1. Hypothèse globale	4
I.1.4.2. Hypothèse spécifique	4
I.1.4.3. Analyse des hypothèses.....	4
I.1.5. Résultats attendus	5
I.2. Généralités sur les huiles essentielles	6
I.2.1. Définition.....	6
I.2.2. Synthèse, sécrétion et localisation anatomique des extraits aromatiques.....	6
I.2.3. Caractéristiques générales des huiles essentielles	7
I.2.4. Technologie utilisée dans la production d'huile essentielle	8
I.2.5. Facteurs de variation de la composition chimique d'une huile essentielle	9
I.2.6. Utilisation des huiles essentielles par l'homme.....	10
I.3. États des connaissances sur le giroflier.....	10
I.3.1. Historique	10
I.3.2. Description botanique	10
I.3.3. Morphologie	11
I.3.4. Régénération de la plante	13
I.3.5. Physiologie.....	13
I.3.6. Ecologie	14
I.3.7. Maladies et ennemis de la plante	14
I.3.7.1. En pépinière	15
I.3.7.2. En plantation.....	15
I.3.8. Distribution géographique.....	16
I.3.9. Les produits de la plante.....	18
I.3.9.1. Les clous.....	18
I.3.9.2. Les huiles essentielles	18
a) Composition chimique	18
b) Caractéristiques sensorielles	18
c) Propriétés physico-chimiques	19
I.3.10. Les facteurs de variabilité de la composition chimique des huiles essentielles de girofle selon les résultats des recherches antérieures	19
a) Les organes distillés	20
b) Etat des matières premières	21
c) Variation géographique	21

d) Facteurs techniques.....	22
I.3.11. Importance des huiles essentielles de giroflier.....	23
I.4. Conclusion partielle I.....	25
 PARTIE II: MATERIELS ET METHODES	
II.1. Présentation de la zone d'étude.....	26
II.1.1. Milieu physique: Climat.....	28
II.1.2. Milieu humain.....	28
II.2. Echantillonnage.....	28
II.2.1. Localisation et identification des points à alambics.....	28
II.2.2. Collectes d'informations.....	30
II.2.2.1. Observation.....	30
II.2.2.2. Enquête.....	30
II.2.2.3. Appréciation directe.....	30
II.2.2.4. Estimation.....	31
II.2.3. Collecte des échantillons.....	31
II.3. Classification des alambics en fonction de la composition chimique des huiles essentielles produites....	32
II.4. Suivi de cuissons.....	32
II.5. Analyse des échantillons.....	32
II.5.1. Analyses chromatographiques.....	32
II.5.1.1. Définition et principes.....	32
II.5.1.2. Appareillages.....	33
II.5.2. Détermination des caractéristiques physico-chimiques.....	34
II.5.2.1. Densité relative (NFT 75-111/ISO 279-2000).....	34
II.5.2.2. Indice de réfraction (NF T 75-112 /ISO 280-2000).....	35
II.5.2.3. Pouvoir rotatoire (NFT 75-113).....	35
II.5.2.4. Miscibilité à l'éthanol (NFT 75-101).....	36
II.6. Analyses statistiques des données.....	36
II.6.1. Analyse en composantes principales (ACP).....	36
II.6.1.1. Objectifs et principes.....	36
II.6.1.2. Interprétations.....	37
II.6.2. Classification ascendante hiérarchique (CAH).....	37
II.6.2.1. Objectifs et principes.....	37
II.6.2.2. Interprétations.....	38
II.6.3. Analyse factorielle discriminante (AFD).....	38
II.6.3.1. Objectifs et principes.....	38
II.6.3.2. Interprétations.....	38
II.6.4. Analyse factorielle de correspondance multiple (AFCM ou ACM).....	38
II.6.5. Collecte des résidus de distillation.....	40
II.7. Analyse économique.....	41
II.8. Conclusion partielle II.....	43

PARTIE III: RESULTATS ET INTERPRETATIONS DES ANALYSES STATISTIQUES

III.1. Etat des lieux sur les distilleries artisanales.....	44
III.1.1. Les alambics traditionnels.....	44
III.1.2. Les alambics améliorés.....	49

III.2. Détermination des facteurs de variation du rendement	50
III.2.1. Description générale	50
III.2.2. Evolution du rendement en fonction des principaux paramètres	51
III.2.2.1. Matrice de corrélation	51
III.2.2.2. Influence des matières premières	51
III.2.2.3. Influence des Paramètres liés à la conduite de distillation	52
III.2.2.4. Influence de la configuration matérielle de la distillerie.....	52
III.3. Classification des alambics	53
III.3.1. Caractérisation des échantillons	53
III.3.2. Analyse en composantes principales (ACP)	54
III.3.2.1. Test de sphéricité de Bartlett	54
III.3.2.2. Valeurs propres	55
III.3.2.3. Caractérisation des variables	55
III.3.2.4. Caractérisation des individus	56
III.3.3. Classification ascendante hiérarchique (CAH)	58
III.3.4. Analyse factorielle discriminante (AFD).....	58
a) Test de Lambda de Wilks.....	58
b) Valeurs propres	59
c) Description des groupes.....	59
III.3.5. Synthèse sur la classification des alambics.....	60
III.4. Suivi de cuisson	61
III.4.1. Description des prélèvements.....	61
III.4.2. Analyses statistiques	62
III.5. Détermination des facteurs de variation de la composition chimique	63
III.5.1. Analyse factorielle de correspondance multiple (AFCM ou ACM)	63
III.5.1.1. Valeurs propres et pourcentage de l'inertie	63
III.5.1.2. Interprétation des axes factoriels.....	65
III.5.1.3. Interprétations des résultats de l'ACM	66
III.5.2. Paramètres physico-chimiques relatifs à chaque profil chimique	68
III.6. Etude des huiles essentielles résiduelles	69
III.6.1. Etude quantitative	69
III.6.1.1. Cas des alambics traditionnels	69
III.6.1.2. Cas des alambics améliorés.....	71
III.6.2. Etude qualitative.....	71
III.6.2.1. Cas des alambics traditionnels	71
III.6.2.2. Cas des alambics améliorés.....	73
III.7. Définition des facteurs des variations quantitatives et qualitatives des huiles essentielles de feuilles de giroflier	73
III.7.1. Conduite de distillation et matériels de fabrication de l'alambic.....	74
III.7.1.1. Composition chimique	74
III.7.1.2. Rendement.....	74
III.7.2. Matières premières	74
III.7.2.1. Rendement.....	74
III.7.2.2. Composition chimique	75
III.8. Analyses économiques	75
III.8.1. Analyse selon l'économie industrielle.....	76
III.8.2. Analyses selon l'économie familiale.....	76
III.8.3. Résultats des analyses économiques.....	76
III.9. Conclusion partielle III	77

PARTIE IV: RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES

IV.1. Recommandations.....	78
IV.1.1. <i>Maîtrise des ressources énergétiques</i>	78
IV.1.1.1. Réaménagement du foyer	78
IV.1.1.2. Réaménagement de la cheminée	80
IV.1.1.3. Les combustibles	80
IV.1.2. <i>Conception du chapiteau</i>	81
IV.1.3. <i>Matière première</i>	81
IV.1.4. <i>Conduite de distillation</i>	82
IV.2. Perspectives	84
CONCLUSION GENERALE.....	85
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	86
WEBIOGRAPHIES.....	93



Huile essentielle de feuilles de giroflier

ETUDES DES FACTEURS DE VARIATION DU RENDEMENT ET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE AU NIVEAU DES DISTILLERIES ARTISANALES

(Cas de la commune rurale d'Ambatoharanana, District de Fenerive-Est, Région Analanjirofo)

Par Rindra Rakotoasitera SANDRATRINIINA (sandratriniina@gmail.com; 0343740578)

encadré par le Professeur Panja RAMANOELINA et le Docteur Pascal DANTHU

FAMINTINANA

Ny kaominina Ambatoharanana dia ahitana toeram-panodinana ravin-jirofo nenti-paharazana, mihoatra ny zato eo ho eo. Ireo alambika 50 isa niasana dia nakana santionam-bokatra miisa 64. Amin'ny ankapobeny, ny fanodinana dia nahazoana taham-bokatra 2,39%. Ny fikirakirana ireo santiona ireo tamin'ny alalan'ny GC dia naneho singa efatra lehibe; faritan'ny eugénol (81,06%), β -caryophyllène (14,49%), oxyde de caryophyllène (1,59%) ary ny acétate d'eugényle (1,50%). Ireo no mirakitra ny 98,64% n'ny singa simika rehetra. Ny fanadihadiana tamin'ny alalan'ny ACP, AFD ary CAH dia manasokajy ireo alambika ireo ho telo karazana; mifototra amin'ny kalitao simikan'ny vokatra. Ny alambika sokajy voalohany dia namoaka taha ambony indrindra ho an'ny eugénol (83,70%) fa ambany indrindra kosa ho an'ireo singa hafa toy ny β -caryophyllène (12,67%), ny oxyde de caryophyllène (1,39%) ary acetate d'eugényle (1,21%). Ny tahan'ny singa simikan'ireo vokatra azo teo anivon'ny alambika sokajy faharoa dia manakaiky bebe kokoa ny salan'isa ankapobeny satria ny eugénol dia mahatratra 80,72%, ny β -caryophyllène dia 15%, ny oxyde de caryophyllène dia 1,63% ary ny acetate d'eugényle dia 1,31%. Ny alambika mitambatra ho sokajy fahatelo dia voamarik'ireo vokatra vitsy eugénol (77,22%) indrindra nefa manan-karena indrindra kosa amin'ny tahana β -caryophyllène (16,82%), oxyde de caryophyllène (1,85%) ary acetate d'eugényle (2,22%). Ny fanarahamaso tamina nahandro maro nifanesisesy natao tamina alambika vitsivitsy isaky ny sokajy dia nahafantarana fa ny tahan'ny singa simika dia tsy miankina manontolo amin'ny alambika irery ihany. Ny fanadihadiana ara-marika natao tamin'ny ACM dia nametra fa ny fahazoana vokatra betsaka sy manara-penitra dia tsy azo sarahana velively amin'ny fitambaramben'ny kalitaon'ny akora fototra, ny fitantanana ara-dalàna ny fanodinana ary ny hatsaran'ny fitaovana ampiasaina. Etsy andanin'izany dia tsapa tamin'ny kajy ara-ekonomika fa mahomby kokoa ny fanodinana ny ravin-jirofo eo anivon'ny fianakaviana noho ny eo amin'ny sehatra ara-indostria.

Teny mivoitra: *Syzygium aromaticum*, jirofo, menaka entona, alambika, fanodinana, taharo simika, vokatra, statistika.

RESUME

La commune rurale d'Ambatoharanana abrite plus d'une centaine d'alambics traditionnels, dédiés à la distillation des feuilles de giroflier. 64 échantillons d'essences ont pu être recueillis auprès de 50 alambics. Le rendement à l'extraction varie entre 1,75%-3,40% avec une moyenne de 2,39%. Les analyses chromatographiques ont permis d'identifier 4 composants majeurs dont l'eugénol (81,06%), le β -caryophyllène (14,49%), l'oxyde de caryophyllène (1,59%) et l'acétate d'eugényle (1,50%). Ils représentent en moyenne 98,64% de la composition chimique totale. Les analyses statistiques (ACP, AFD et CAH) énoncent trois types d'alambics correspondant à trois profils chimiques. Les alambics de type 1 ont produit des essences riches en eugénol (83,7%) mais déficientes en β -caryophyllène (12,6%), en oxyde de caryophyllène (1,39%) et en acétate d'eugényle (1,21%). Les essences issues des alambics de type 2 ont une composition chimique relativement proche de la moyenne générale, avec de l'eugénol à 80,72%, du β -caryophyllène à 15%, de l'oxyde de caryophyllène à 1,63% et de l'acétate d'eugényle à 1,31%. Les alambics de type 3 sont spécifiés par une teneur en eugénol de 77,22%, la plus basse de toutes les observations; mais des teneurs en β -caryophyllène (16,82%), en oxyde de caryophyllène (1,85%) et en acétate d'eugényle (2,22%) les plus hautes de toutes la population. Le suivi de plusieurs cuissons successives, sur quelques alambics de chaque type démontrent que la variation de la composition chimique ne peut pas être totalement imputée à l'alambic. Le traitement des différents paramètres par l'ACM a conclu que la composition chimique et le rendement sont les résultats d'une combinaison objective entre la matière première, la conduite de distillation et l'alambic. L'analyse économique indique en outre que la distillation des feuilles de giroflier n'est rentable qu'en économie familiale.

Mots clés : *Syzygium aromaticum*, girofliers, Huiles essentielles, Alambics, Distillations, Composition chimique, rendement, Statistique multidimensionnelle

ABSTRACT

In the district of Ambatoharanana, there are more than 100 plants specialized in the distillation of clove leaves. 64 samples were collected from 50 traditional stills. The extraction yield was 2.39%. Following to a gas chromatography analysis, four main chemical components could be depicted. Such as: eugenol (81.06%), β -caryophyllen (14.49%), caryophyllen oxide (1.59%) and eugenyle acetate (1.50%). They approximately represented 98.64% of whole chemical compounds. Statistical analysis (ACP, AFD, CAH)) stipuled that 3 types of stills corresponded to three chemical profiles. Thes first rich on eugenol (83.7%) but poor in β -caryophyllen (12.06%), caryophyllen oxide (1.39%) and eugenyl acetate (1.21%). The second was roughly equal to the general average: its eugenol was at 80.72%, β -caryophyllen at 15%, caryophyllen oxide at 1.63% and eugenyle acetate at 1.31%. The third presented only 77.22% of eugenol with a large quantity of β -caryophyllen (16.82%), eugenyle acetate (2.22%) and caryophyllen oxide (1.85%). While monitoring each process, it was crystal clear that there was no really link between chemical compounds and the type of stills. Thanks to ACM statistical analyses, it was concluded that productivity would rely on quality and the availability of input such as raw materials, equipements and distillation techniques. Unlike producers, families benefited more from that activity.

Keywords: *Syzygium aromaticum*, clove trees, essentials oils, Stills, Distillations, Chemical compounds, yield, multidimensionnal statistic

