

Auteur ou collectivité : Massignon, Jules

Auteur : Massignon, Jules (18..-18..)

Titre : Extraction des parfums au moyen du chlorure et de l'oxyde de méthyle

Adresse : Paris : J. Dejey et Cie, imprimeurs-éditeurs, 1880

Collation : 1 vol. (23 p.-[1] f. de pl.) : tabl. ; 23 cm

Cote : CNAM-BIB 8 Ke 331

Sujet(s) : Chlorométhane ; Parfums -- Technologie -- 19e siècle ; Parfums -- Industrie et commerce -- 19e siècle

Langue : Français

Date de mise en ligne : 03/10/2014

Date de génération du PDF : 26/9/2017

Permalink : <http://cnum.cnam.fr/redir?8KE331>

8 KESSI

EXTRACTION DES PARFUMS

AU MOYEN DU

CHLORURE ET DE L'OXYDE DE MÉTHYLE

PAR

H. MASSIGNON

ET

J. MASSIGNON

Ancien Elève de l'Ecole Centrale

AOUT 1880



PARIS

J. DEJEY ET C^{ie}, IMPRIMEURS-ÉDITEURS
18, rue de la Perle, 18

1880

EXTRACTION DES PARFUMS

PAR LE

CHLORURE ET L'OXYDE DE MÉTHYLE

INTRODUCTION

L'industrie de l'extraction des parfums est fort ancienne. De tous temps, on a cherché à isoler les parfums des fleurs ou autres matières odorantes.

Cependant, ce n'est que depuis quelques années que cette industrie a été réellement étudiée, et, nous devons le dire, sans résultat appréciable.

Cela tient à ce que les expérimentateurs qui se sont occupés de cette question ont mal posé le problème.

Ils partagent tous ce *préjugé*, que la chaleur altère les parfums et que, par conséquent, l'extraction doit être faite à la température la plus basse possible.

C'est là une grave erreur, née de ce que certaines fleurs, le jasmin, la tubéreuse, par exemple, ne peuvent être mises en contact avec les corps gras à chaud, sans que leur parfum soit complètement détruit.

La cause de l'altération du parfum, dans cette circonstance, ne réside pas dans l'action de la chaleur,

mais bien dans les combinaisons des acides des corps gras avec les parfums du jasmin et de la tubéreuse.

Dès 1869, il y a plus de dix ans, notre conviction était faite sur ce point : nous étions certains que la chaleur, dans certaines limites, 70 à 80°, n'altère pas les parfums les plus délicats, et nous le démontrions, en remplaçant les corps gras par un corps neutre, la paraffine. En effet, nous avons réalisé alors l'extraction des parfums de toutes les fleurs, même du jasmin et de la tubéreuse, par des infusions dans de la paraffine fondue à 70 ou 80°.

Les parfums obtenus par ce procédé sont bien supérieurs à ceux obtenus par les corps gras.

Ceci posé, étudions les divers procédés proposés, ou en usage, jusqu'au jour où nous avons résolu complètement le problème.

Tous les procédés actuellement imaginés peuvent être divisés en deux genres bien distincts, savoir :

1° Les procédés, que nous appellerons *procédés mécaniques* : ce sont ceux dans lesquels l'extraction est obtenue par l'intermédiaire d'un agent mécanique ;

2° Les procédés, que nous désignerons sous la dénomination de *procédés par dissolvants* : ce sont ceux dans lesquels on utilise la propriété de certains corps de dissoudre les parfums, et, par conséquent, de les isoler des matières premières parfumées.

Examinons chacun de ces procédés :



PROCÉDÉS MÉCANIQUES

C'est au moyen de ces procédés que sont obtenues les essences ou huiles volatiles.

Ils sont de trois sortes, savoir :

1^o *L'Expression*, qui est employée en Italie et en Sicile, pour la fabrication des essences des Hespérides, telles que : les essences de Bergamotte, Citron, Orange, Bigarrade, Limette, Cédrat.

Ces fruits ne peuvent être traités par la distillation dont nous parlons plus loin.

Le mode de traitement diffère suivant la forme du fruit. Ainsi, pour le citron qui a une forme ovoïdale, on découpe préalablement l'écorce en rubans ou ZESTES. C'est dans les cellules de cette écorce que se trouve l'essence. Pour l'extraire, on soumet les rubans ou zestes à une pression qui fait sortir l'essence ainsi qu'une petite quantité d'eau, que l'on sépare ensuite par décantation.

Les autres fruits étant sensiblement sphériques, on les traite mécaniquement, sans être obligé de faire des zestes.

Pour cela, on réunit d'abord ensemble les fruits de même diamètre, puis on les place entre deux couronnes en étain, armées toutes deux de petites lames en cuivre, placées verticalement ; la couronne inférieure est fixe, elle est percée de quelques trous permettant l'écoulement des liquides dans un réservoir à robinet placé immédiatement au dessous. La couronne supérieure est

mobile autour de son axe, qui est le même que celui de la couronne inférieure ; de plus, on peut faire varier son poids, suivant le degré de maturité des fruits.

Pour extraire l'essence, on remplit la couronne inférieure de fruits, on abaisse dessus ses fruits, la couronne supérieure suffisamment chargée, et on lui imprime un mouvement de rotation, de telle façon que les lames frictionnent les fruits, et font sortir l'essence des alvéoles de la peau dans lesquelles elle était renfermée. Dans le cas où une petite quantité de jus serait entraînée dans le récipient inférieur, on le sépare de l'essence par décantation.

Dans ces deux procédés, une fois l'essence extraite, on utilise les fruits pour la fabrication soit du jus de Bergamotte, etc., etc., ou du citrate de chaux.

Tel est le procédé par expression. Son application est limitée exclusivement à l'extraction des essences des Hespérides.

2^e *La Distillation.* C'est le procédé mécanique le plus ancien et le plus généralement employé.

De tous temps, on a distillé les matières aromatiques, pour obtenir des eaux distillées et des essences.

Les appareils employés sont connus sous le nom d'alambics ; ils sont composés de : une chaudière ou cucurbite, où le liquide à distiller est évaporé ; un serpentin, où les vapeurs sont condensées ; enfin, un chapiteau ou col de cygne, conduisant les vapeurs de la cucurbite au serpentin.

La matière parfumée est placée dans la cucurbite avec une certaine quantité d'eau, laquelle, par l'ébullition, désagrège la matière première, et entraîne méca-

niquement l'essence, qui est condensée au serpentin en même temps que la vapeur d'eau.

Pour séparer l'essence de l'eau, on emploie un vase très ancien, connu sous le nom de « Récipient florentin. » Le principe de ce vase repose sur les différences de densité de l'essence et de l'eau : quand l'essence est plus légère que l'eau, elle vient surnager à la partie supérieure du récipient, et l'eau s'écoule par un tube partant du fond du récipient, et recourbé latéralement à une hauteur suffisante, pour que le vase soit toujours plein ; si, au contraire, l'essence fournie par la distillation est plus lourde que l'eau, l'eau s'écoule par une ouverture faite à la partie supérieure du récipient, au fond duquel l'essence tombe naturellement.

Jusqu'à ces dernières années, la *distillation* était faite à *feu nu*, c'est-à-dire que la cucurbite était chauffée directement, soit avec du bois, soit avec du charbon de terre ou du coke. Les alambics portatifs, qui sont employés pour la distillation dans les montagnes, de la Lavande, de l'Aspic, du Thym, du Romarin, etc., etc., sont encore chauffés à feu nu avec du bois.

Depuis quelque temps, le *chauffage à la vapeur* a remplacé le chauffage à feu nu.

Dans ce cas, l'évaporation est produite par l'arrivée de vapeur d'eau produite par un générateur ; tantôt on fait barbotter la vapeur dans l'alambic même, tantôt on introduit la vapeur dans un serpentin ou un double-fond.

C'est là un perfectionnement sérieux, tant au point de vue de la qualité des produits obtenus, que de la facilité du travail et de l'économie de combustibles.

Quelques expérimentateurs ont même essayé d'obtenir

la *distillation des essences au moyen du vide*, nous citerons les brevets de MM. EGROT et de M. HUREAUX, en 1877.

C'est par la distillation que sont obtenues toutes les essences en général, telles que : Amande, Menthe, Girofle, Geranium, Rose, Néroly, Lavande, etc., etc.

3^e *La Méthode Pneumatique*, inventée par M. A. PIVER, qui a substitué à la vapeur d'eau l'emploi d'un gaz inerte, tel que l'air, l'acide carbonique, etc., etc., produisant l'extraction également par entraînement.

PROCÉDÉS PAR DISSOLVANTS

Ces procédés sont appliqués principalement pour le traitement des fleurs, telles que : la rose, la fleur d'oranger, le jasmin, la cassie, la violette, la tubéreuse, le réséda, la jonquille, etc., etc.

Ils peuvent être divisés en deux sortes :

1^o *Les dissolvants non volatils*, c'est-à-dire ceux qui, malgré la chaleur, ne peuvent être évaporés, et, par conséquent, être séparés par volatilisation du parfum qu'ils ont dissout ;

2^o *Les dissolvants volatils*, c'est-à-dire ceux qui peuvent être réduits en vapeur, et, par conséquent, être séparés du parfum par volatilisation.

DISSOLVANTS NON VOLATILS.

Les dissolvants non volatils étaient seuls connus des anciens parfumeurs ; ils sont employés depuis fort long-temps.

L'inefficacité des procédés par dissolvants volatils liquides que nous étudierons plus loin, a fait qu'ils sont encore aujourd'hui les seuls employés dans les fabriques de Grasse, Cannes et Nice, malgré leurs nombreux inconvénients.

Ces dissolvants sont les *corps gras*, c'est-à-dire les huiles d'olives et les graisses, préalablement purifiées avec les plus grands soins.

Il existe deux modes d'opérer, suivant les fleurs en traitement :

1^o Le traitement à chaud, connu sous le nom d'*enfleurage à chaud*, employé pour la fleur d'oranger, la rose, la cassie, la violette ;

2^o Le traitement à froid connu sous la dénomination d'*enfleurage à froid* : il est appliqué au jasmin et à la tubéreuse, qui serait détruit par le contact des corps gras à chaud.

Pour obtenir les pommades et les huiles à chaud, on fait simplement infuser les fleurs dans de la graisse ou de l'huile portées à une température de 70 à 80 degrés ; on filtre pour séparer les fleurs que l'on soumet à une forte pression pour extraire le plus possible du corps gras parfumé qu'elles retiennent.

Ces opérations sont répétées un nombre de fois suffisant pour que la pommade ou l'huile atteigne la force

♦

de parfum demandée. Pour les produits connus sous la dénomination de n° 30, le nombre des infusions et des pressions est d'environ cinquante. C'est donc une opération longue et dispendieuse et qui, de plus, a le grave inconvénient de laisser, à chaque pression, dans les tourteaux de fleurs une quantité considérable du produit parfumé.

La perte qui en résulte varie suivant les presses et suivant les fleurs en traitement. Pour la rose, elle atteint 18 à 20 p. 100 du produit fabriqué.

Dans l'enfleurage à froid, on ne fait plus d'infusion, le parfum est obtenu par évaporation naturelle de la fleur, il est absorbé par le corps gras à la température ordinaire.

Le mode de fabrication pour la graisse diffère de celui de l'huile.

Pour la graisse, on emploie des appareils connus sous le nom de châssis.

Ce sont des cadres en bois de dix centimètres de hauteur et de vingt-cinq à trente décimètres de surface, ces cadres entourent une plaque de verre. Ils s'emboitent les uns dans les autres, de façon à pouvoir être facilement mis en piles d'une certaine hauteur, dans des endroits frais.

La graisse est établie sur les deux faces de la plaque de verre. La fleur jasmin ou tubéreuse, est déposée sur la face supérieure, de telle sorte qu'elle se trouve enfermée entre deux couches de graisse, lesquelles absorbent le parfum qui se dégage.

Le contact dure ordinairement vingt-quatre heures ; au bout de ce temps, on enlève les fleurs une à une, et on les remplace par des fleurs nouvelles.

Cette opération est répétée un nombre de fois suffisant pour atteindre la force désirée. Pour la qualité connue sous la dénomination de n° 30, le traitement dure environ de 60 à 70 jours. Il en résulte que si la récolte est un peu tardive ou insuffisante, les fabricants se trouvent dans l'impossibilité de donner à leurs produits la force qu'ils devraient avoir. Enfin, ce travail nécessite une main-d'œuvre considérable, de grands soins et, de plus, il occasionne un déchet sérieux.

Pour l'huile on opère autrement: on trempe des pièces de toile de coton dans de l'huile d'olives, puis on pose sur ces pièces des fleurs qui abandonnent leur parfum par contact. C'est encore une opération difficile et demandant les plus grands soins. En outre, la perte est très considérable, car la toile ne peut absorber plus de 18 à 20 p. 100, d'huile, et à la presse elle retient 9 à 10 p. 100, d'où une perte de 50 p. 100 du produit fabriqué. C'est donc un procédé grossier et très coûteux.

Ainsi que nous l'avons déjà dit, dès 1869, brevet Chardin et Massignon, nous avons songé à unifier la fabrication des parfums par dissolvants non volatils, et nous y sommes parvenus, en substituant à l'emploi des corps gras un corps neutre, la *Paraffine*.

Dans ce procédé, toutes nos infusions sont faites à chaud, à des températures de 70 à 80 degrés, sans que pour cela le jasmin et la tubéreuse soient altérés. Les parfums obtenus sont même supérieurs à ceux fabriqués à froid avec les corps gras, et, nous le répétons, cela devait être, puisque dans les infusions à chaud la température n'est pas plus élevée que dans l'exposition des fleurs au soleil, lequel n'altère pas les parfums.

La paraffine était déjà un premier progrès, puisque grâce à ce procédé, l'enfleurage à froid était supprimé, et le mode de fabrication devenait uniforme pour toutes les fleurs. De plus, il n'y avait plus à craindre le rançissement des produits, nous obtenions une conservation indéfinie et une facilité de transport sous toutes les latitudes.

Malheureusement les parfums n'étaient pas encore isolés, la paraffine étant un dissolvant non volatil, il fallait pour en extraire le parfum, avoir recours à des lavages à l'alcool, comme pour les corps gras. C'est une opération assez longue, car il faut, pour arriver à un épuisement complet du parfum, employer deux ou trois parties d'alcool, en plusieurs lavages du corps parfumé. On n'obtient qu'une solution alcoolique étendue, connue sous le nom d'*Extraits*.

Depuis quelque temps, certains parfumeurs ont imaginé de concentrer ces extraits dans le vide, au moyen de l'appareil d'Egrot ou d'un appareil similaire.

Ils obtiennent ainsi des produits connus dans le commerce sous le nom d'essences concrètes de fleurs.

Mais ce sont des produits coûteux et de qualité inférieure. Ils ont le grave inconvénient de sentir l'odeur de gras et de ne pas reproduire le parfum naturel des fleurs. Aussi leur emploi n'a-t-il pu se développer.

Il résulte de tout ce qui précède, que les dissolvants volatils coûtent cher, perdent beaucoup de parfum, sont d'une conservation difficile et limitée (sauf la paraffine). On ne continue à les employer que faute de mieux ; ils sont condamnés fatalement à disparaître.

DISSOLVANTS VOLATILS

Le problème à résoudre est de trouver un corps qui isole le parfum des fleurs sans l'altérer et, de plus, l'abandonne en entier par sa volatilisation.

Au premier abord cela paraît extrêmement simple : il semble qu'il n'y ait qu'à prendre un liquide volatil ; c'est du reste ce qu'ont fait tous ceux qui se sont occupés de la question avant nous.

Ainsi :

I. ROBIQUET, en 1835, isole au moyen de l'*éther sulfureux* (oxyde d'éthyle) le parfum de la jonquille. Il distille au moyen d'un simple alambic. Il n'a, du reste, publié que des expériences de laboratoire (*Journal de pharmacie et de chimie*, tome XXI, page 335).

II. M. FERAND (1855), M. MILLON (1856), prennent des brevets pour l'application comme dissolvants des parfums, des liquides volatils ; ils citent l'*éther*, la *benzine*, le *chloroforme*, le *sulfure de carbone*, etc., etc. Dans leurs brevets, ils ne désignent pas d'appareil spécial.

Ils cèdent leurs brevets à M. A. PIVER, parfumeur très compétent et qui s'est toujours beaucoup occupé de cette question.

Dans l'ouvrage de PIESSE, sur les PARFUMS, qui a été réédité en 1877 par J.-B. BAILLIÈRE, avec le concours de MM. CHARDIN et H. MASSIGNON, on trouve la description détaillée du procédé. M. A. PIVER donne la préférence au sulfure de carbone comme dissolvant.

Il place les fleurs dans un appareil à déplacement, puis *il évapore la dissolution parfumée dans le vide*, au moyen de l'appareil à distiller dans le vide de M. Egrot :

le parfum reste dans l'alambic, et le sulfure de carbone condensé par refroidissement est recueilli dans une réserve placée au-dessous du *serpentin, fortement refri-geré*, pour être employé ensuite à un nouvel épuisement des fleurs.

La distillation et la condensation sont faites dans le même vide à basse température.

Ici apparaît la prétendue nécessité de la distillation à basse température : c'est le commencement de ce préjugé que nous retrouverons dans tous les procédés postérieurs. L'inventeur espère par ce moyen ne pas altérer le parfum, et de plus se débarrasser de l'odeur propre du dissolvant employé. Nous sommes obligés de le dire, c'est le contraire qui arrive : *plus on distille à basse température, plus le produit cireux retient le dissolvant liquide incorpore*.

M. A. Piver a proposé divers moyens pour remédier à ce grave inconvénient : Entre autres il fait traverser le parfum par un courant d'air divisé au moyen d'une pomme d'arrosoir.

Il a proposé aussi de laver le parfum avec des solutions faiblement alcalines. Malgré tout, l'odeur de sulfure de carbone persiste toujours ; aussi M. A. PIVER a-t-il limité l'emploi de son procédé à certains cas spéciaux, sans le généraliser.

III. En 1860, M. GEORGES VILLE, professeur au Muséum, prend un brevet pour l'extraction des huiles essentielles par le chloroforme, l'éther, la benzine, l'huile de naphte.

Il est aussi imbu de cette idée que la chaleur altère

les parfums, et il cherche à obtenir l'extraction du parfum à basse température.

Il donne la préférence *au chloroforme*; il *distille dans le vide*, de façon à avoir une température de 20 à 25 degrés dans son vase évaporateur; *il entoure son condenseur de glace*, ainsi qu'il nous l'a expliqué. Il relie tous ses appareils au moyen de tuyaux, de façon que toutes les phases du travail soient effectuées à l'abri de l'air et en vases clos.

Ce procédé présente malheureusement le même inconvénient que le précédent: le parfum obtenu conserve toujours l'odeur du chloroforme.

IV. En 1864, M. HIRZEL, professeur à l'Université de Leipzig, prend un brevet pour l'extraction des parfums et même des fleurs, au moyen des éthers de pétrole.

La disposition de son appareil est telle que le même dissolvant sert d'une manière continue. Le serpentin condenseur et la réserve sont placés au-dessus des appareils à déplacements, qui sont eux-mêmes au-dessus de l'alambic, d'où les vapeurs d'éther de pétrole remontent au condenseur: il y a circulation du dissolvant.

En outre, pour éviter la perte du dissolvant retenue par les fleurs, il imagine de chauffer avec de la vapeur le vase à déplacement et d'enlever les vapeurs produites par une pompe pneumatique.

Malgré tout, ici encore l'odeur du dissolvant persiste, ce qui empêche l'application du procédé.

V. En 1877, M. HUREAUX imagine de placer entre l'alambic et le serpentin une pompe pour *faire le vide dans la cucurbite et distiller à basse température* la solution parfumée.

Toujours même préjugé que la chaleur altère les parfums, et toujours recours au même procédé de distillation dans le vide, pour obtenir la basse température.

VI. En 1879, MM. SCHNEIDER et NAUDIN prennent un brevet pour l'extraction des parfums au moyen *du vide et du froid*.

Eux aussi sont préoccupés de l'action de la chaleur sur les parfums, ils le disent dans leur brevet.

Pour eux, avant tout, il faut distiller à la température la plus basse possible, les dissolvants employés précédemment étaient bons, ce sont les appareils qui sont défectueux. Il faut distiller à température encore plus basse, si possible. Ils emploient alors l'appareil décrit dans PÉCLET (*Traité de la chaleur*, tome II, p. 254, édition 1878). Ils entourent leur serpentin condenseur d'une machine à glace, afin d'avoir à ce condenseur une température très basse, qui permette d'avoir également à l'évaporateur une très basse température, car ils n'ont pas abandonné le système de *distillation dans le vide au moyen de la différence des températures entre le condenseur et l'évaporateur*, c'est-à-dire le même principe que celui de l'appareil de MM. EGROT, PIVER, GEORGES VILLE, appareil breveté en 1796 par l'ingénieur LEBON, sous le titre de *Distillation au moyen du vide et du froid*.

Le résultat ne varie pas ; il est toujours le même que précédemment : le parfum conserve toujours l'odeur du dissolvant. Plus la distillation a été faite à basse température, plus cette odeur persiste.

Nous pouvons donc dire que tous les inventeurs précédents ayant partagé le préjugé de l'altération des parfums par la chaleur, il n'est pas surprenant que leurs

procédés n'aient pu être adoptés par l'industrie qui a dû conserver l'emploi des anciens dissolvants non volatils.

DISSOLVANTS VOLATILS GAZEUX.

Nous venons de démontrer que la chaleur n'altère pas les parfums, du moins dans certaines limites, de 70 à 80 degrés ; et que de plus les dissolvants volatils liquides dont les points d'ébullition sont supérieurs aux températures habituelles, restent toujours mélangés aux parfums qu'ils ont servi à extraire.

Pour arriver à un bon procédé d'extraction des parfums, il faut donc trouver, avant tout, un *nouveau dissolvant* et, de plus, ne pas craindre de chauffer la dissolution parfumée pour favoriser l'élimination du dissolvant. C'est-à-dire qu'il faut employer des corps gazeux à la température et à la pression ordinaire, facilement liquéfiables par compression, qui, à cet état, dissolvent les parfums et les abandonnent par le retour à l'état gazeux, retour qui peut être rendu très prompt par le chauffage de la dissolution parfumée.

Deux corps remplissent parfaitement ces conditions, ce sont : le *chlorure et l'oxyde Méthyle*.

Le chlorure de Méthyle a été découvert, en 1835, par MM. DUMAS ET PÉLIGOT. C'est un *gaz* incolore, d'une odeur éthérée et d'une saveur sucrée, d'une densité de 1,736. Il est facilement liquéfiable par compression. Son point d'ébullition sous la pression atmosphérique est de 23° *au-dessous de 0*.

M. C. VINCENT, professeur à l'Ecole centrale, a réalisé,

en 1877, sa production industrielle à des prix qui permettent déjà son emploi pour les machines frigorifiques et la fabrication de couleurs méthylées.

L'oxyde de Méthyle a été également découvert par MM. DUMAS ET PÉLIGOT, en 1835. C'est aussi un *gaz* incolore, d'une odeur éthérée, facilement liquéfiable par compression, et dont le point d'ébullition est de 21 *au-dessous de 0*, sous la pression atmosphérique. L'oxyde de Méthyle est fabriqué industriellement par M. TELLIER pour les machines frigorifiques.

Ces deux corps remplissent donc bien les conditions que nous avons indiquées pour de bons agents d'extraction des parfums.

Aussi avons-nous *breveté leur application nouvelle* dans ce but. *Le 30 mai 1879 pour le chlорure de Méthyle, et le 20 février 1880 pour l'oxyde de Méthyle.*

DESCRIPTION DES APPAREILS MASSIGNON FRÈRES

En 1879, nous avons fait nos premiers essais au moyen d'un petit appareil qui nous permettait de traiter de petites quantités de fleurs. C'est en étudiant avec cet appareil de laboratoire, que nous avons combiné une machine industrielle, dont nous avons réalisé la construction et qui fonctionne à *Cannes*, où elle est installée depuis le printemps 1880. Les dimensions de cette machine permettent de traiter 100 kilogrammes de fleurs d'oranger par heure.

L'ensemble des appareils peut être divisé en deux parties bien distinctes, savoir :

1^o Une première partie servant à *l'extraction proprement dite du parfum*;

2^o Une seconde partie ayant pour but de *reliquefier le chlorure de Méthyle* redevenu gazeux en abandonnant le parfum.

PREMIÈRE PARTIE.—EXTRACTION DU PARFUM.

Les organes nécessaires à l'extraction du parfum sont :

1^o *Un appareil à déplacement*, dans lequel les fleurs sont épuisées par un courant de chlorure de Méthyle liquéfié, qui dissout le parfum ainsi que les cires, les graisses et les résines contenus dans les matières premières parfumées ;

2^o *Un appareil d'évaporation*, dans lequel le chlorure de Méthyle liquéfié et chargé de parfum est introduit au sortir de l'appareil à déplacement dans lequel l'épuisement a été fait sous une pression de 3 à 6 kilogr., suivant la température.

L'évaporation est produite simplement en ouvrant à la partie supérieure un orifice, qui permet au chlorure de Méthyle de se rendre à l'appareil de liquéfaction, au fur et à mesure qu'il redevient gazeux sous l'action de la chaleur que l'on fournit à l'évaporation, suivant les besoins du travail ; la température est portée à 70 ou 80 degrés à la fin de l'opération, sans que le parfum soit en rien altéré, ainsi que nous l'avons démontré plus haut.

DEUXIÈME PARTIE. — LIQUÉFACTION DU CHLORURE DE MÉTHYLE

Il s'agit de reliquésifier le chlorure de méthyle gazeux produit par l'évaporateur, afin de l'employer à l'épuisement d'une nouvelle quantité de fleurs.

Pour cela, nous avons adopté les appareils imaginés par M. C. VINCENT et employés par MM. V. BRIGONNET fils et C^{ie}, dans leur fabrique de chlorure de Méthyle, à Saint-Denis.

Au sortir de l'évaporateur, le chlorure de Méthyle gazeux est recueilli dans un *gazomètre*.

Du gazomètre, il est aspiré par une *pompe* qui le comprime et le liquéfie dans un réservoir spécial, où il est prêt à être envoyé de nouveau dans l'appareil à déplacement.

Afin d'enlever au chlorure de Méthyle toute odeur étrangère et de le dessécher, nous avons installé entre la pompe et le gazomètre un épurateur contenant de l'acide sulfurique concentré.

Pour fournir à l'évaporateur la chaleur nécessaire au retour à l'état gazeux du chlorure de Méthyle parfumé, nous avons appliqué notre système de *compensation des températures*, faisant l'objet de notre *brevet du 23 mai 1879*. C'est-à-dire que nous utilisons la chaleur dégagée par la compression du gaz pour compenser le froid produit par le retour à l'état gazeux de la solution parfumée; en un mot, il y a échange des calories positives de la liquéfaction avec les calories négatives de la vaporisation.

Pour extraire le chlorure de Méthyle retenu par les fleurs, nous envoyons dans l'appareil à déplacement un jet de vapeur à 5 kilos. Le chlorure de Méthyle gazeux et la vapeur d'eau sont recueillis dans le gazomètre, dont la cloche est refroidie au moyen d'un courant d'eau pour obtenir la condensation de la vapeur.

Nous avons isolé ainsi non seulement les parfums des fleurs tels que rose, fleur d'oranger, jasmin, tubéreuse, cassis, réséda, etc., etc. ; mais encore nous avons extrait la résine de l'iris et fabriqué les essences de girofles, carvi, anis, poivre, santal, cèdre, etc., etc. Dans ce dernier cas, le produit obtenu étant mélangé d'huile fixe et de matières résineuses, nous le rectifions avec une petite quantité d'eau; l'essence pure distille et les matières grasses et résineuses restent dans l'alambic. Les parfums de fleurs d'oranger et de rose fournissent ainsi à la distillation le néroly et l'essence de roses, en même temps que l'eau distillée de fleurs d'oranger et l'eau distillée de roses.

Les *avantages* de notre procédé sont nombreux et tels qu'il doit être préféré à tous les essais infructueux qui ont été faits antérieurement pour l'emploi des dissolvants liquides volatils, ainsi que sur les dissolvants non volatils.

1^o Il donne le parfum avec toute sa suavité naturelle pour toutes les fleurs, sans exception aucune.

2^o Le parfum est complètement isolé des fleurs, qui ne sentent plus rien après le traitement.

3^o Le parfum ne conserve aucune odeur de dissolvant.

4^o Le parfum est concentré sous un très petit volume.

5^o Le parfum se conserve indéfiniment, il peut être emmagasiné dans les années d'abondantes récoltes, pour remédier aux années de disette.

6^o Les fleurs peuvent être traitées dans tous les pays et sous tous les climats.

7^o Le parfum peut être employé à n'importe quelle époque de l'année. Il n'est plus nécessaire de faire dès la récolte un assortiment de pommades et huiles de divers numéros. On les fabrique au fur et à mesure des demandes, ce qui permet d'avoir toujours des produits frais.

8^o Le parfum peut servir aussi à faire des eaux distillées et du néroly et de l'essence de roses, au fur et à mesure des demandes, ce qui supprime les réservoirs immenses nécessaires à l'emmagasinement des eaux distillées, et permet de plus, d'avoir toujours des eaux fraîches.

9^o Les deux avantages précédents procurent au fabricant la faculté de répondre aux demandes dans l'ordre qu'elles lui sont faites, tant qu'il a du parfum, et, par suite, d'utiliser dans de meilleures conditions ses approvisionnements.

10^o Les pertes considérables que l'on ne peut éviter dans la fabrication des pommades et huiles sont supprimées, d'où une économie considérable.

11^o Le parfum obtenu peut être utilisé avec grand avantage en savonnerie, ce qui n'était pas possible avec les moyens de fabrication actuels; par conséquent, notre procédé ouvre un nouveau débouché d'une importance considérable à l'emploi des parfums de fleurs.

CONCLUSION

L'industrie de l'extraction des parfums par les dissolvants a passé par les phases successives suivantes :

1^o *Emploi de dissolvants non volatils.* — Graisses, huiles, paraffines (Chardin et Massignon).

2^o *Emploi des dissolvants volatils liquides.* — Éther, sulfure de carbone, chloroforme, éther de pétrole, chlorure d'éthyle, etc.

Tous les inventeurs qui imaginent des appareils pour l'emploi de ces liquides, partagent le même préjugé, altérabilité des parfums par la chaleur, aussi distillent-ils tous dans le vide, pour avoir la température la plus basse possible.

ROBIQUET — MILLON — PIVER — G. VILLE
HUREAUX — SCHNEIDER ET NAUDIN

3^o *Application nouvelle des dissolvants volatils gazeux à la température et à la pression ordinaires basée sur :*

La démonstration de l'inaltérabilité des parfums par la chaleur à 70 ou 80°, et de plus sur l'emploi de dissolvants qui, gazeux à la température et à la pression ordinaires, se liquéfient facilement par compression, dissolvent à cet état les parfums, et peuvent les abandonner ensuite facilement par le simple retour à l'état gazeux.

C'est une méthode complètement nouvelle imaginée par nous et pour laquelle nous avons brevetés le chlorure et l'oxyde de Méthyle.

Paris. — Imp. J. DEJEY et C^{ie}, 18, rue de la Perle.

TABLEAU indiquant les progrès successifs de l'Industrie des Parfums

Deux méthodes générales employant } *l'une* les AGENTS MÉCANIQUES,
} *l'autre* les DISSOLVANTS.

AGENTS MÉCANIQUES

Expression	Essences de Bergamote, Citron, Orange	Employé en Italie et en Sicile.
Distillation	ordinaire	— par tous les distillateurs.
	— dans le vide	Brevet ECKOT.
	Méthode pneumatique	Brevet HUREAUX.

Méthode pneumatique

non volatils

altérables	Graisses	Employé par tous les Parfumeurs.
inaltérable	Huiles fixes	Employé par M. A. CHIRIS, à Grasse.

Paraffine

DISSOLVANTS

volatils liquides	1835 Robiquet	Distillation ordinaire	Ether.
	1855 Brevet FERRAND (Cessionnaire	Distillation dans le vide	{ Ether — Chloroforme — Sulfure de carbone
	1856 — MILLON (M. A. PIVER		— Ether de pétrole.
	1860 — GÉORGES VILLE	Distillation dans le vide	Chloroforme — Ether — Benzine.
	1864 — HIRZEL	Distillation ordinaire	Ether de pétrole.
	1877 — HUREAUX	Distillation dans le vide	Ether — Sulfure de carbone.
	1879 — SCHNEIDER et NATPIN	Distillation dans le vide	Alcool — Sulfure de carbone — Chloroforme — de carbone — Ether — Chloroforme —
			Pétrole léger.

volatils gazeux

1879 Brevet MASSIGNON frères.	Gaz liquéfiable par compression.	Chlorure de Méthyle.
1880 — — —	Gaz liquéfiable par compression.	Oxyde de Méthyle.

