

DIVISION DE TECHNOLOGIE AGRICOLE

L'ESSENCE de GIROFLE de MADAGASCAR

TECHNOLOGIE — DISTILLATION — EMBALLAGE

par

C. RAMALANJAONA

Maitre de recherches de l'ORSTOM

et

E. JOURDAN

Ingénieur Chimiste U.A.M.

INSTITUT DE RECHERCHES
AGRONOMIQUES A MADAGASCAR

DIVISION DE TECHNOLOGIE AGRICOLE

L'ESSENCE de GIROFLE de MADAGASCAR
TECHNOLOGIE - DISTILLATION - EMBALLAGE

par

G. RAMALANJAONA

Maître de Recherches de l'ORSTOM

et

E. JOURDAN

Ingénieur-Chimiste U.A.M.

TANANARIVE
1961

I N T R O D U C T I O N

L'essence de girofle est extraite de différents organes du giroflier, clous, griffes, feuilles et anthoelles. Madagascar ne traite presque exclusivement que les feuilles; c'est d'ailleurs le seul pays exportateur d'essence de feuilles. Ces dernières sont distillées dans des alambics qui appartiennent quelquefois aux planteurs; mais le plus souvent elles sont livrées à un distillateur qui n'est pas toujours lui-même propriétaire de l'alambic. Les modalités de ces locations sont également conditionnées par l'origine de la fourniture de la main d'oeuvre et du bois de chauffage, mais la location contre paiement en essence est de règle. Pour plus de précisions, ainsi que sur l'historique et la culture du giroflier, nous renvoyons le lecteur aux articles de LEDREUX, JOSSELIN et surtout de MAISTRE.

L'essence de feuilles de giroflier de Madagascar, que nous appellerons plus simplement pour plus de commodité l'essence de girofle, est exportée dans sa totalité; elle est donc soumise à la réglementation du Service de Contrôle du Conditionnement. L'essence doit, pour pouvoir être exportée, être exempte de tout produit étranger et répondre à certaines normes de qualité relatives à sa teneur en eugénol, sa densité, sa solubilité dans l'alcool et sa limpidité. Il s'avère que ces normes ne sont pas suffisantes car malgré l'application de ces prescriptions les importateurs se plaignent de la coloration par trop foncée et de la présence de boues à la réception.

La direction du Service du Conditionnement a donc été appelée à demander à son laboratoire puis au laboratoire de la Division de Technologie de l'I.R.A.M. d'étudier les raisons de cette coloration, de la présence de ces boues, et d'y trouver un remède.

Les résultats mentionnés ici constituent donc la synthèse des travaux effectués par les deux Laboratoires, qui se sont d'ailleurs trouvés, par la suite, placés sous la même direction.

Nous rappellerons ici que le principal intérêt de l'essence de girofle réside dans sa teneur en eugénol et que ce dernier est une des matières premières de la fabrication de l'isoeugénol et de la vanilline. Mais d'autres produits tels que l'essence de cannelle contiennent une forte proportion d'eugénol; et la vanilline est également préparée à partir du galacol. L'essence de girofle a donc des produits concurrents sur le marché mondial, et Madagascar se doit de fournir, en cette matière comme pour tous les produits exportés, une marchandise d'une qualité irréprochable, si elle désire non seulement accroître mais conserver ses débouchés.

Nous tenons à remercier les diverses personnalités et organismes qui ont bien voulu faciliter notre tâche. Nous citerons M. H. BERARD Chef du Service de Contrôle du Conditionnement à Madagascar, M. BERNARD et M. Jh. RALAIVAO, respectivement Inspecteur et Contrôleur du Conditionnement à Tamatave, M. le Préfet et M. le Sous-Préfet de Fénérive, la délégation régionale de l'Agriculture à Fénérive, M. R.V. CHARLEMAGNE, exportateur d'essence de girofle à Fénérive, le Syndicat des agriculteurs, éleveurs et forestiers du district de Fénérive et son secrétaire, la mission catholique, en nous excusant de ne pouvoir les citer tous.

Tananarive, le 7 Décembre 1961

G. RAMALANJAONA

Maître de Recherches de l'O.R.S.T.O.M.
Directeur de la Division de Technologie
Agricole de l'I.R.A.M.

P L A N D E L ' E T U D E

Avant d'entrer dans ^{le}vif du sujet, nous donnerons un aperçu économique relatif à la production et au prix de revient de l'essence.

Nous étudierons ensuite la pratique actuelle de la distillation en consacrant un chapitre aux matières premières, un second au matériel utilisé et un troisième à la conduite de la distillation.

Nous pourrons alors en faire la critique aux points de vue matériel, qualité et rendement de l'essence obtenue.

Nous traiterons enfin du stockage et de l'emballage et essayerons de tirer une conclusion.

I

A P E R C U E C O N O M I Q U E

MADAGASCAR

Régions productrices d'essence de Girofle (hachurées)



A.- REGIONS PRODUCTRICES

Le girofliee pousse tout le long de la c4te Est de Madagascar, depuis Voh4mar jusqu'4 Fort Dauphin, avec des zones de plus ou moins grande concentration.

Les surfaces cultiv4es se sont 4lev4es, au cours des dix derni4res ann4es, aux valeurs suivantes exprim4es en hectares*:

| | | |
|------|-------|--------|
| 1950 | | 21.702 |
| 1951 | | 22.075 |
| 1952 | | 22.510 |
| 1953 | | 24.000 |
| 1954 | | 36.110 |
| 1955 | | 34.011 |
| 1956 | | 33.396 |
| 1957 | | 29.520 |
| 1958 | | 31.008 |
| 1959 | | 29.664 |

La province de Tamatave, et plus particuli4rement les districts de F4n4rive et de Vavatenina, est le plus grand centre de culture avec un total de 27.035ha en 1959 et de 27.797 ha en 1960 r4partis ainsi*:

| <u>Districts</u> | <u>Superficie en hectares</u> | |
|--------------------|-------------------------------|-------------|
| | <u>1959</u> | <u>1960</u> |
| Maroantsetra | 2.600 | 2.655 |
| Mananara | 4.500 | 4.502 |
| F4n4rive | 10.980 | 10.980 |
| Vavatenina | 7.320 | 7.500 |
| Sainte-Marie | 200 | 200 |
| Tamatave | 650 | 650 |
| Vatomandry | 225 | 750 |
| Mahanoro | 150 | 150 |
| Brickaville | 410 | 410 |

.../..

* Chiffres donn4s par le Service de l'Agriculture.

Les régions productrices d'essence de feuilles sont cependant beaucoup plus restreintes (Voir carte). La principale zone de production actuelle va de Mahambo à Ampasimbe sur la côte en passant par Sahatavy et Vohipeno à l'intérieur.

La production de la région Soanierana Ivongo - Manompana est plus faible depuis les cyclones de 1956 et de 1959, mais est en nette reprise.

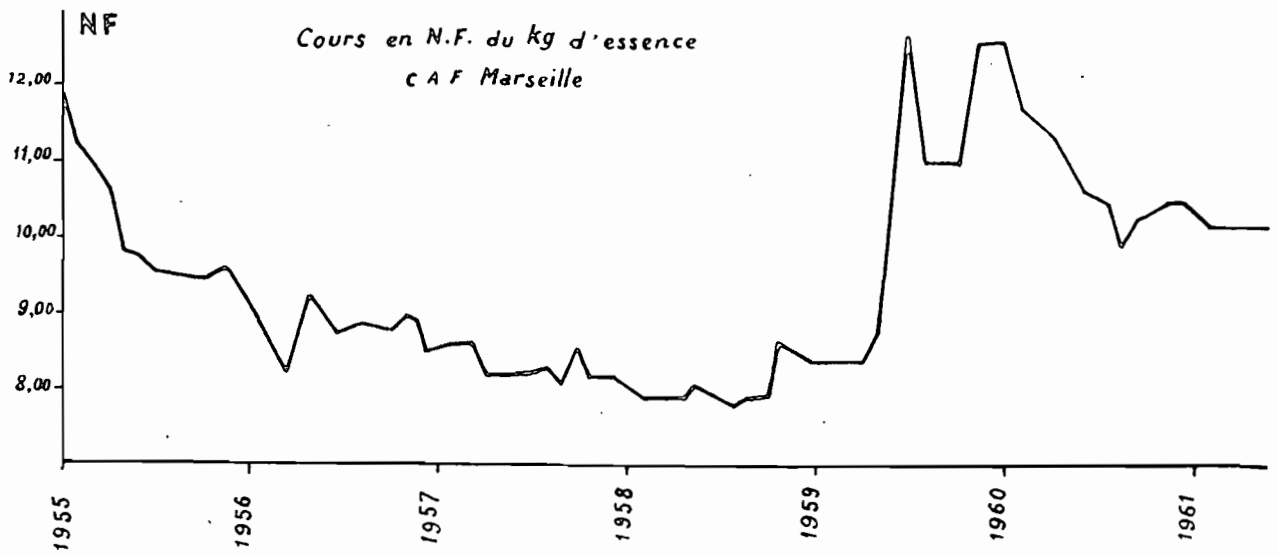
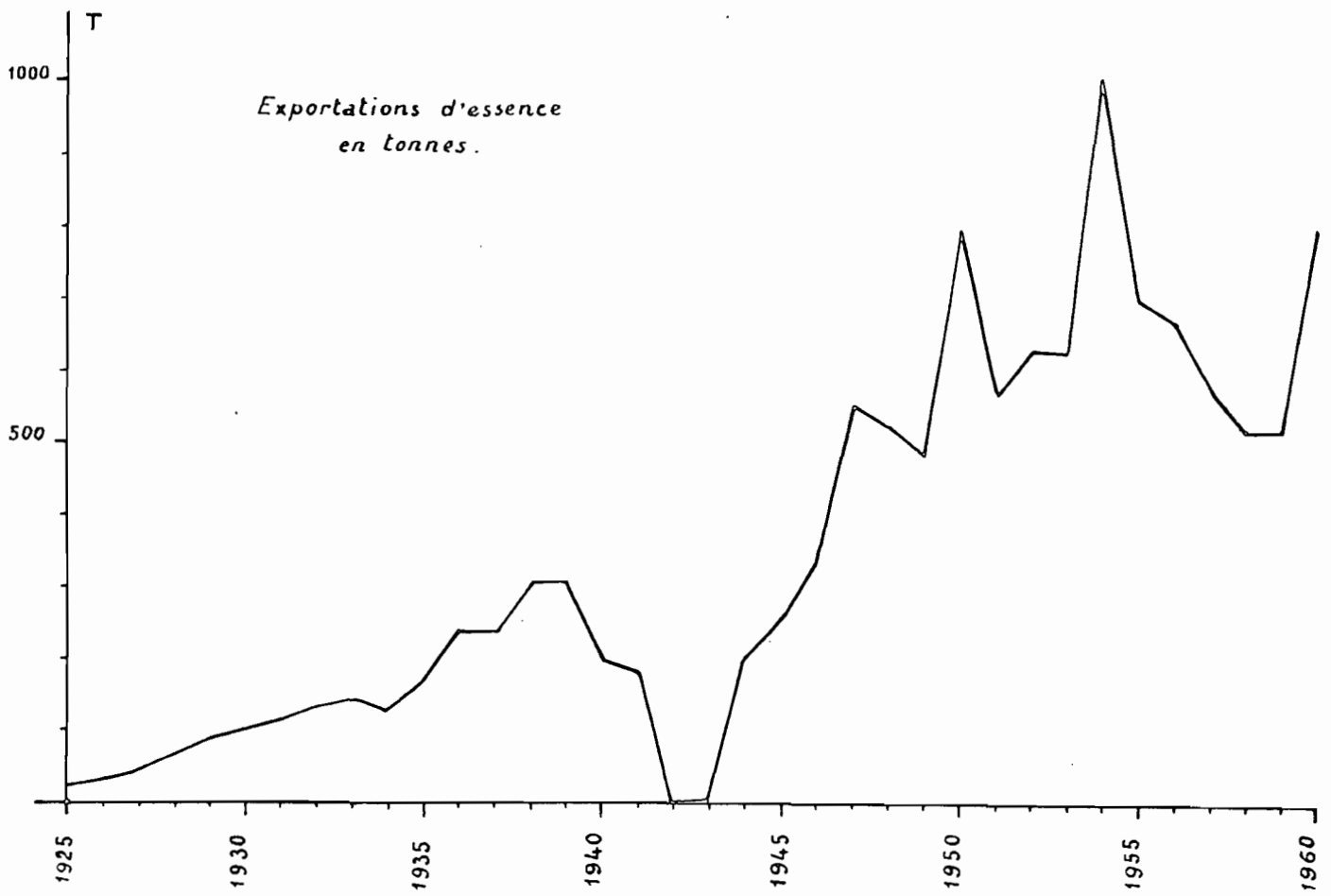
Dans l'île de Sainte-Marie, la production, réduite également après les cyclones, reprend aussi.

A Mananara et à Rantabe, la production est actuellement arrêtée, toujours à la suite des cyclones, mais nous pensons que cet arrêt n'est que provisoire, aussi avons-nous noté ces régions sur la carte.

Dans la province de Fianarantsoa, la distillation des feuilles de giroflier se pratique à une petite échelle dans la région de Mananjary.

B.-- P R O D U C T I O N

Dans son étude sur le giroflier à Madagascar et Zanzibar, J. MAISTRE a dressé un tableau et tracé les courbes de la production d'essence dans ces 2 pays, ainsi que la courbe du cours au Kg CAF Marseille. Nous reprenons ce tableau et ces courbes en les mettant à jour car elles s'arrêtent à l'année 1954.



EXPORTATIONS ANNUELLES DE MADAGASCAR ET COURS
DE L'ESSENCE DE GIROFLE

| Année | Exportations (en tonnes) | Cours, en N.F., du Kg C.A.F. Marseille | | |
|-----------------|-----------------------------|--|---------|---------------------|
| | | Minimum | Maximum | Moyenne annuelle |
| 1950 | 793 | 8,15 | 12,50 | 9,19 |
| 1951 | 564 | 12,50 | 19,00 | 15,67 |
| 1952 | 628 | 9,50 | 15,25 | 12,43 |
| 1953 | 627 | 8,20 | 10,00 | 8,78 |
| 1954 | 1001 | 9,70 | 12,80 | 11,08 |
| 1955 | 693 | 9,15 | 11,90 | 10,63 |
| 1956 | 659 | 8,20 | 9,25 | 8,73 |
| 1957 | 566 | 8,00 | 8,75 | 8,28 |
| 1958 | 515 | 7,80 | 8,65 | 8,06 |
| 1959 | 517 | 8,40 | 12,75 | 10,57 |
| 1960 | 780 | 9,90 | 11,65 | 10,70 |
| 1961 (4mois) | - | 10,20 | 10,25 | 10,24 |

Après l'accroissement considérable et régulier de la production des premières années, il semble qu'un palier ait été atteint depuis 1950, palier assez irrégulier il est vrai, fonction des circonstances climatologiques et des cours, oscillant autour de la moyenne de ces 11 dernières années, soit 667 tonnes.

Les cours sont très variables et font l'objet de spéculations. Madagascar, seul pays producteur d'essence de feuilles, ne peut malheureusement pas imposer son prix de vente. L'essence de girofle est en effet également produite à partir des griffes et des clous, non seulement à Zanzibar, mais dans les pays importateurs de ces produits.

D'autre part, l'utilisation de l'essence de girofle dans la préparation de la vanilline synthétique, son principal débouché, se heurte à la concurrence de l'essence de feuilles de cannelle - 70 à 95 % d'eugénol,- et à celle du gaiacol qui permet aussi la préparation de la vanilline artificielle.

Le cours de l'essence de girofle de Madagascar est donc établi d'après la loi de l'offre et de la demande non seulement de ce produit, mais aussi d'autres matières premières et produits fabriqués.

Les principaux pays acheteurs sont la France, les Etats-Unis d'Amérique, le Japon, l'Allemagne, l'Australie. La Hollande, la Suède et la Belgique n'importent que de faibles quantités.

Il pourrait sembler, à la lecture de ce qui précède, que l'essence de girofle sert exclusivement à la fabrication de la vanilline. C'est effectivement son principal débouché, avec la fabrication des produits intermédiaires : eugénol et isoeugénol. Mais l'essence de girofle est également utilisée en parfumerie, savonnerie, produits dentifrices et confiserie. Chacun sait qu'elle sert d'antiseptique en dentisterie, mais ce débouché est dérisoire.

C.- PRIX DE REVIENT DE L'ESSENCE

Le prix des feuilles, dans leur état d'humidité voisin de 50% et contenant la proportion normale de branchettes, est de 4 frs le kg. Celui du bois de chauffage dépend de la distance entre le lieu de coupe et celui de la distillation, nous l'estimerons à 300 frs pour une chauffe de 24 heures.

La location de l'alambic, qui comprend son amortissement, est payée en nature à raison de 2 kg d'essence pour une distillation de 24 heures, et de 3 kg pour une distillation de 48 h.

.../...

1) Distillation de 24 heures.

La charge de la cucurbite est de l'ordre de 350kg et le rendement, à raison de 2%, est de 7kg d'essence

| | |
|--|-----------|
| 350 kg de feuilles à 4 frs | 1.400.- |
| Bois de chauffage | 300.- |
| Surveillance pendant 24h. | 300.- |
| Location alambic (2kg essence à 400 frs) | 800.- |
| | <hr/> |
| | 2.800 frs |

$$\text{Prix de revient} = \frac{2.800}{7} = 400 \text{ Frs CFA.}$$

2) Distillation de 48 heures.

Dans ce cas, il est procédé de la façon suivante :

Après une première distillation de 24h. d'environ 350kg de feuilles, la cucurbite est vidée d'une grande partie de son chargement, environ 250kg, et on remplace ces feuilles épuisées par des feuilles fraîches. Pendant l'opération, le chauffage n'a été que ralenti, la cucurbite et l'eau qu'elle contient restent chaudes, la reprise de la distillation est très rapide. Elle se poursuit pendant encore 24 heures.

L'économie du bois de chauffage pouvant être considérée dans ces conditions, comme négligeable, nous obtenons le prix de revient suivant :

| | |
|--|-----------|
| 600 kg de feuilles à 4 frs | 2.400.- |
| Bois de chauffage pendant 48h. | 600.- |
| Surveillance pendant 48h. | 600.- |
| Location alambic (3kg à 400 frs) | 1.200.- |
| | <hr/> |
| | 4.800 frs |

Rendement : 600 kg à 2% = 12 kg

$$\text{Prix de revient} \dots\dots\dots \frac{4.800}{12} = 400 \text{ frs CFA}$$

Les 2 systèmes de distillation aboutissent au même prix de revient.

La location de l'alambic et sa surveillance représentent des frais généraux que l'on ne peut réduire. La récente augmentation de la patente inciterait plutôt à une élévation de ces frais généraux. Il n'est donc possible de jouer, pour diminuer le prix de revient, que sur 2 éléments : le combustible et le rendement.

Nous traiterons le problème du rendement en essence dans un autre chapitre.

En ce qui concerne le combustible, nous avons pu peser, parmi les sondages que nous avons faits chez les producteurs, les quantités de bois mises en oeuvre pour une distillation de 24 heures.

T A B L E A U I

| Nom du propriétaire: | Nature de l'alambic | Poids d'essence obtenue en kg | Poids de bois mis en oeuvre en kg | Rapport $\frac{\text{bois}}{\text{essence}}$ |
|----------------------|------------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------|--|
| M.M. | | | | |
| RASANDY Pierre ... | Cucurbite Cuivre Condenseur " | 7,0 | 864 | 123,4 |
| - id - | - id " | 6,7 | 916 | 136,7 |
| - id - | - id " | 7,0 | 938 | 119,7 |
| JULES ANTOINE | Cucurbite Fer Condenseur Cuivre | 6,0 | 1.343 | 222,1 |
| PARFAIT IMBOLY | Cucurbite Fer Condenseur Fer | 7,0 | 1.033 | 144,1 |

Nous n'avons pas mentionné, dans ce tableau, le cas de M.M. CHETAIL - de CANONVILLE qui ont consommé, lors de notre passage, 869kg de bois pour obtenir 3,5kg d'essence. L'alambic qu'ils utilisent a une capacité moitié moindre de ceux des propriétaires cités.

La déperdition calorifique est supérieure et les résultats ne peuvent être comparés. Cependant une telle consommation est prohibitive et ces producteurs doivent rechercher les moyens de la réduire: calorifugeage, aménagement du foyer, de la cheminée, etc...

Les producteurs cités peuvent, eux aussi, chercher à réduire leur consommation de bois en utilisant les mêmes moyens, mais un autre facteur qui ressort des chiffres ci-dessus, est la nature de l'alambic, et plus particulièrement de la cucurbite. La conductibilité calorifique du cuivre étant supérieure à celle du fer, la cucurbite en cuivre permet une mise en ébullition plus rapide et une consommation de bois nettement inférieure.-

II

P R A T I Q U E A C T U E L L E
D E L A D I S T I L L A T I O N

A.- LES MATIERES PREMIERES.

Il y en a 3 : l'eau, le combustible et les feuilles de giroflier. Passons rapidement sur les 2 premières :

L'eau est nécessaire dans la cucurbitte et dans le réfrigérant. La qualité de l'eau n'a aucune importance à condition toutefois qu'elle soit suffisamment limpide : la quantité de sels dissous dans une eau naturelle variant dans d'étroites limites, la température d'ébullition de l'eau de la cucurbitte n'en sera pratiquement pas influencée. Une grande quantité d'eau est par contre nécessaire à la réfrigération. C'est la présence d'un ruisseau ou d'une source abondante qui conditionne d'ailleurs l'emplacement de l'alambic dans la zone à girofliers. En période de sécheresse, comme au début de l'année 1961, de nombreux alambics ne peuvent fonctionner en raison de l'insuffisance d'eau de réfrigération.

Le chauffage de l'alambic est assuré, nous l'avons dit, par la combustion du bois. Ce dernier est transporté le plus souvent à dos d'homme de la forêt proche. Il s'agit de branches entières d'une quinzaine de centimètres environ de diamètre et d'une longueur de 2 à 4 mètres. Ces branches ne sont pas coupées : on les enfonce dans le foyer au fur et à mesure de leur combustion.

Les feuilles de giroflier. Ce sont en réalité des rameaux comprenant plus ou moins de branchettes. Un ouvrier grimpe dans l'arbre et coupe des branchages de la cime à l'aide d'un coupe-coupe. La hauteur de cet écimage est variable, et son influence sur la santé du giroflier est d'autant plus grande que les prélèvements de feuilles ont été importants.

Les rameaux sont assemblés en fagots d'une vingtaine de kg. . . en moyenne, ce poids variant de 10 à 25 kg selon la force de celui qui le transportera et la distance à parcourir. Les fagots sont amenés à proximité de l'alambic, disposés sur une aire découverte, et attendent là leur tour d'être distillés ou que soient réunies les autres conditions nécessaires à la distillation : bois, main d'oeuvre, etc...

Les feuilles sont de la sorte exposées au soleil et à la pluie, et il est évident qu'une telle façon de procéder est préjudiciable à leur qualité. En effet indépendamment des fermentations possibles, l'action de la chaleur solaire et de l'eau a tendance à produire une véritable distillation de l'essence par entraînement à la vapeur, phénomène qui ne saurait être qu'accentué après chaque pluie.

La perte en essence peut être importante. Nous avons distillé des feuilles ramassées au pied des arbres, elles avaient donc subi, depuis un temps indéterminé, l'action du soleil et de la pluie. Ainsi que le montre le tableau II, ces feuilles ont perdu près des $2/3$ de leur essence et la qualité de l'essence résiduelle est tout juste acceptable.

T A B L E A U - II

| Produit distillé | Humidité | Appareil distilla- toire | Essence | | d_4^{20} | n_D^{20} | α_D^{20} | Eugénol % * | Solubilité dans l'alcool à 70° G.L. et à 20°C. |
|--|----------|--------------------------------|---------------------------|-----------------------|------------|------------|-----------------|----------------|---|
| | | | % matière naturelle | % matière sèche | | | | | |
| Feuilles récoltées sur l'arbre (sans branchettes) | 51,0 | alambic en verre | 3,16 | 6,45 | 1,055 | 1,5333 | -1°,18 | 90,0 | 0,93 |
| Feuilles ramassées au pied de l'arbre (sans branchettes) | 13,0 | alambic en verre | 2,30 | 2,65 | 1,047 | 1,5336 | - | 82,0 | 1,10 |

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

Deux échantillons de feuilles, l'un séché à l'ombre, l'autre provenant d'un fagot exposé au soleil pendant 4 jours (sans pluie), distillés tous deux par barbottage de vapeur dans un alambic en verre, ont donné des rendements semblables; ils sont mentionnés ci-après au tableau III.

T A B L E A U - III

| 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 |

La légère différence des rendements - il s'agit de ceux rapportés à 100 de matière sèche, seuls chiffres comparables - peut traduire l'hétérogénéité des deux échantillons : plus ou moins grande proportion de jeunes feuilles.

Il était cependant visible que le fagot exposé au soleil était sec extérieurement et très humide à l'intérieur : des gouttelettes avaient transpiré. D'autre part, la température du centre était plus élevée et la teinte verte avait disparu, traduisant un début de fermentation.

Si les rendements sont similaires, on peut l'expliquer soit dans l'insuffisance de la masse - nous avons prélevé un fagot de 10 $\frac{1}{2}$ le plus petit - qui ne permettrait pas une élévation suffisante

PLANCHE I

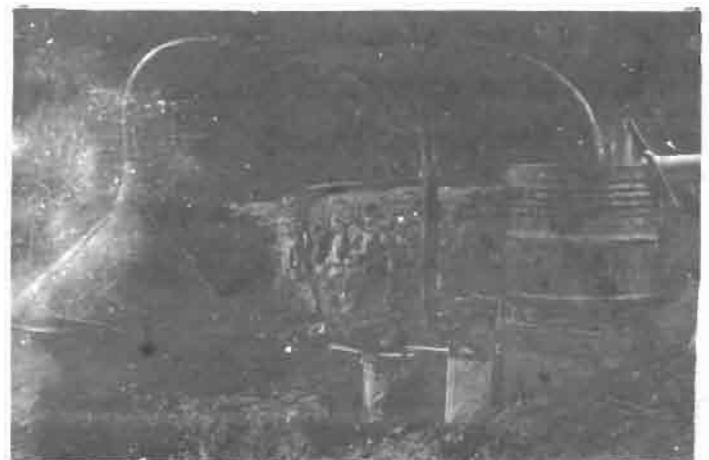


Ci-contre : Plantation de girofliers
On distingue un coupeur dans
l'arbre du premier plan .

Ci-dessus : Fagots et leur transport



Ci-dessus : un abri de distillation
avec, ci-contre, son alambic
en fonctionnement .



te de la température, soit dans la durée trop courte de la fermentation qui n'a affecté que les tissus de la feuille.

Nous avons reçu des échantillons de clous et d'anthofles plus ou moins moisissés, et les rendements en essence se sont avérés très variables suivant le degré de moisissure.

Nous reprendrons ultérieurement l'étude de l'influence de la moisissure sur les rendements en essence des feuilles, clous, griffes et anthofles; des considérations matérielles nous empêchent actuellement de disposer des échantillons nécessaires.

Il est facile de remédier aux inconvénients dus à l'exposition aux intempéries. Il suffit de placer les fagots sous l'aire couverte qui protège l'alambic, en l'agrandissant au besoin. Pour éviter la fermentation, il sera nécessaire de défaire les fagots ou de ne pas les stocker trop longtemps.

Les rameaux sont constitués par des feuilles et des branchettes; mais les clous n'étant pas toujours cueillis dans leur totalité, on trouve également, selon la saison et le soin apporté à leur récolte, des clous et des griffes, et aussi des anthofles. Leur présence en plus ou moins grande quantité influencera le rendement et la qualité de l'essence.

Les rendements en essence de ces divers produits sont consignés dans le tableau IV ci-après :

T A B L E A U - IV

| Produit distillé | Humidité % | Essence | | d ₄ ²⁰ | Solubilité dans l'al- cool à 70°GL et à 20°C | Eugénol % |
|------------------|---------------|----------------------|------------------|------------------------------|---|--------------|
| | | Matière naturelle | Matière sèche | | | |
| Clous | 11,1 | 17,50 | 19,69 | 1,056 | 1,17 | 92,0 |
| Griffes | 12,5 | 6,48 | 7,40 | 1,055 | 1,00 | 90,0 |
| Anthofles | 79,0 | 1,95 | 9,28 | 1,063 | 1,16 | 93,0 |

La proportion de branchettes varie aussi. Elle est fonction de l'ouvrier chargé de la coupe. Nous en avons déterminé le pourcentage dans quelques fagots et avons trouvé :

| | | |
|----------------------|------|------------------|
| fagot n° 1 | 31,4 | % de branchettes |
| " n° 2 | 36,9 | " |
| " n° 3 et n° 4 | 33,3 | " |

Nous pouvons dire, grosso modo, qu'il y a environ un tiers de branchettes et 2/3 de feuilles dans un fagot.

Ces branchettes, contrairement à une opinion généralement répandue, contiennent de l'essence, et cette essence a une teneur très élevée en eugénol. Leur distillation dans un alambic en verre a fourni en effet :

| | |
|---|--------|
| Humidité % | 11,5 |
| Essence % matière naturelle | 0,96 |
| Essence % matière sèche | 1,08 |
| Essence : Densité d ₄ ²⁰ | 1,066 |
| Indice de réfraction n _D ²⁰ | 1,5359 |
| Pouvoir rotatoire (α) _D ²⁰ | - 0°80 |
| Solubilité dans l'alcool ... | 0,88 |
| Eugénol % | 96,5 |

Les feuilles elles-mêmes peuvent être scindées en 2 catégories d'après leur âge : les jeunes feuilles, celles dont la teinte est rosée ou vert pâle, et les autres feuilles que nous appellerons feuilles âgées de couleur vert sombre.

Selon la longueur du rameau, la proportion de ces catégories de feuilles diffère. Nous n'en avons pas fait le tri, mais un calcul simple à partir du rendement de chaque catégorie et du mélange, tel qu'il est donné dans le tableau ci-dessous, donne comme résultat, sur notre échantillon :

Pourcentage de jeunes feuilles 26,7
 Pourcentage de feuilles âgées 73,3

L'importance de la proportion de ces 2 catégories de feuilles dans la distillation est primordiale. Les rendements en essence sont très différents comme le montrent les résultats du tableau V obtenus après distillation dans un alambic en verre.

T A B L E A U - V

| Produit distillé | Humidité % | Essence % M.N. : M.S. | d_{4}^{20} | n_D^{20} | α_D^{20} | Eugénol % | Solubilité |
|-------------------------------|------------|--------------------------|--------------|------------|-----------------|-----------|------------|
| Jeunes feuilles | 50 | 4,39 : 8,78 | 1,049 | 1,5292 | -1,18 | 86,0 | 0,96 |
| Feuilles âgées. | 52 | 2,68 : 5,60 | 1,060 | 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 |

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. Cependant, si on exprime le rendement de la distillation en eugénol, on obtient :

$$\text{Jeunes feuilles: } \frac{8,78 \times 86}{100} = 7,55$$

$$\text{Feuilles âgées : } \frac{5,60 \times 92}{100} = 5,15$$

La supériorité du rendement des jeunes feuilles sur les vieilles est encore considérable.

Influence des arbres.

Nous extrayons d'un rapport fait par M. LEDREUX, directeur de la Station Agricole de l'Ivoloina, en 1935.

"Nous avons recherché si, pour les girofliers, certains étaient plus riches en essence, dans le but de sélectionner les arbres pour la distillation. Voici les résultats obtenus : Distillation de 1 kg de feuilles vertes jusqu'à ce que le volume des petites eaux recueillies soit de 8 litres :

| | <u>Distillation</u> <u>du 1/3/1935</u> | <u>Distillation</u> <u>du 2/7/1935</u> |
|------------------|---|---|
| Arbre n° 1 | 14 cc * | 14 cc |
| "- 2 | 15 " | 13 " |
| "- 3 | 16 " | 14 " |
| "- 4 | 13 " | 13 " |
| "- 5 | 14 " | 14 " |
| "- 6 | 15 " | 13 " |
| "- 7 | 15 " | 12 " |
| "- 8 | 14 " | 14 " |
| "- 9 | 13 " | 13 " |
| "- 10 | 14 " | 10 " |

"Cet essai sera continué, mais jusqu'ici, il semble qu'il existe peu de différence entre les arbres."

Nous n'avons malheureusement pas retrouvé trace de la suite de ces essais.

.../..

* Les chiffres indiquent certainement un volume d'essence.

Il apparaît cependant, à l'examen des résultats ci-dessus, que les rendements sont extrêmement faibles: 1,4 % en volume en moyenne. L'auteur n'indique pas la proportion de branchettes ni la teneur en humidité. En admettant que les "feuilles vertes" contiennent 50% d'humidité, le rendement ne serait encore que de 2,8% , en volume, sur matière sèche.

Il semble que M. LEDREUX, qui ne disposait pas d'un laboratoire de chimie, n'ait pas extrait à l'éther la totalité du distillat et n'ait pu, de ce fait, mesurer quantitativement l'essence extraite. Il l'a mesurée volumétriquement, et des particules ont dû adhérer aux parois du récipient de 8 litres ou de l'alambic, en particulier du condenseur.

Cette recherche, qui paraît avoir été abandonnée, de variété d'arbres dont les feuilles seraient plus riches en essence, est à reprendre.

Nous pouvons conclure ce chapitre consacré aux matières premières et plus précisément aux rameaux du giroflier en insistant sur la sérieuse augmentation de rendement qui en résulterait si n'étaient distillés que des rameaux terminaux relativement courts, obtenus par de légers et fréquents émondages. La comparaison avec la taille d'une haie vient à l'esprit si le giroflier peut supporter un tel traitement. Il appartient aux Services agricoles compétents de se prononcer sur cette question. Le matériel végétal à distiller serait dans ces conditions composé d'un pourcentage élevé de jeunes feuilles et d'une très faible proportion de brindilles. Naturellement, la vocation de ces girofliers serait essentiellement la distillation des feuilles, il ne saurait être question de récolte de clous.

Dans l'état actuel des choses, le distillateur qui achète des feuilles ou plutôt des fagots, à raison de 4 frs le kg, a le plus grand intérêt à choisir des fagots séchés à l'ombre, contenant le moins d'humidité, de branchettes et de vieilles feuilles possible.

B.- M A T E R I E L

La distillation des feuilles de giroflier se pratique à Madagascar depuis 1911. L'évolution du matériel utilisé ne s'est malheureusement pas faite dans le sens d'une amélioration.

Les premiers alambics étaient des alambics d'importation en cuivre, souvent chauffés à la vapeur. Presque tous étaient fabriqués par les Ets.DEROY de Paris, et avaient une capacité utile de 1.500 litres. Leur prix élevé en limitait l'achat à quelques Sociétés et gros producteurs. L'essence, préalablement décantée et filtrée, était livrée claire et limpide, logée en fûts étamés et même en dame-jeannes de verre.

Par la suite, quelques artisans chaudronniers se sont installés et ont fabriqué sur place des alambics. Ils se sont inspirés des appareils introduits et y ont apporté d'importantes modifications dans le sens de la simplification.

C'est ainsi que le chauffage à la vapeur et le dispositif de vidange par basculement ont été supprimés, que le double joint hydraulique du chapiteau a été ramené à un, que les dispositifs de jonction étanche entre le col de cygne et, d'une part le chapiteau, d'autre part le condenseur, ont également été supprimés et remplacés par un simple emboîtement.

L'ensemble de l'alambic restait malgré tout en cuivre. Son prix devenait à la portée d'un grand nombre d'intéressés et c'est ainsi que les alambics ont pu se multiplier, ce qui a contribué à l'augmentation de la production d'essence. La concurrence est devenue telle que les grosses installations ont dû fermer et céder le pas aux nombreuses installations artisanales.

Pendant la 2^e guerre mondiale, les feuilles de cuivre ont fait défaut à Madagascar et les chaudronniers se sont tournés vers la tôle de fer, soit neuve, soit récupérée dans des fûts vides. On n'avait pas le choix, aussi le Service de Contrôle du Conditionnement avait admis

cet état de fait qui subsiste encore, Le prix de ces alambics en fer étant bien inférieur à celui des alambics en cuivre, leur nombre n'a fait que s'accroître. Le Syndicat des agriculteurs, éleveurs et forestiers du district de Fénériver-Est nous a communiqué le nombre des alambics distillant les feuilles de giroflie dans les régions de Fénériver-Est, Vavatenina et de Soanierana Ivongo pendant l'année 1951.

| | |
|-------------------|-----|
| Fénériver | 100 |
| Mahambo | 4 |
| Vohilengo | 66 |
| Ampasina | 126 |
| Vohipeno | 87 |
| Ampasimbe | 120 |
| Vavatenina | 4 |
| Saranambana | 21 |
| Soanierana Ivongo | 135 |
| Sahatavy | 4 |
| Ambodiampana | 61 |
| Antenina | 1 |
| Manompana | 28 |
| T o t a l | 757 |

Cette énumération montre que l'on trouve des alambics autour de chaque village et qu'il y en a beaucoup. De nombreuses agglomérations ne sont pas mentionnées et tous les alambics ne sont certainement pas déclarés. On peut raisonnablement penser que le nombre total des alambics atteint, et même dépasse 1.000.

Les alambics en service sont constitués de 4 parties séparées: la cucurbite, son chapiteau, le col de cygne et le condenseur.

Cucurbite. Les 2/3 environ sont en fer, et seulement 1/3 d'entre elles est en cuivre. C'est une cuve cylindrique de 125cm de diamètre et de 140cm de hauteur totale. A 10cm de l'ouverture s'amorce une gouttière en V destinée à former joint hydraulique avec le chapiteau. Le fond est pratiquement plat, quelquefois croisilloné de cornières en fer. Les assemblages sont réalisés à l'aide de rivets.

La capacité d'une telle cucurbite est de 1720 litres, soit 1550 litres environ de capacité utile.

Dans la cucurbite débouche latéralement un tuyau en cuivre coudé, en forme de siphon, surmonté d'un entonnoir également en cuivre permettant de coher les eaux-mères sortant de l'essencier.

Dans le fond de la cucurbite est placée une plaque perforée ou grille, presque toujours en fer.

La cucurbite est noyée dans le sol; seuls émergent une vingtaine de centimètres. Elle repose sur des cornières en fer. Pour l'installer, on choisit un terrain en pente que l'on taille sur une hauteur de 1,80m environ de façon à former 2 terrasses. On place la cucurbite dont le fond doit se trouver à 55cm environ au-dessus de la terrasse inférieure, cet espace étant destiné au foyer, et on remet de la terre ou on maçonne tout autour de la cucurbite.

Dans le fond du foyer, un trou dans la terre se prolonge jusqu'à la terrasse supérieure et permet l'évacuation des fumées.

Chapiteau. Il est du même métal que la cucurbite, c'est-à-dire généralement en fer, plus rarement en cuivre. Les chaudronniers de Fénéry le construisent tronconique, ce qui permet de disposer d'une chambre de vapeur, mais on en rencontre également de forme légèrement convexe, presque plate.

Dans les 2 cas, une partie verticale d'une dizaine de centimètres vient se loger dans la gouttière en V de la cucurbite. L'orifice supérieur du chapiteau est légèrement évasé de façon à ce que le tuyau de \varnothing 70mm du col de cygne vienne s'y emboîter.

L'étanchéité avec le col de cygne est donc toute relative; elle est cependant assurée par bourrage dans les interstices et enveloppement de chiffons, fibres de bananier, ravinala ou autres fibres de végétaux.

Le chapiteau est muni de 4 poignées pour sa manutention. Ceux de forme tronconique ont une hauteur totale de 1 m.

PLANCHE II



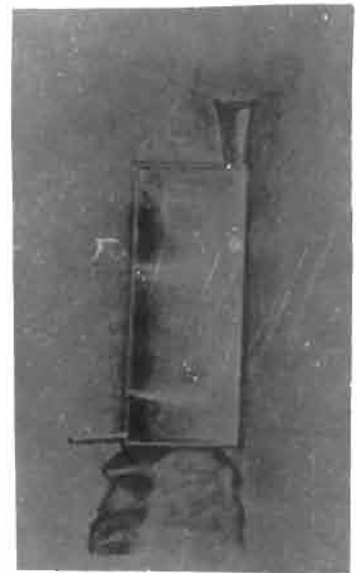
2 Essenciers "daba" - en série
Remarquer le joint à la sortie
du réfrigérant



Cucurbite en service
et son foyer



Filtre en toile



Condenseur-dit serpentins-
isolé de son réfrigérant.
Les traces de soudure montrent
l'emplacement des disques
intérieurs.

Col de cygne. C'est un tuyau reliant le chapiteau au condenseur. Il est en cuivre : nous n'en avons pas rencontré un seul qui soit en fer. Son diamètre est de 70mm. Il est en forme de U très évasé et la longueur des branches est fonction de la hauteur du condenseur, laquelle dépend de la possibilité d'alimentation en eau. La branche du col de cygne qui se raccorde au chapiteau a une longueur de 70cm environ, la branche horizontale 230 et celle qui se raccorde au condenseur une vingtaine de centimètres. C'est la longueur de cette dernière qui est variable, sous la dépendance du niveau d'arrivée d'eau au condenseur. La jonction et l'étanchéité avec celui-ci est du même type que la jonction avec le chapiteau.

Condenseur. - On l'appelle à Madagascar serpentín, même s'il n'est pas de ce type. Presque toujours en cuivre, il est généralement constitué par un anneau cylindrique de 32 cm de diamètre extérieur et de 15cm de diamètre intérieur. Sa hauteur est de 75cm. Il est muni à l'intérieur de 3 plaques annulaires horizontales, dont la répartition assure 4 chambres de détente (voir planche II). Ces plaques laissent un jeu de 2mm avec chaque paroi, sauf en leurs points de fixation. Elles forment obstacle au passage direct de la vapeur et de l'essence entraînées. La vapeur se détend dans chaque compartiment après être passée par les interstices laissés contre les parois.

Le condenseur est plongé dans une bache en fer faisant fonction de réfrigérant.

La bache est tout simplement constituée par un fût de 200 litres dont un fond a été enlevé. Un tronçon de bambou évidé plonge dans le fût et permet d'amener au fond l'eau de réfrigération. Le fût est percé dans sa partie supérieure d'un trou de \varnothing 50mm environ auquel est adapté un bambou pour l'évacuation de l'eau tiède. La circulation de l'eau et la réfrigération sont donc méthodiques.

A la base du condenseur, un tuyau de cuivre évacue l'eau et l'essence condensées. Le tuyau n'est pas soudé au fût, et si cela permet de retirer assez facilement le condenseur de son enceinte, il se

produit parfois des fuites car le joint est là aussi du type "local" indiqué plus haut. Mais il ne s'agit que de fuites d'eau et l'avantage de pouvoir démonter prime ce petit inconvénient.

L'essencier est un accessoire de l'alambic, il permet la séparation de l'essence et des eaux-mères par décantation. L'essence de girofle étant plus dense que l'eau, celle-ci reste à la partie supérieure et sort de l'essencier par une tubulure latérale.

L'essencier utilisé dans le département de Fénérive-Est est tout simplement constitué par un "daba" ou bidon de 18^{l.}, en fer étamé, ayant contenu du pétrole, et muni d'une surverse en bambou évidé. Les eaux-mères sortant de ce tronçon de bambou retournent à la cucurbite par la tuyauterie de cohobage.

Le prix des alambics est essentiellement variable selon le fabricant et la nature du matériel proposé.

La Société des anciens Ets.DEROY, à Paris propose un alambic de 1600 litres en cuivre rouge, chapiteau double joint, à basculement sur fourneau, y compris fourneau, condenseur en cuivre rouge étamé, et accessoires, pour un prix départ de 22.020 NF, soit plus de 1.100.000 frs CFA.

Les Ets CIMELTA, à Tananarive ou à Tamatave, seraient susceptibles de construire des alambics de 1600 litres, du type de ceux actuellement en service dans la région de Fénérive, pour un prix de 200.000 frs CFA pour un alambic tout en cuivre, et pour 230.000 frs CFA pour un alambic tout en aluminium.

Quant aux artisans chaudronniers de Fénérive, les tarifs qu'ils nous ont communiqués sont les suivants :

| | |
|---|-------------|
| Alambic tout en cuivre | 120.000 Frs |
| Alambic avec cucurbite fer et condenseur en cuivre | 50.000 Frs |
| Condenseur en cuivre | 8.000 Frs |
| Condenseur en fer | 2.500 Frs |

.../..

C.- CONDUITE DE LA DISTILLATION

Lorsque les matières premières, feuilles et bois de chauffage, sont réunies, il est procédé au chargement de la cucurbite.

Cette dernière est d'abord munie de sa grille : celle-ci est mise contre le fond. Il est ensuite versé de l'eau jusqu'au quart environ de la hauteur, puis on ajoute les feuilles. Certains distillateurs introduisent aussi, lorsqu'ils en disposent, une certaine proportion de griffes ainsi que de clous invendus. On met généralement 14 à 16 fagots pesant de 20 à 25kg, de façon à remplir entièrement la cucurbite, après avoir tassé les feuilles par piétinement. Le chargement de matière à distiller pèse donc 300 à 350kg environ.

Pendant que l'on place les raccords et les joints, on allume le feu et le chauffage commence, assez lentement au début, plus vif ensuite. Il se fait au bois, comme nous l'avons déjà dit, et il serait assez régulier, puisque les branches que l'on brûle sont relativement grosses, s'il était régulièrement entretenu. Mais il arrive que le préposé s'endorme une partie de la nuit, et la régularité du chauffage s'en ressent.

La distillation dure 24 heures, au bout desquelles toute l'essence a été entraînée. Nous avons prélevé des feuilles ainsi épuisées et n'en avons pas trouvé trace : l'épuisement est donc complet.

La couleur de l'essence à la sortie de l'alambic est assez difficile à déterminer. Elle contient en effet une faible quantité d'eau émulsionnée et la plupart du temps des impuretés solides de couleur noirâtre. Une simple filtration parvient à casser cette émulsion et à retenir les particules colorées. L'essence s'écoule alors limpide et l'eau se décante rapidement. Sa coloration varie du noir au jaune ambré.

En fin de distillation, on enlève la majeure partie de l'eau de l'essencier et l'essence est versée dans un autre bidon- "daba"- en fer blanc, où elle continue à se décanter : l'eau est enlevée de la surface à l'aide d'une cuiller. L'essence est ensuite apportée chez le collecteur qui la verse dans un fût en fer usagé de 200 litres en attendant de la revendre à l'exportateur.

Il est très difficile de déterminer exactement le rendement en essence en raison de l'hétérogénéité de la matière première. Il nous faut en effet pouvoir comparer, d'une part entre eux, d'autre part avec le laboratoire, les rendements obtenus par les producteurs. Il est nécessaire pour cela de prélever un échantillon et de l'analyser aux points de vue teneur en humidité et en branchettes. Pour avoir un échantillon aussi représentatif que possible nous avons prélevé chaque fois un fagot. Nous avons ainsi pu rapporter tous les rendements des sondages effectués à la matière sèche et à une teneur de 33 % de branchettes et avons ainsi trouvé un rendement moyen de 3,80 %, ce qui correspond à 1,90 % pour une matière première à 50 % d'humidité.

Les chiffres de rendement de chacun des producteurs sondés, avec la discussion des résultats et la comparaison avec les rendements obtenus au laboratoire, seront donnés dans le chapitre suivant.

III

E T U D E C R I T I Q U E

A.- OBSERVATIONS PRELIMINAIRES.

Pour nous rendre compte des conditions dans lesquelles l'essence de girofle distille, nous avons entraîné par la vapeur d'eau à la pression atmosphérique (660 mm à l'altitude de notre laboratoire) de l'essence commerciale, noirâtre et avons recueilli 10 fractions.

Nous avons trouvé :

| Fraction | Essence % de distillat | Essence % du poids total | Densité à 20°C | Eugénol % |
|--------------|------------------------------|--------------------------------|-------------------|-----------|
| 1 | 3,53 | 3,39 | 1,002 | 59,0 |
| 2 | 3,78 | 3,63 | 1,007 | 62,0 |
| 3 | 3,69 | 9,14 | 1,009 | 64,0 |
| 4 | 3,65 | 9,50 | 1,013 | 66,0 |
| 5 | 3,45 | 8,62 | 1,024 | 72,0 |
| 6 | 3,22 | 15,44 | 1,036 | 80,0 |
| 7 | 2,89 | 13,30 | 1,049 | 90,0 |
| 8 | 2,75 | 12,26 | 1,062 | 94,0 |
| 9 | 2,62 | 12,06 | 1,064 | 96,0 |
| 10 | 1,50 | 7,38 | 1,068 | 98,0 |
| Résidu noir: | - | 5,28 | - | - |

Ces chiffres nous indiquent tout d'abord les difficultés croissantes d'entraînement de l'essence, surtout en fin de distillation où elles font plus que doubler. Le pourcentage d'essence entraînée dans le distillat passe de 3,78 dans la fraction n°2 - (le chiffre de la fraction n°1 nous paraissant aberrant et influencé par le départ des matières volatiles en début de distillation) - à 1,50 dans la fraction 10. Il serait très probablement encore plus faible si nous avions pu poursuivre le fractionnement.

La quantité de vapeur nécessaire à l'entraînement, et en conséquence la durée de distillation et la consommation de combustible sont prohibitives et non rentables pour une purification par redistillation.

Nous pouvons constater également que la densité et la teneur en eugénol de l'essence augmentent régulièrement jusqu'à la fraction n° 10.

B - M A T E R I E L

Les formes et les dimensions de chacune des parties constituant l'alambic nous paraissent dans l'ensemble correctes. Nous avons pu constater qu'un seul joint hydraulique suffit à assurer, dans les conditions actuelles de marche des appareils, l'étanchéité nécessaire du chapiteau.

Le foyer est vraiment trop rudimentaire; le bois de chauffage posé à même le sol et une mauvaise conception de la cheminée conduisent à une consommation excessive de combustible et à la présence de fumée dans tout l'atelier. En vue d'une économie du bois de chauffage, il nous paraît indispensable d'adapter tout au moins une grille qui pourrait être constituée d'éléments de fer à béton de gros diamètre, et une cheminée en tôle munie d'un volet réglant le tirage, évacuant les fumées hors de l'enceinte tout en assurant un tirage convenable.

Mais la plus grande économie de combustible doit être obtenue en réalisant un chauffage rationnel. Dans l'installation actuelle, les gaz chauds lèchent à peine le fond de la cucurbite et sont aussitôt évacués, alors qu'ils peuvent encore céder un grand nombre de calories. Cette cession de chaleur peut être réalisée par circulation hélicoïdale des gaz chauds autour de la cucurbite avant de les rejeter dans l'atmosphère. La cheminée ferait en somme 2 ou 3 fois le tour de la cucurbite.

Mais cette installation peut paraître, sinon compliquée, du moins délicate à réaliser par le distillateur. Aussi préférons-nous la formule préconisée par A. MARIOTTI, qui n'implique qu'une très légère modification du foyer, mais qui, par contre, affecte la cucurbite elle-même. La surface de chauffe est augmentée par l'incorporation soit d'un faisceau tubulaire, soit d'un gros tube en forme de T. Cette dernière solution, bien que d'un rendement inférieur, nous semble préférable car elle n'exige pas des nettoyages périodiques.

Le fond de la cucurbite, voir fig. 1 et 2 ci-après, est percé en son centre d'un orifice de 25 cm de diamètre environ sur lequel est soudé un tube de même diamètre et de 15 cm de hauteur.

Un second tube^{est} soudé perpendiculairement au premier de telle sorte que l'ensemble forme un T. La longueur de ce deuxième tube correspond au diamètre de la cucurbite qu'il traverse.

Le foyer doit être construit de telle sorte (fig. 2 et 3) qu'un espace annulaire d'une vingtaine de centimètres sépare la maçonnerie de la cucurbite. Cet espace est cependant cloisonné et la cloison doit se trouver le plus près possible de la cheminée. La cucurbite est orientée de façon à ce que l'un des orifices de la branche horizontale du T débouche juste de l'autre côté de la cloison par rapport à la cheminée. La cloison a donc pour objet de séparer cet orifice du tube en T de la cheminée afin d'obliger les gaz chauds à faire le tour de la cucurbite. L'autre orifice, presque diamétralement opposé à la cheminée, ne permet aux gaz qui en sortent de circuler que sur un demi-tour de la cucurbite.

Le meilleur rendement du combustible résultant de cette transformation qui peut être très facilement réalisée par les chaudronniers locaux, permet de doubler, voire de tripler le débit des petites eaux condensées sans augmentation de la quantité horaire de bois consommé. En conséquence, une distillation exigeant actuellement 24 h. pourra se faire en une dizaine d'heures seulement. Le gain de temps de chauffe aura lui-même pour conséquence une économie de bois et de main-d'oeuvre considérables. Le travail de nuit pourra être supprimé et la régularité du chauffage mieux surveillée. D'autre part, le taux de vaporisation étant plus élevé, la hauteur de la cucurbite pourra être augmentée de 50 à 75 cm et la charge plus importante.

Si la cucurbite munie du tube en T est adoptée, le diamètre du col de cygne doit être porté à 11 cm, et le débit d'eau du réfrigérant plus que doublé. Le diamètre du condenseur doit obligatoirement être augmenté comme il est dit plus loin.

L'augmentation du coût de l'alambic doit être compensée par le nombre d'opérations plus grand qu'il sera susceptible de faire avant usure.

Analysons l'installation actuelle

Le rôle de la grille de cucurbite paraît être ignoré des utilisateurs. Son importance est cependant primordiale dans la conduite actuelle de la distillation. Le mode de chauffage employé exige en effet que de l'eau s'interpose entre les feuilles et le fond de la cucurbite, de façon à éviter la pyrolyse. Le début de celle-ci se

Planche III

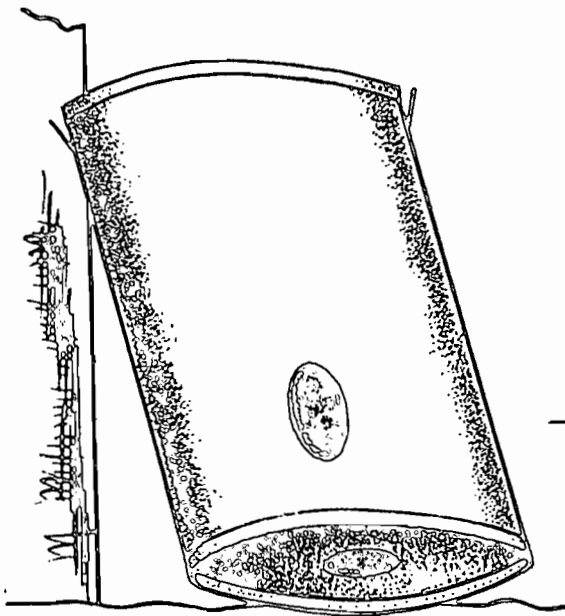


Figure . 1

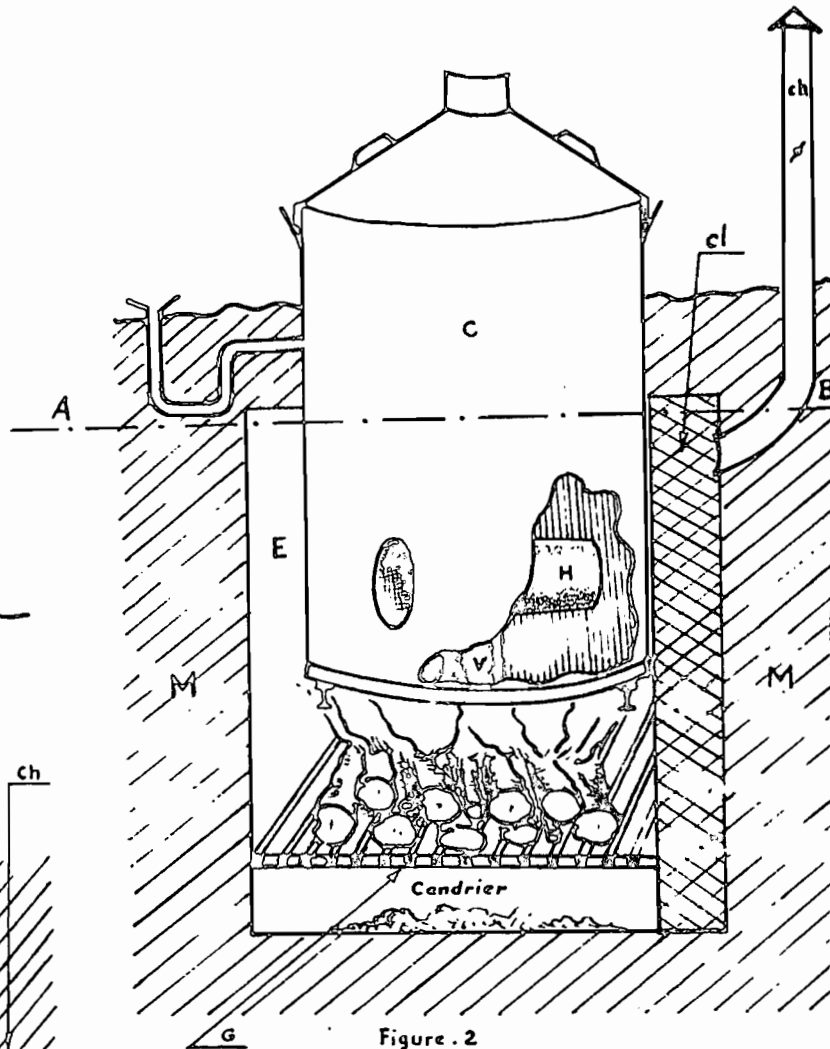


Figure . 2

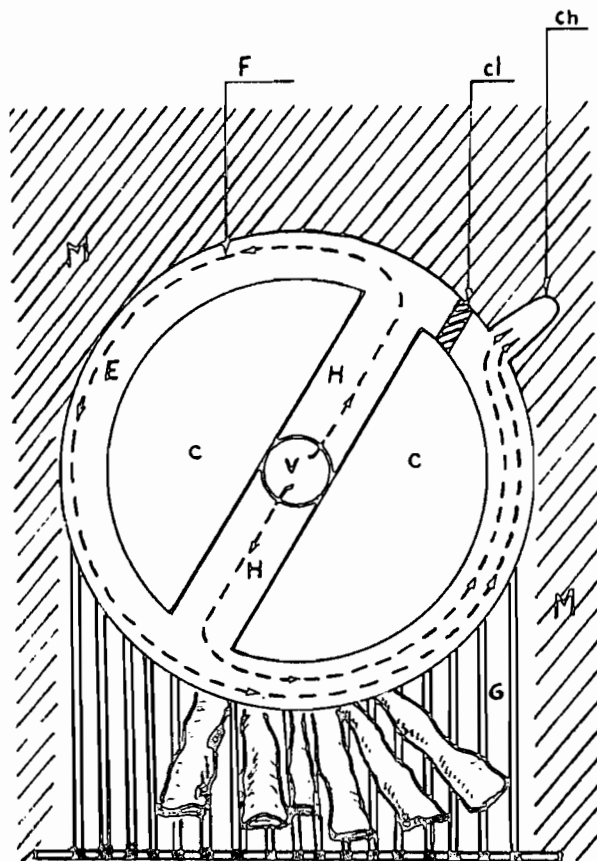


Figure . 3

coupe A - B

- C : cucurbite
- H : Tube horizontal du T.
- V : Tube vertical du T.
- cl : Cloison
- M : Maçonnerie
- ch : Cheminée
- G : Grille de foyer
- E : Espace annulaire
- F : Circulation des fumées

révèle facilement par la présence de gaz incondensables de couleur jaunâtre. La grille ne doit donc pas reposer contre le fond même de la cucurbite, il est indispensable qu'elle en soit à quelques centimètres.

Pour accélérer la rotation des distillations et réaliser des économies de combustible, la grille de cucurbite pourrait être remplacée par un panier perforé accroché à la cucurbite, et pouvant être soulevé par un palan. Un jeu de 2 paniers permettrait le déchargement suivi du chargement de l'un pendant que l'autre est en service. L'eau de la cucurbite n'aurait pas le temps de se refroidir et la distillation suivante repartirait presque aussitôt.

Le chapiteau tronconique est préférable au chapiteau convexe dont le volume, destiné à former chambre de vapeur, est en réalité rempli de feuilles.

La branche ascendante du col de cygne fait office de colonne, et permet la rétrogradation des particules solides qui auraient pu être entraînées.

Cependant, la partie horizontale présente un inconvénient, dû à l'horizontalité et à la longueur. Des gouttes d'essence s'y condensent, au début de la distillation et même après, et sont difficilement chassées. Au contact du cuivre, cette essence brunit et tend à donner une teinte ambrée toute la masse. Au cours de nos essais, quelques gouttes d'essence laissées une nuit dans le serpentin en cuivre ont coloré l'essence de la distillation commencée le lendemain matin. D'autre part, l'essence se trouvant dans le col de cygne risque d'être perdue et de s'écouler à terre lors du démontage de l'appareil. C'est pourquoi, nous préconisons l'inclinaison de cette partie du col de cygne, de façon à permettre l'écoulement par gravité de l'essence qui se condense avant le réfrigérant.

La surface de réfrigération des condenseurs en service est un peu faible. Nous avons pu constater que le condensat sortait chaud, à une température de l'ordre de 50°C.

Indépendamment des pertes en essence que cette température peut entraîner par vaporisation partielle du condensat, la perte en eau est appréciable, et la quantité d'eau d'entraînement dans la cucurbite peut devenir insuffisante. D'autre part, la vitesse de la va-

peur dans le col de cygne dépend de la différence de température entre la cucurbite et le condenseur. Une réfrigération plus poussée augmentera cette vitesse, donc le débit du condensat.

La hauteur du condenseur ne peut être modifiée puisqu'elle est conditionnée par celle du fût dans lequel il est plongé. On ne peut donc jouer que sur le diamètre extérieur qui devrait être porté à 40 cm environ, le diamètre de l'intérieur de l'anneau passant ainsi à 23 cm.

Il serait bon, en outre, que ce condenseur puisse être nettoyé fréquemment. Pour que ce lavage soit rendu facile, on doit pouvoir accéder sans difficulté à l'intérieur. Une solution simple consiste à rendre l'anneau supérieur, le "couvercle", amovible, par un système de brides, joints et boulons, les anneaux intérieurs étant simplement posés sur des supports soudés aux parois.

L'essencier remplit bien son rôle séparateur, surtout si le distillat arrive par l'intermédiaire d'un tube en bambou plongeant jusqu'au fond de l'essencier, ce qui supprime les phénomènes de tension superficielle et permet aux fractions légères, en s'incorporant aux fractions lourdes, de rester au fond. Mais, comme nous le verrons par la suite, le métal dont l'essencier est constitué - fer étamé électrolytique* - nuit à la qualité de l'essence. Le métal de ce "daba", bidon de récupération, s'oxyde, se rouille très rapidement sous l'effet de l'essence et de l'humidité, et le fer mis à nu colore l'essence en noir, comme nous le verrons plus loin.

IL EST DONC IMPERATIF D'ABANDONNER LES DABA ACTUELS dans leur utilisation comme essencier et de les remplacer, soit par des daba à haute teneur en étain, soit par des dame-jeannes en verre, que l'on peut trouver assez facilement sur place pour un prix modique.

.../...

* Il s'agit de tôle étamée électrolytiquement à raison de 11 g d'étain au mètre carré.

Pour permettre au distillat d'arriver par le fond de la dame-jeanne, et pour l'écoulement des eaux-mères, on peut adopter un système comportant un bouchon en liège percé de 2 trous pour le passage de 2 tubes en cuivre ou aluminium, l'un pour l'arrivée du distillat, l'autre pour le départ des eaux-mères. Il faut évidemment s'assurer de l'étanchéité du bouchon.

C.- Q U A L I T E

La qualité des essences obtenues diffère selon la nature des matières premières, des métaux constituant l'alambic, et selon la conduite de la distillation.

1)- Influence des matières premières.

La distillation dans un alambic tout en verre, dans des conditions identiques, de divers échantillons prélevés à la même époque, a donné les résultats ci-après :

T A B L E A U - VI

| Produit distillé | E s s e n c e o b t e n u e | | | | | |
|---|-----------------------------|-------------------------|------------------------------------|--|-----------|--------------------------------|
| | Rendement % Mat.sèche | Densité d_{4}^{20} | Indice de réfraction n_D^{20} | Pouvoir rotatoire $(\alpha)_D^{20}$ | Eugénol % | Solubilité dans l'alcool à 70° |
| Jeunes feuilles ... | 8,78 | 1,049 | 1,5292 | -1°,18 | 86,0 | 0,96 |
| Feuilles âgées | 5,60 | 1,060 | 1,5342 | -1°,07 | 92,0 | 0,97 |
| Mélange habituel de jeunes et vieilles feuilles | 6,45 | 1,055 | 1,5333 | -1°,18 | 90,0 | 0,93 |
| Feuilles ramassées. | 2,65 | 1,047 | 1,5336 | - | 82,0 | 1,10 |
| Branchettes... | 1,08 | 1,066 | 1,5359 | -0°,80 | 96,5 | 0,88 |

Ce tableau montre bien les différences entre chaque variété de produit traité. Les branchettes donnent une essence hautement supérieure de par sa densité et sa teneur en eugénol. Puis viennent les feuilles âgées, les jeunes feuilles, et enfin les feuilles ramassées au pied des arbres. Le mélange des jeunes et des vieilles feuilles, dans la proportion indéterminée habituellement distillée à l'époque de ce prélèvement (mois de Janvier) fournit une essence dont la qualité est intermédiaire entre les feuilles âgées et les jeunes feuilles.

.../..

A l'exception des feuilles ramassées, qui ont été lessivées par les intempéries, nous remarquerons que la qualité varie en sens inverse du rendement : non seulement les branchettes, mais les feuilles âgées fournissent une essence dont la densité et la teneur en eugénol sont supérieures à celles de l'essence provenant des jeunes feuilles dont le rendement est élevé.

L'indice de réfraction varie dans le même sens que la densité, sauf pour l'essence issue des feuilles ramassées, tandis que les pouvoirs rotatoires et les solubilités dans l'alcool à 70° ne paraissent suivre aucune règle.

2)- Influence des métaux constituant l'alambic

a) Couleur

L'influence des métaux sur la couleur de l'essence de girofle est très nette. Une essence jaune d'or, telle qu'on peut l'extraire d'un alambic en verre, donne, au contact des métaux usuels, les colorations suivantes :

| <u>Métaux</u> | <u>Couleur obtenue</u> |
|-------------------------------|----------------------------------|
| Aluminium | jaune d'or (inchangé) |
| Cuivre | ambrée |
| Fer étamé électrolytique..... | noire (très lentement) |
| Fer galvanisé | noire (lentement) |
| Fer | noire (rapidement) |

Nous avons mesuré, à l'aide du comparateur de Hellige*, la couleur des essences obtenues par distillation de feuilles dans des alambics de métaux différents. Nous avons obtenu les valeurs ci-après :

.../..

*Les disques du comparateur de Hellige donnent l'échelle de couleur d'après Gardner.

T A B L E A U - VII

| A L A M B I C | | | | |
|---------------|-----------|--------------|-------------------------|-----------------------------------|
| Cucurbite | Chapiteau | Col de Cygne | Condenseur ou Serpentin | Couleur Hellige (échelle Gardner) |
| Verre | - | Verre | Verre | 8,0 |
| Aluminium | Aluminium | Aluminium | Aluminium | 8,0 |
| Fer | Fer | Cuivre | Aluminium | 8,5 |
| Fer | Fer | Cuivre | Cuivre | 10,0 |
| Cuivre | Cuivre | Cuivre | Cuivre | 10,0 |
| Aluminium | Aluminium | Cuivre | Cuivre | 10,0 |

Ces résultats expliquent les différences de colorations allant du jaune ambré au noir, observées chez les producteurs. C'est le métal constituant l'alambic qui en est responsable.

Nous rappelons que les alambics en service sont généralement constitués par les assemblages suivants :

- 1) cucurbite, chapiteau, col de cygne et condenseur en cuivre,
- 2) cucurbite et chapiteau en fer, col de cygne et condenseur en cuivre,
- 3) cucurbite, chapiteaux et condenseur en fer, col de cygne en cuivre.

Les essences obtenues avec les alambics des types 1 et 2 sont de couleur ambrée sensiblement identique. Celles obtenues avec les alambics du type 3 comportant un condenseur en fer, sont franchement noires.

Les observations faites au laboratoire sont entièrement confirmées par celles faites chez les producteurs. L'ensemble montre le peu d'influence du constituant de la cucurbite et du chapiteau.

Les cucurbites en fer, aussi bien que celles en cuivre, peuvent donc être utilisées : la teinte ambrée, cognac, est parfaitement acceptable.

Par contre, l'influence du condenseur est primordiale et si l'on veut pouvoir exporter de l'essence de girofle ayant une couleur convenable, IL EST INDISPENSABLE D'INTERDIRE L'UTILISATION DES CONDENSEURS ET SERPENTINS EN FER ET EN FER GALVANISÉ.

Pour avoir une essence de couleur comparable à celle du verre, il faut utiliser un alambic tout en aluminium, ou tout au moins dont le condenseur est en aluminium. Cet appareil est parfaitement réalisable par les chaudronniers locaux.

Les cols de cygne étant plus faciles à exécuter en cuivre qu'en fer, ceux en usage sont tous en cuivre. Nous avons cependant fait, au laboratoire, un essai avec col de cygne en fer, et la coloration de l'essence obtenue n'a pas été sensiblement affectée : la durée de contact avec le métal est trop faible.

b) Densité et teneur en eugénol.

Au contact d'un métal, l'eugénol forme plus ou moins facilement un eugénate métallique, noir avec le fer, brun avec le cuivre, blanc métallique avec l'aluminium. Il en résulte une légère perte en eugénol et en essence.

L'influence des métaux sur ces éléments de la qualité apparaît dans les résultats ci-dessous des essais que nous avons effectués.

T A B L E A U - VIII

| A l a m b i c | | Essence obtenue | |
|---------------|------------|-----------------|-----------|
| Cucurbite | Condenseur | Densité | Eugénol % |
| Verre | Verre | 1,050 | 87,6 |
| Aluminium | Aluminium | 1,047 | 86,6 |
| Fer | Aluminium | 1,046 | 85,7 |
| Cuivre | Cuivre | 1,044 | 85,0 |
| Aluminium | Cuivre | 1,044 | 85,0 |
| Fer | Cuivre | 1,043 | 84,1 |

Notre cucurbite en cuivre ne pouvait malheureusement s'adapter à notre condenseur en aluminium, et il nous a été impossible de réaliser le montage cucurbite cuivre - condenseur Aluminium.

A la lecture de ces résultats nous pouvons voir la densité variant comme prévu, dans le même sens que la teneur en eugénol, mais surtout l'influence respective de la cucurbite et du condenseur.

En effet, désignons par leur symbole les éléments constitutifs de la cucurbite et du condenseur, le premier étant celui de la cucurbite, le second celui du condenseur.

Nous avons :

1) Influence de la cucurbite :

| | |
|---|------|
| Fe - Cu (cucurbite fer - condenseur cuivre) | |
| eugénol % | 84,1 |
| Cu - Cu | 85,0 |
| Al - Cu | 85,0 |

Le fer de la cucurbite fait perdre 0,9 d'eugénol par rapport aux cucurbites en Cu et en Al. qui donnent des résultats identiques.

Avec le condenseur en Al, nous avons :

| | |
|---------------|------|
| Fe - Al | 85,7 |
| Al - Al | 86,6 |

La cucurbite en Fe fait encore perdre 0,9 d'eugénol.

2) Influence du condenseur :

Nous avons :

| | |
|---------------|------|
| Fe - Cu | 84,1 |
| Fe - Al | 85,7 |

La différence est de 1,6

et

| | |
|---------------|------|
| Al - Cu | 85,0 |
| Al - Al | 86,6 |

La différence est encore de 1,6.

Le condenseur en cuivre fait perdre 1,6 points d'eugénol par rapport au condenseur en aluminium.

Il en résulte que, si nous prenons comme référence l'alambic en verre et si nous nous bornons à examiner les teneurs en eugénol de l'essence obtenue, l'alambic tout aluminium fournira de l'essence de meilleure qualité, suivi de très près - sinon à égalité par l'alambic Cu-Al. L'alambic Fe-Al viendra en 3^e place, ceux en Al-Cu et en Cu-Cu ensuite, tandis que l'alambic Fe-Cu se placera bon dernier, en faisant perdre 2,5 point d'eugénol par rapport au premier et 3,5 par rapport à l'alambic en verre.

L'influence prépondérante du condenseur et la température relativement faible à laquelle il est soumis nous ont incité à consulter des fabricants de résines et vernis synthétiques sur l'existence d'un de ces produits résistant à l'essence de girofle et sur son mode d'application. Ces fabricants n'ont pas tous daigné répondre, tout au moins jusqu'à ce jour. Cependant, la succursale à Tamatave des Ets. Carnaud et Forges de Basse-Indre a mis à notre disposition un tonnelet métallique enduit d'un vernis cuit au four à 200° pendant 26 minutes dont nous n'avons pu connaître que sa désignation commerciale: F 1-10- 2 1-T. Il résiste assez bien à l'essence de girofle et à la température d'utilisation du condenseur. Ce vernis n'étant que très lentement attaqué par l'essence, il est possible que sa présence sur les surfaces intérieures du condenseur puisse porter la teneur en eugénol de l'essence à une valeur voisine de celle obtenue en utilisant un alambic en verre.

c) Indice de réfraction et solubilité dans l'alcool à 70° G.L.

Les essences obtenues par distillation dans les alambics de différents métaux ont donné pour ces tests :

.../...

T A B L E A U -- I X

| A l a m b i c | | Essence obtenue | |
|---------------|------------|---------------------------------|--|
| Cucurbite | Condenseur | Indice de réfraction n_D^{20} | Solubilité dans l'alcool à 70 G.L. et à 20°C |
| Verre | Verre | 1,5349 | 1,10 |
| Aluminium | Aluminium | 1,5338 | 1,16 |
| Fer | Aluminium | 1,5342 | 1,15 |
| Cuivre | Cuivre | 1,5329 | 1,14 |
| Aluminium | Cuivre | 1,5339 | 1,18 |
| Fer | Cuivre | 1,5339 | 1,15 |

Les valeurs obtenues nous paraissent trop proches les unes des autres pour que nous puissions en déduire une influence précise. Nous noterons seulement que les résultats obtenus après distillation dans l'alambic en verre indiquent un indice de réfraction supérieur et un indice de solubilité inférieur.

d) Influence de la conduite de la distillation.

La qualité de l'essence dépend aussi du chauffage et de la quantité d'eau d'entraînement, ces 2 facteurs pouvant aboutir au même résultat désastreux: la pyrolyse ou distillation sèche du matériel végétal.

Il faut éviter à tout prix cette pyrolyse qui provoque non seulement une perte en essence et par conséquent une baisse de rendement, mais aussi la formation de gaz indondensables et surtout de goudrons. Ces goudrons, solubles dans l'essence, colorent celle-ci en noir et abaissent sa teneur en eugénol. Pour empêcher la pyrolyse, il faut maintenir dans la cucurbite une quantité d'eau suffisante.

Les essais que nous avons effectués ont montré que le pourcentage maximum de matériel végétal anhydre que doit contenir la cucurbite est de 28 %. Afin d'avoir une certaine marge, comptons 25 %. Cela

signifie qu'il n'y aura pas pyrolyse s'il y a dans la cucurbite 25 % de feuilles et branchettes anhydres et 75 % d'eau. Si le chargement est réalisé avec une matière première à 50 % d'humidité, la cucurbite devra donc contenir en outre 50 % d'eau.

Nous précisons bien que cette proportion minimum d'eau doit se trouver dans la cucurbite à tout moment de la distillation. Compte tenu des pertes inévitables par évaporation, de la quantité d'eau qui n'est pas cohobée - dans le ou les essenciers -, il faudra introduire au chargement de la cucurbite, une quantité d'eau supérieure. Pour un alambic de 1500 litres chargé à 350kg de feuilles titrant 50 % d'humidité, il faudrait ajouter 500 litres d'eau environ, soit le tiers de la capacité de la cucurbite. Il serait bon, en outre, d'en ajouter, en cours de distillation par le tuyau de cohobage, une centaine de litres en 4 ou 5 additions.

Le chauffage doit être très régulier, il faut éviter des surchauffes locales dont l'effet est semblable à celui provoqué par le manque d'eau. Le mode de chauffage utilisé, avec du bois de section suffisante, réalise un chauffage correct, à la condition que le préposé surveille effectivement.

Il est indispensable de nettoyer le col de cygne et le condenseur après une pyrolyse. Les goudrons formés se solubilisent en effet difficilement dans cette émulsion d'essence, et il en reste suffisamment pour colorer plusieurs distillations ultérieures. Si le condenseur est inaccessible, il peut être nettoyé par passages répétés d'essence de girofle chaude, suivis de lavages à l'eau chaude.

L'eugénate de cuivre doit également être périodiquement enlevé du condenseur, il communique à l'essence une coloration brune.

Il est inutile de retirer de la cucurbite les dures appérités que forme l'eugénate de fer, tout au moins après chaque distillation; elles ne nuisent pas à la qualité de l'essence, mais réduisent la conductibilité calorifique. Il suffit d'enlever de temps en temps cet eugénate lorsque sa couche devient trop épaisse.

e) Boues.

Nous ne voudrions pas terminer ce chapitre consacré à la qualité de l'essence sans dire un mot sur la présence des "boues" dont se plaignent exportateurs et importateurs.

Il est inconcevable qu'une distillation, dont l'objet même est la séparation des matières volatiles incluses dans des matières solides aboutisse à l'obtention dans le condensat de produits solides. L'entraînement de fines particules solides serait possible, mais la partie ascendante du col de cygne, d'une longueur de 70 cm, joue le rôle de colonne et empêche tout entraînement massif. D'ailleurs les échantillons prélevés à la sortie du condenseur ne contiennent qu'une faible quantité de particules solides, et l'essence est généralement filtrée au travers d'une toile.

Nous ne saurions trop recommander cette filtration qui est indispensable et permet à l'essence d'acquérir une limpidité que rendent obligatoires les normes fixées par le Service de Contrôle du Conditionnement. Le filtre rudimentaire reproduit dans la planche II convient parfaitement.

Cependant les boues signalées existent bel et bien, et de nombreux fûts d'essence doivent être reconditionnés pour être admis à l'exportation.

Nous avons analysé ces "boues", et après les avoir débarrassées de l'essence de girofle qui les imprégnaient, avons trouvé qu'elles étaient constituées par :

- de l'oxyde de fer dans une proportion moyenne de 80 %
- de l'eugénate de fer
- des grains de café
- des morceaux de ficelle
- des huiles minérales et végétales (gas oil, huile d'arachide, etc.)
- des insectes, etc...

La nature de ces impuretés met immédiatement hors de cause la distillation elle-même, son matériel, et le producteur. Elles n'apparaissent d'ailleurs qu'aux stades collecteur ou exportateur et c'est l'emballage qu'il faut incriminer. Un fût usagé repeint peut paraître en bon état extérieurement tout en ayant ses parois intérieures recouvertes de rouille. Celle-ci, sous l'action corrosive de l'essence se détache peu à peu et finit par constituer au bout d'un certain temps une couche épaisse de boues à base d'oxyde de fer.

D.~ RENDEMENTS.

Les rendements en essence et en eugénoï obtenus dans la région de Fénériver*, rapportés à 100 kg de matière première contenant 33 % de branchettes, ont été les suivants :

T A B L E A U - X

| Nom du propriétaire | Nature de l'alambic | Rendement en essence | | Rendement en eugénoï % de matière sèche | Date de la récolte |
|---------------------------------------|---------------------|----------------------------|-----------------|---|--------------------|
| | | % matière à 50% d'humidité | % matière sèche | | |
| Mission Catholique de Fénériver | Fe-Cu | 1,77 | 3,54 | 2,96 | Avril |
| MM. | | | | | |
| JULES ANTOINE.. | Fe-Cu | 1,77 | 3,54 | 2,90 | Avril |
| RASANDY Pierre | Cu-Cu | 1,86 | 3,72 | 3,16 | Avril |
| CHETAIL-de CANONVILLE ... | Cu-Cu | 2,12 | 4,24 | 3,64 | Juillet |
| RASANDY Pierre | Cu-Cu | 1,97 | 3,94 | 3,30 | Juillet |
| RANAIVOSON ... | Fe-Cu | 1,94 | 3,88 | 3,21 | Juillet |

* Les distillations ont été surveillées, chez les producteurs, par M. J. RALAIVAO, Conducteur d'Agriculture à Tamatave.

Nous avons d'autre part trouvé, en distillant au laboratoire, dans les mêmes conditions - chauffage feu nu, cohobage, présence d'une grille et d'une colonne - des échantillons contenant 33 % de branchettes, les rendements mentionnés au tableau XI.

T A B L E A U - XI

| Nature de l'alambic | Rendement en essence | | Rendement en eugénol % de matière sèche. | Date de la récolte |
|---------------------|-----------------------------|-----------------|--|--------------------|
| | % matière à 50% d'humidité. | % matière sèche | | |
| Verre | 2,48 | 4,96 | 4,45 | Avril |
| Al-Al | 2,28 | 4,56 | 4,01 | " |
| Fe-Al | 2,25 | 4,50 | 4,00 | " |
| Cu-Cu | 2,21 | 4,42 | 3,80 | " |
| Fe-Cu | 2,15 | 4,30 | 3,74 | " |
| Verre | 2,65 | 5,30 | 4,61 | Mai |
| Al-Al | 2,51 | 5,02 | 4,37 | " |
| Fe-Al | 2,45 | 4,90 | 4,25 | " |
| Al-Cu | 2,45 | 4,90 | 4,16 | " |
| Fe-Cu | 2,39 | 4,78 | 4,05 | " |
| Verre | 2,68 | 5,36 | 4,60 | Juillet |
| Al-Al | 2,51 | 5,02 | 4,27 | " |
| Fe-Al | 2,49 | 4,98 | 4,18 | " |
| Al-Cu | 2,45 | 4,90 | 4,16 | " |
| Fe-Cu | 2,43 | 4,86 | 4,07 | " |

Nous avons également distillé au laboratoire des jeunes feuilles seules, sans branchettes, récoltées au mois de Juillet. Elles ont donné les rendements suivants :

T A B L E A U - XII

| Nature de l'alambic | Rendement en essence | | Rendement en eugénol % de matière sèche. | Date de la récolte |
|---------------------|-----------------------------|-----------------|--|--------------------|
| | % matière à 50% d'humidité. | % matière sèche | | |
| Verre | 4,39 | 8,78 | 7,54 | Juillet |
| Al-Al | 4,20 | 8,40 | 7,05 | " |
| Fe-Al | 4,05 | 8,10 | 6,63 | " |
| Al-Cu | 3,96 | 7,92 | 6,49 | " |
| Fe-Cu | 3,92 | 7,84 | 6,42 | " |

L'examen de ces résultats appelle diverses remarques et conclusions.

Nous rappellerons tout d'abord que pour déterminer l'humidité et le pourcentage de branchettes des feuilles distillées par les producteurs, nous n'avons pu mieux faire que prélever un fagot entier. Ce dernier, sec sur sa surface extérieure, était très humide à l'intérieur. La pesée du fagot avant et après dessiccation nous a permis de connaître son humidité. C'est la valeur de celle-ci que nous avons prise comme étant celle du chargement, mais il ne faut pas perdre de vue que l'humidité des différents fagots s'en écarte très probablement en plus ou en moins, et que de ce fait les chiffres de rendement donnés ne peuvent refléter la réalité rigoureuse.

Il n'a pas été matériellement possible de déterminer le pourcentage des feuilles âgées et des jeunes feuilles, tant au laboratoire que chez les producteurs. La matière première distillée au laboratoire provenait de fagots prélevés chez les producteurs, à l'exception de l'échantillon de jeunes feuilles dont le tri a été fait à la cueillette.

Malgré ces réserves, on peut conclure :

a)- La comparaison des rendements du producteur et des rendements du laboratoire sur matière sèche - Tableaux X et XI - montre un gain de 0,7 à 1 point en faveur de ce dernier opérant dans les mêmes conditions. Exprimé en pourcentage, ce gain est de l'ordre de 20 à 25%.

La perte d'essence n'est pas due à une extraction insuffisante du matériel végétal. Nous avons prélevé des échantillons de feuilles épuisées et n'y avons pas trouvé d'essence (cf page 27).

Une des causes de perte réside dans la solubilité de l'essence dans l'eau. Au laboratoire, nous avons extrait l'essence à l'éther sulfurique, ce qui ne peut être réalisé dans la pratique industrielle, où une partie de l'essence, faible il est vrai - 2 à 3 %, se solubilise et s'émulsionne dans l'eau du ou des essenciers, dont le volume est d'environ 40 litres. Dans ces conditions la perte est de l'ordre de 100 gr, soit près de 1,5 % sur les 7 kg habituellement recueillis. Pour récupérer cette perte, il suffit de remettre en service les eaux-mères dans la distillation suivante.

On peut en outre penser que les pertes ont lieu aux joints et à la sortie du serpentin mal réfrigéré. Les rendements de MM. CHETAIL-DE CANONVILLE, qui utilisent un alambic étanche d'importation, et dont l'eau de réfrigération est fournie par une pompe alimentant abondamment et régulièrement le condenseur, sont en effet nettement supérieurs.

Mais la perte d'essence la plus importante provient de l'insuffisance d'eau et de l'absence de grille. Celle-ci, si elle fait quelquefois effectivement partie du matériel, est posée, nous l'avons dit, contre le fond de la cucurbite et fait pratiquement corps avec lui, alors qu'elle doit en être séparée de quelques centimètres. Quant à la quantité d'eau introduite, elle est nettement insuffisante.

Nous avons fait un essai de distillation, avec l'échantillon récolté en Juillet, dans un alambic Fe-Cu, chauffé à feu nu, démunie de grille, et contenant peu d'eau - les eaux-mères étaient cohobées. Le rendement obtenu, sur l'échantillon contenant 33 % de branchettes, n'a été que de 4,43 % rapporté à la matière sèche, soit une diminution

de 0,43, par rapport à la distillation normale correspondante (voir tableau XI).

Le chauffage feu nu au gaz pratiqué au laboratoire est certes beaucoup plus régulier que le chauffage sur foyer alimenté au bois, et c'est également l'une des raisons importantes du meilleur rendement. Dans le cadre actuel de l'exploitation artisanale, le chauffage au bois reste cependant la formule la plus simple et la plus économique. Une exploitation rationnelle industrielle se devrait d'utiliser un chauffage à la vapeur.

b)- Nous pouvons constater également des différences de rendement selon les dates de récolte. Ces différences observées chez les producteurs sont confirmées par le laboratoire qui ne constate pas d'augmentation de Mai à Juillet. Une étude systématique des rendements en fonction des dates de récolte devra être entreprise, mais il s'avère d'ores et déjà que les meilleurs rendements seront obtenus à partir du mois de Mai, cette période devant probablement s'étendre jusqu'à la reprise de la poussée végétative, à la saison chaude.

c)- L'influence des matériaux constituant l'alambic est très sensible sur le rendement.

L'alambic en verre non attaqué par l'eugénol, donne les rendements les plus élevés. Par rapport à une distillation dans un alambic Fe-Cu, l'augmentation de rendement en essence est en moyenne de 12,2 %. La teneur en eugénol étant également supérieure l'augmentation de rendement exprimée en eugénol est encore plus élevée que celle d'essence, elle est de 15,3 %. L'alambic en verre ne pouvant être considéré que comme un appareil de laboratoire, nous ne retiendrons les résultats obtenus avec un tel matériel que comme chiffre de référence.

Les alambics qui donnent ensuite les meilleurs rendements sont constitués, dans l'ordre des rendements décroissants par : Al-Al, Fe-Al, Al-Cu, Cu-Cu et Fe-Cu.

Les différences ne sont pas très sensibles mais elles sont confirmées.

Les résultats de la distillation des jeunes feuilles seules, consignés au tableau XII, font davantage ressortir ces différences en raison des rendements plus élevés que l'on obtient avec cette matière première.

Pour déterminer les rôles respectifs de la cucurbité et du condenseur dans le rendement, analysons les rendements sur matière sèche consignés au tableau XI.

Nous avons, en ce qui concerne l'influence de la cucurbité :

a) Le condenseur étant en aluminium dans les 2 cas.

| Nature de l'alambic | Rendement % M.S. | | |
|---------------------|------------------|------|---------|
| | Avril | Mai | Juillet |
| Al-Al | 4,56 | 5,02 | 5,02 |
| Fe-Al | 4,50 | 4,90 | 4,98 |
| Différence ... | 0,06 | 0,12 | 0,04 |
| Moyenne | | 0,07 | |

b) Le condenseur étant en cuivre dans les 2 cas :

| Nature de l'alambic | Rendement % M.S. | | |
|---------------------|------------------|------|---------|
| | Avril | Mai | Juillet |
| Al-Cu | - | 4,90 | 4,90 |
| Fe-Cu | 4,30 | 4,78 | 4,86 |
| Différence ... | - | 0,12 | 0,04 |
| Moyenne | | 0,08 | |

En ce qui concerne l'influence du condenseur, nous avons :

a) La cucurbité étant en fer dans les 2 cas :

| Nature de l'alambic | Rendement % M.S. | | |
|---------------------|------------------|------|---------|
| | Avril | Mai | Juillet |
| Fe-Al | 4,50 | 4,90 | 4,98 |
| Fe-Cu | 4,30 | 4,78 | 4,86 |
| Différence ... | 0,20 | 0,12 | 0,12 |
| Moyenne | | 0,15 | |

b) la cucurbite étant en aluminium dans les 2 cas :

| Nature de l'alambic : | Rendement % M. S. | | |
|-----------------------|-------------------|------|---------|
| | Avril | Mai | Juillet |
| Al-Al | 4,56 | 5,02 | 5,02 |
| Al-Cu | - | 4,90 | 4,90 |
| Différence ...: | - | 0,12 | 0,12 |
| Moyenne | | | 0,12 |

Il apparaît que le rôle du condenseur est près de 2 fois plus important que celui de la cucurbite, et cela se conçoit puisque l'attaque de l'essence se produit surtout au niveau de cet appareil.

L'alambic tout en aluminium pouvant atteindre un prix prohibitif pour le producteur artisan, ce dernier pourrait se contenter d'un condenseur fait avec ce métal que les chaudronniers locaux fabriqueraient. Nous rappelons que, au point de vue de la qualité de l'essence, c'est le condenseur en aluminium qui a donné les meilleurs résultats.

Nous n'avons pu réaliser le montage cucurbite cuivre - condenseur aluminium, mais les autres essais, ainsi que les réalisations des producteurs, montrent qu'un meilleur rendement est obtenu lorsqu'on utilise une cucurbite en Cuivre au lieu d'une cucurbite en Fer.

Le gain de rendement d'un alambic Cu-Al par rapport à un alambic Fe-Cu doit être de l'ordre de 5,5% en essence d'une teneur supérieure en eugénol.

Nous constatons donc que l'utilisation d'une cucurbite en cuivre ou mieux en Aluminium et d'un condenseur en aluminium permet d'obtenir une qualité et un rendement supérieurs.

Pour abaisser le prix de revient du condenseur, nous avons pensé à l'emploi de tôle de fer enduite d'un vernis protecteur sur sa face interne. Le vernis qui nous a été soumis a tendance à se dissoudre, à la longue, dans l'essence. Les essais sont cependant très encourageants, et nous demandons aux industriels intéressés de nous soumettre, pour examen, les vernis et résines de leur fabrication.

IV

STOCKAGE ET EMBALLAGE

Nous avons vu que l'essence de girofle sortant des alambics actuellement en service - à l'exception des alambics dont le condenseur est en fer - est d'une qualité acceptable, qui peut encore être améliorée.

Mais il est indispensable que cette qualité ne soit pas dégradée lors du stockage et de l'emballage; ce n'est malheureusement pas le cas, et la dégradation a lieu à tous les stades : producteur, collecteur, et exportateur.

Le producteur, qui extrait par opération environ 7 litres d'essence, attend en général d'en posséder une certaine quantité, 20 litres au moins, avant de la commercialiser. L'essence obtenue est gardée pendant ce temps dans des bidons de récupération - daba - en fer étamé électrolytique plus ou moins oxydés. L'eugénol attaque l'oxyde de fer et le fer mis à nu, provoquant une diminution de la teneur en eugénol de l'essence, tandis que la coloration noire se développe.

Le collecteur achète les différents lots qui lui sont apportés et les verse dans un fût en fer de récupération, de 200 litres, pas toujours nettoyé. Dans ces conditions, la dégradation de l'essence se poursuit, et sa teinte devient franchement noire.

L'exportateur achète les fûts pleins au collecteur. D'aucuns les présentent tels quels à l'exportation, d'autres transvasent l'essence, quelquefois après décantation, dans des fûts préalablement nettoyés. Mais dans tous les cas, l'exportation se fait en fûts fer de récupération. Un exportateur commercialisant d'importantes quantités d'essence a installé une cuve de décantation - en fer - qui lui permet non seulement d'éliminer les impuretés, mais aussi d'avoir une qualité plus homogène.

C'est donc à tous les stades de la commercialisation que le fer est utilisé. Il a été démontré qu'il communique à l'essence une coloration noire. Il faudrait par conséquent éviter à l'essence de girofle le contact du fer et des autres matériaux qui la déprécient.

Certains produits chimiques sont susceptibles d'assurer une protection à cette attaque. Nous ne les mentionnerons pas en raison des réglementations existantes.

Le verre n'est pas attaqué, il constituerait un emballage parfait s'il n'était si fragile.

Le fer étamé électrolytique n'est attaqué que lentement, et un "daba" en très bon état pourrait convenir un certain temps. Nous ne le conseillons cependant pas.

Les fûts en fer galvanisés sont à rejeter car la galvanisation ne protège pas.

Le fer étamé à chaud, à la dose minimum de 28gr d'étain par m² convient parfaitement.

L'aluminium est attaqué, mais la coloration de l'essence n'est pas affectée et les pertes en eugénol sont faibles. Le prix des emballages en aluminium est malheureusement assez élevé.

Un estagnon vitrifié à l'aide d'une dissolution, cuite au four à 180° de résine bakélite phénolique dans un mélange approprié de solvants, plastifiants et filmogènes, a permis un stockage prolongé de l'essence sans altération sensible. La fabrication de tels emballages serait possible à Madagascar.

Le vernis proposé actuellement par les Ets. Carnaud, en se dissolvant partiellement dans l'essence de girofle, ne donne pas entière satisfaction.

La plus extrême prudence doit régner dans le choix des emballages résinifiés et vitrifiés; ils doivent non seulement résister à l'essence, mais aussi aux chocs inévitables en cours de transport.

Certaines matières plastiques (polyéthylène 8/100) résistent également à l'action de l'essence. Elles se présentent sous forme de sacs* que l'on peut introduire dans un fût fer, remplir et fermer. L'ensemble constituerait l'emballage le plus économique respectant à l'essence sa qualité première.

.../..

*Les échantillons de sacs nous ont été remis par la Sté Saint Frères de Tamarive. Le prix d'un sac de 200l. est de 200 frs.

Le processus de stockage et de l'emballage de l'essence pourrait se présenter ainsi :

Producteur : stockage en dame-jeanne en verre ou en daba en fer étamé à haute teneur en étain.

Collecteur : Ce dernier ne devrait pas, à notre avis, se contenter de transvaser dans ses emballages l'essence qui lui est apportée. Il devrait parfaire la filtration et la décantation des eaux-mères qui subsistent, et être muni, - aidé en cela par son client exportateur habituel - d'une cuve de stockage en aluminium à fond conique pour assurer cette décantation. Il pourrait ainsi avoir des lots plus homogènes et inaltérés.

Le collecteur peut emballer en "daba" en fer étamé à 28 gr d'étain au m², leur manutention est facile et leur empilage permet un encombrement réduit.

Le collecteur peut également utiliser les fûts d'exportation.

Exportateur : L'emballage qu'utilise celui-ci étant "perdu" son prix a une importance capitale. Cependant, cet emballage peut être récupéré par le destinataire et nous avons une lettre de l'un d'eux affirmant qu'il accepterait une augmentation de prix ainsi justifiée. D'autre part les assureurs répercutent dans leurs primes leurs déboires dus aux emballages défectueux et le prix de revient d'un emballage solide sera partiellement amorti par la différence des primes.

Les exportateurs doivent donc faire supporter à leurs clients et non à leurs fournisseurs les frais supplémentaires consécutifs à l'utilisation d'emballages neufs et inattaquables par l'essence, d'autant plus facilement que la qualité de l'essence sera nettement supérieure. Nous rappelons d'ailleurs que les premières exportations d'essence de girofle de Madagascar ont été faites en dame-jeanne de verre dont le prix, coût et frêt est élevé.

.../..

Les exportateurs pourront éventuellement utiliser des fûts vitrifiés intérieurement sous les réserves mentionnées ci-dessus. D'ores et déjà, ils pourront choisir entre le fût doublé de tôle étamée à 28 gr/m² * (2.500 frs à Tamatave), et le fût fer contenant un sac en polyéthylène 8/100^e ou 10/100^e.

* Nous attirons l'attention des fabricants sur la nécessité d'un recouvrement parfait de l'enveloppe extérieure, en particulier aux angles et à la bonde. L'étamage de celle-ci doit être plus riche car elle est exposée aux frottements.

V

C O N C L U S I O N S

C'est sans investissements, - ou avec des frais très minimes - que la qualité et le rendement de l'essence de feuilles de giroflier de Madagascar peuvent être améliorés. Seuls, des soins à tous les stades de la production et de la commercialisation suffiront dans la plupart des cas.

Le fer est le principal responsable de la coloration noire de l'essence. Pour améliorer la qualité, les producteurs travaillant avec un alambic muni d'un condenseur ou serpentín en fer, - ils représentent une faible minorité, - devront OBLIGATOIREMENT abandonner celui-ci au profit d'un condenseur en cuivre ou mieux en aluminium. Rappelons qu'un condenseur en cuivre ne coûte que 8.000 frs. Ils devront en outre filtrer leur essence sur toile ou sur papier et la stocker en dame-jeannes de verre ou en daba à haute teneur en étain (28 gr/m² minimum).

Ils obtiendront une très importante économie de combustible et de main-d'oeuvre en aménageant le foyer et la cucurbite comme nous le recommandons aux pages 32 et 33. Cet aménagement de la cucurbite, complété par son agrandissement en hauteur, permettra de traiter, par opération, une plus grande quantité de matières premières.

Ils augmenteront leur rendement en ne coupant que d'assez courtes branchettes de façon à avoir un pourcentage plus élevé de jeunes feuilles et peu de bois; en récoltant après la saison chaude; en mettant suffisamment d'eau dans la cucurbite et en utilisant un condenseur en aluminium comme nous venons de le dire au sujet de la qualité; en remettant en circuit toutes les eaux-mères; et en étant attentifs à la conduite de la distillation : étanchéité, chauffage régulier, mise en place correcte de la grille de cucurbite, refroidissement suffisant. Nous pensons que l'augmentation de rendement, compte tenu du caractère primitif de l'installation, peut ainsi atteindre une valeur de l'ordre de 15 % au lieu des 25 % obtenus au laboratoire, soit un gain d'essence d'environ 1 kg par distillation d'un chargement de 350 kg de matériel végétal*.

.../...

* Il s'agit de feuilles contenant 33 % de branchettes et d'une teneur en humidité de 50 % .

Dans ces conditions, la production totale de Madagascar accuserait une augmentation d'une centaine de tonnes.

Si nous reprenons le calcul du prix de revient de l'essence que nous avons donné à la page 9, nous obtenons :

Distillation de 10 heures (au lieu de 24 h.)

| | |
|-------------------------------------|----------|
| 350 kg de feuilles à 4 fr | 1.400.- |
| Bois de chauffage | 125.- |
| Surveillance pendant 10 heures..... | 125.- |
| Location alambic..... | 800.- |
| | <hr/> |
| | 2.450 Fr |

Rendement $7^{\text{kg}} + 15\% = 8 \text{ kg}$ environ

Prix de revient.... = $\frac{2.450}{8} = 307 \text{ Fr}$

au lieu de 400 fr trouvés précédemment.

Le gain pour le producteur est d'environ 100 fr par kilogramme d'essence.

Le rôle des collecteurs et exportateurs se borne au maintien de la qualité en mettant l'essence dans un emballage qui ne l'altère pas et n'entraîne pas la formation des boues. La réglementation du Service de Contrôle du Conditionnement, indépendamment des conditions existantes de limpidité, teneur en eugénol, densité, etc...pourrait ajouter des normes de coloration se référant, par exemple, à l'échelle d'après Gardner donnée par les disques pour huiles, vernis et résines du colorimètre de Hellige.

L'imposition de telles normes interdira ipso facto les "serpentins" en fer et l'emballage en fûts fer, même neufs.

B I B L I O G R A P H I E

- E.B. Mc CALL.- Manufacture of Vanillin from Clove Oil and its uses as a Flavouring Material in the Food and Beverage.- Industries - Perf. essent. Oil Record.- 1954 - n°45, p.365-8.
- J.P. DURVELLE.- Fabrication des essences et des parfums.- Paris 1930 - Girardot et Cie.
- R. FORNETT.- Unter Berücksichtigung des Nelkenöles als Ausgangsmaterial für die Vanillin fabrikation.- Der Parfümeur, n°41-1937.
- E. FRANCOIS.- Pour l'organisation de notre production de girofle et d'essence de girofle.- Bull. écon. de Madagascar 1934 -Août p.732.
- E. GUENTHER.- The essential oils.- 4 vol. New York 1952 - D. Von Nostrand Company.
- H. HUNGER.- Zur Isolierung des Eugenols.- Der Parfümeur 1941, n°9, p.96 .
- P. JEANCARD.- Les Parfums chimie et industrie.- Paris 1927 Baillièrè et Fils.
- A. JOSSELIN.- Les huiles essentielles à Madagascar - Entreprises et produits de Madagascar - 1951 - n° 7 et 8 .
- A. LEDREUX.- Le girofler à Sainte Marie et à Madagascar Agron. Coloniale - 1932, n°175-176 et 177.
- J. MAISTRE.- Le Girofler à Madagascar et Zanzibar.- Agron.trop. 1955, n°4 - p:413-448.
- A. MARIOTTI.- Le géranium et le Vétiver à la Réunion Bull. techn. d'inform. des Ing. des Services Agric.n°95-1954 MARCHES TROPICAUX de 1950 à 1960.
- G.E. TIDBURY.- The clove tree - London 1949 - Crosby Lockwood & Son.
- R. WILBAUX et A.G. NEYBERGH.- Essais de corrosion des métaux utilisés pour la distillation et l'emballage des huiles essentielles - Paris - La Maison Rustique.

TABLE DES MATIERES

| | <u>Pages</u> |
|---|--------------|
| INTRODUCTION | 1 |
| PLAN DE L'ETUDE | 3 |
| I -- APERCU ECONOMIQUE..... | 4 |
| A -- Régions productrices..... | 5 |
| B -- Production | 6 |
| Exportations annuelles de Madagascar et cours de l'essence | 7 |
| C -- Frix de revient de l'essence | 8 |
| II -- PRATIQUE ACTUELLE DE LA DISTILLATION | 12 |
| A -- Les matières premières..... | 13 |
| B -- Matériel | 22 |
| C -- Conduite de la distillation | 27 |
| III-- ETUDE CRITIQUE | 29 |
| A -- Observations préliminaires..... | 30 |
| B -- Matériel | 32 |
| C -- Qualité | 37 |
| D -- Rendements | 46 |
| IV- STOCKAGE ET EMBALLAGE | 54 |
| V-- CONCLUSIONS | 60 |
| BIBLIOGRAPHIE | 64 |

I . R . A . M
Bulletin N° 1
Dépôt légal 12.I.62
Publication 110/I6.I.62
