

وزارة التعليم العالي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

1ex

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**

**DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT**

**SUJET**

**MODELISATION DE L'EXTRACTION  
DES ESSENCES DU BOIS DE CEDRE  
DE L'ATLAS PAR L'HEXANE**

Proposé par :

**Pr. R. BELABBES  
Mme R. DERRICHE**

Etudié par :

**Mlle N. BENYAHIA**

Dirigé par :

**Pr. R. BELABBES  
Mme R. DERRICHE**

**PROMOTION : JUIN 88**

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**

**DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT**

**SUJET**

**MODELISATION DE L'EXTRACTION  
DES ESSENCES DU BOIS DE CEDRE  
DE L'ATLAS PAR L'HEXANE**

Proposé par :

**Pr. R. BELABBES  
Mme R. DERRICHE**

Etudié par :

**Mlle N. BENYAHIA**

Dirigé par :

**Pr. R. BELABBES  
Mme R. DERRICHE**

**PROMOTION : JUIN 88**





DEDICACES

o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o

A ceux qui ont enrichi mes expériences m'aidant sans le savoir

A Mon Mari

A Mes chers parents et respectables

beaux parents

A Ma sœur et mes belles sœurs

A Mes frères et beaux frères

A Mes chères nièces

R E M E R C I E M E N T S

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

Ce travail a été effectué au département de Genie Chimique de L'ENPA sous la direction de Mr. BELABBES, Professeur à l'ENPA et Mme DERRICHE , chargé de cours dans le même établissement. Qu'ils trouvent, ici, l'expression de ma profonde gratitude pour leur aide et leur conseils précieux .

J'exprime ma sincère reconnaissance à Mr. S.E.Chitour , secrétaire général au Ministère de l'enseignement superieur et Professeur à l'ENPA pour l'honneur qu'il me fait de présider les travaux de mon jury ,

Je remercie Mme Djellas , chargée de cours au département de Génie Chimique, Mr. Boumghar maitre assistant au même département, d'avoir - accepté de siéger à ce même jury.

Que mes camarades de promotion, qui m'ont soutenu tout au long de ce travail, trouvent ici, le témoignage de <sup>ma</sup> sincère amitié .

Pars ailleurs, je tiens à remercier les responsables du laboratoire de Technolgie ( INA ), du parc national de Chréa sans oublier Mr. Chouf ( ENAFLA ) .

Enfin, je ne saurais oublier de remercier tout le personnel du département de Génie Chimique, en particulier, à Mr. TYCZOWSKI , Mr. Bouamoud , pour leur aide efficace et généreuse qu'ils m'ont apportée en de multiples circonstances .

o-o

o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o

Sujet: Modelisation de l'extraction de l'essence de bois de cèdre de l'Atlas par un solvant volatil l 'hexane .

Résumé; Notre travail a consisté à établir un modèle pour un processus d'extaction des essences du bois de cèdre de l'Atlas par un solvant volatil l'hexane .

Cette modelisation a été réalisée en fonction de trois paramètres temps d'extraction; surface d'échange, taux d'humidité, et ce de deux manières différentes.

- Par variation indépendante de chaque paramètre;
- Par planification des expériences .

Enfin dans une dernière étape et à l'aide des tests statistiques nous avons à juger la validité des équations des modèles établis.

Subject: Modeling of extraction of the essence from the Atlas cedar wood using volatil solvent " hexane "

Synapsis: Our work consists of establishing a model for extaction process of the essence from cedar wood using volatil solvent " hexane " This modelisation is realised in function of three variables , time of extraction , exchange surface, rate of humidity, using two methods :

- Independent variation of each variable
- Experiment design

And finally, statistical methods permit us to judge the validity of the model expressions .

الموضوع:

تشيت مثال رياضي لبروز خلع الزيوت بواسطة محلل خفيف من جذع شجر الأرز الأطلاسي.

الملخص:

يستهدف عملنا تطبيق نموذج بروز خلع الزيوت بواسطة محلل خفيف من جذع شجر الأرز الأطلاسي.

أنجزت عملية التمثيل بدلالة ثلاثة (03) ثوابت: زمن الخلع، مساحة التبادل، نسبة الرطوبة، وذلك بطريقة تقريبية: - بواسطة التغير المستقل لكل ثابت.

- بواسطة عملية تخطيط التجارب. وفي المرحلة الأخيرة وبواسطة التحليلات الإحصائية نقرر صلاحية معادلات الأمثلة المشتقة.

-o-o- S O M M A I R E -o-o-  
-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

- \*\* I. GENERALITES
  - I.1. INTRODUCTION
  - I.2. BOTANIQUE
  - I.3. REPARTITION GEOGRAPHIQUE ET ECOLOGIE DU CEDRE DE L'ATLAS DANS LE BASSIN MEDITERRANEEN.
  - I.4. CLASSIFICATION
  - I.5. EXTRACTION
  - I.6. COMPOSITION CHIMIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE
  
- \*\* II. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE
  - II.1. FACTEURS ESSENTIELS INFLUANT SUR L'EXTRACTION
  - II.2. PROCESSUS DE TRANSFERT DE MATIERE
  - II.3. MECANISME DE TRANSFERT DE L'HUILE DANS LE SOLVANT.
  - II.4. LES DIFFERENTES HYPOTHESES.
  
- \*\* III. MODELISATION
  - III.1. INTRODUCTION
  - III.2. LES MODELES
  - III.3. FORMULATION DES MODELES MATHEMATIQUES
  - III.4. DEFINITION DES EFFETS PRINCIPAUX ET DES INTERACTIONS
  - III.5. INTERACTION DE DEUX FACTEURS.
  
- \*\* IV. METHODES STATISTIQUES
  - IV.1. INTRODUCTION
  - IV.2. ANALYSE DE LA VARIANCE
  - IV.3. ANALYSE STATISTIQUE DANS LE CAS D'UN MODELE DU PREMIER ORDRE.
  - IV.4. EFFETS ET INTERACTIONS SIGNIFICATIFS.

\*\* V. PARTIE EXPERIMENTALE

V.1. INTRODUCTION

V.2. PROVENANCE DE LA MATIERE PREMIERE

V.3. APPAREILLAGE

V.4. MODES OPERATOIRES

V.5. RECHERCHES DE L'EQUATION DU RENDEMENT GLOBAL EN HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS PAR VARIATION INDEPENDANTE DE CHAQUE PARAMETRE.

V.5.1. INFLUENCE DU TEMPS D'EXTRACTION SUR LE RENDEMENT EN HUILE

V.5.2. INFLUENCE DE LA SURFACE D'ECHANGE SUR LE RENDEMENT EN HUILE.

V.5.3. INFLUENCE DE L'HUMIDITE SUR LE RENDEMENT EN HUILE

V.5.4. CONCLUSION

V.6. RECHERCHE DE L'EQUATION DU RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE PAR PLANIFICATION DES EXPERIENCES.

V.6.1. CHOIX DE LA PLANIFICATION ET PROGRAMMATION DES EXPERIENCES.

V.6.2. DETERMINATION DES REPONSES Log %E. CALCUL DE L'ERREUR QUADRATIQUE MOYENNE.

V.6.3. ETUDE DE LA FORME SIMPLIFIEE  $a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$ .

V.6.4. ETUDE DE LA FORME  $Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3$ .

V.6.5. ETUDE DE LA FORME  $Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3 + a_{11} X_1^2 + a_{22} X_2^2 + a_{33} X_3^2$ .

V.7. CONCLUSION GENERALE.

CHAPITRE I  
-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

GENERALITES  
o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o

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

-\*o\*-\*o\*-\*o\*-\*o\*-\*o\*-\*o\*-\*o\*-\*o

L'extraction de nombreux produits naturels s'effectue de nos jours à l'aide des solvants volatils, qui respectent les constituants les plus fragiles et donnent des essences olfactivement plus ressemblants à la matière première.

Les essences constituent une source de substances destinées à la production de parfums, d'arômes, des préparations thérapeutiques etc.... Parmi ces essences, celle du bois de cèdre suscite un intérêt certain vu son utilisation grandissante.

Notre travail consiste à modéliser le rendement global en essence du bois de cèdre de l'Atlas extraite par un solvant volatil l'hexane. Pour cela nous aurons à définir en premier lieu des généralités, concernant le bois de cèdre et son essence ainsi que ses modes d'obtention et sa composition. Nous nous intéressons en second lieu à définir la théorie qui gouverne le phénomène d'extraction à savoir les différentes étapes du processus et les différents facteurs s'y afferant ainsi que les différentes hypothèses émises.

Après cette étude, nous aurons à modéliser le rendement de notre essence du bois de cèdre en fonction du temps d'extraction, de la surface d'échange et le taux d'humidité, par deux méthodes.

- Par variation indépendante de chaque paramètre.
- Par planification des expériences.

Enfin, à l'aide des tests statistiques nous aurons à confirmer la validité des équations obtenues et leur acceptabilités.

\*\*\*\*\*.

## I.1. INTRODUCTION

Les essences végétales sont des produits le plus souvent liquides, en général de composition complexe qui existent en petite quantité dans certains végétaux, constituant, pour ainsi dire, la nature la plus caractéristique, la plus essentielle, la plus importante pour l'industriel d'où leur nom d'essences

On distingue :

- Les essences à parfums appelées encore huiles essentielles ou volatiles, plus spécialement mises à contribution dans la parfumerie (extrait savons, ....) grâce à l'odeur suave qu'elles répandent.
- Essences aromatiques qui sont surtout tirées de semences et des fruits et employées pour aromatiser certains aliments et préparer des liqueurs. Pour l'International Standard organisation (I.S.O), comme pour l'association Française de Normalisation (A.F.NOR) et l'American Essential oil committee (A.E.O.C.), l'huile essentielle désigne les produits généralement odorants obtenus, soit par entraînement à la vapeur d'eau de végétaux, soit par expression du péricarpe frais de certains citrus.

Le procédé adéquat pour l'extraction d'une huile essentielle dépend de la partie de la plante qui contient le principe volatil à extraire, il est nécessaire donc de préciser l'espèce botanique, le procédé d'obtention, aussi bien que la partie du végétal traitée.

## I.2. LA BOTANIQUE ( 1, 2 )

La position d'une plante dans la classification générale, son mode de vie, les parties de son organisme qui servent à la production d'essence, les qualités de cette essence selon l'origine de la plante, l'espèce, le climat, la terre, ..... voilà des facteurs importants dont la connaissance s'impose dans la pratique.

### I.2.1 CONDITION CLIMATIQUE

Pour une même essence, l'exposition climatique amène un changement marqué, de même que l'altitude intervient également et un bois poussant en montagne n'aura pas les mêmes caractéristiques que s'il poussait en plain

### I.2.2 CONDITION DU SOL

La nature minéralogique du sol, sa sécheresse ou son humidité interviendront également sur des détails de structure et sur la composition chimique de la plante.

### I.2.3 CONDITION DU PEUPEMENT.

Le régime forestier en taillis, en futaie, en taillis sous futaie, ou à l'état isolé change les conditions de nutriments et par répercussion agit également sur la structure et la composition.

## I.3. REPARTITION GEOGRAPHIQUE ET ECOLOGIE DU CEDRE DE L'ATLAS DANS LE BASSIN MEDITERRANEEN.

Le cèdre de l'Atlas (*Cedrus atlantica* Menetti) trouve son aire naturelle au Maroc et en Algérie.

Sur le plan écologique, le cèdre de l'Atlas se développe dans des climats et sur des sols très variés mais présente des réactions différentes (régénération et croissance) selon les variantes de ces derniers (3)

### I.3.1. REPARTITION DU CEDRE EN ALGERIE ( 3,4,5 )

La cédraie Algérienne occupe environ 2 % de la superficie forestière soit 28 500 hectares, répartie en 20058 ha dans les Aurès, 4000 ha dans la chaîne de HODNA, 400 ha au Mont BABOR, 200 ha au DJURDJURA, 1000 ha à CHREA, et 1000 ha à THENIET EL HAD.

### I.3.2. ECOLOGIE DU CEDRE DE L'ATLAS.

#### I.3.2.1. CARACTERE BOTANIQUE ET CROISSANCE.

Le cèdre de l'Atlas est un arbre résineux de première grandeur, à port droit élancé, et à système racinaire développé.

Il est monoïque, les fleurs mâles sont des châtons et les fleurs femelles sont des cônes. Ces dernières achèvent leur formation à la fin de la 3ème année de leur apparition.

La fructification commence après 35 à 40 ans, elle est abondante à 60ans.

### I.3.2.2. ALTITUDE.

Le cèdre de l'Atlas est une essence montagnarde, ses limites altitudinales supérieures et inférieures sont déterminées par le climat, Le Substratum et le relief.

En Algérie, les limites altitudinales du cèdre diffèrent d'une cédraie à l'autre. Il se localise entre 1500 m et 2000 m d'altitude sur le versant Sud du Mont Babor, par contre, au versant Nord, il descend jusqu'à 1300 m. A Chréa, on le trouve à l'état naturel entre 1200 et 1600m d'altitude, mais il peut prospérer quand il y est introduit à 700 m sur le versant Nord.

Le cèdre de Djurdjura et Theniet-El-Had apparait vers 1300 - 1400 m et s'étend jusqu'à 1900 m d'altitude.

### I.4. CLASSIFICATION.

Le genre cedrus est représenté par les espèces suivantes au Proche Orient : cedrus Libani, Barrel en Turquie, Syrie et au Liban.

Cédrus brevifolia Dode à Chypre, cedrus juniperus au U.S.A

Cédrus deodora dans l'Himalaya, cedrus Atlantica de L'Atlas nous nous limitons à la classification du cèdre de l'Atlas.

Espèce	cedrus atlantica manetti
Genre	cedrus
Famille	Pinaceases
Ordre	Coniférales
Sous ordre	Orbiétales
Embranchement	Gymnos permes

### I.5. L'EXTRACTION. ( 6,7)

Divers moyens ont été mis en oeuvre pour obtenir une huile essentielle qui qualitativement et quantitativement doit se rapprocher le plus de celle qui est contenue dans l'organe de la plante considérée, ceci est difficile, car plusieurs transformations peuvent se produire et intervenir de façon déterminante sur la composition de l'huile essentielle.

### I.5.1. LES DIFFERENTS PROCEDES D'EXTRACTION.

Plusieurs méthodes permettent d'extraire les huiles essentielles des plantes. Le choix du procédé varie avec la nature de la matière à traiter, sa richesse en essence et surtout la fragilité de celle-ci aux températures élevées et à l'eau.

Nous citons pour mémoire :

- l'enfleurage
- l'expression
- Distillation par entraînement à la vapeur d'eau.
- Hydrodistillation
- Extraction par solvants volatils.

#### I.5.1.1. L'ENFLEURAGE.

L'Enfleurage est une méthode très ancienne, basée sur l'affinité que possèdent certaines graisses pour les molécules organiques odorantes. Cette méthode est appliquée pour les matières végétales fragiles telles que <sup>les</sup> pétales de roses, ces dernières sont mises à température ambiante avec un corps gras qui se sature en essence au bout de quelques jours, de ce fait le procédé est considéré long et coûteux, par contre la pommade obtenue après épuisement à l'alcool absolu, puis évaporation sous vide de ce dernier, laisse toute la finesse de l'arôme.

#### I.5.1.2. L'EXPRESSION.

Elle est appliquée au traitement des écorces des hespéridées (citrons, oranges, mandarines, ...) et donne des huiles essentielles qui gardent toutes les caractéristiques aromatiques du fruit.

#### I.5.1.3. DISTILLATION PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU.

Très employée, elle s'applique aux différentes parties des végétaux; écorces, feuilles, racines, graines, etc.

Le principe de cette méthode est simple, il consiste à faire passer de la vapeur d'eau saturée ou surchauffée en dessous de la charge, cette dernière est placée dans un alambic, les principes volatils peu solubles dans l'eau, sont entraînés, puis condensés. La récupération de l'huile se fait par décantation.

#### I.5.1.4. HYDRODISTILLATION.

La méthode consiste à mettre en contact la matière végétale et l'eau bouillante. Ce procédé ne peut-être appliqué dans tous les cas, car il arrive parfois que certaines matières végétales soient altérées à la température d'ébullition d'eau.

#### I.5.1.5. EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS.

L'extraction par solvant est aujourd'hui la méthode la plus pratiquée pour extraire de nombreux produits odorants.

Le principe de cette méthode est également simple, il consiste à épuiser le produit odorant par un solvant à température ordinaire dans des extracteurs hermétiquement clos.

La séparation du solvant de l'extrait se fait par distillation. La qualité des produits obtenus repose sur le choix du solvant.

#### I.5.2. LES SOLVANTS ( 8,9)

##### I.5.2.1. PROPRIETES DU SOLVANT D'EXTRACTION IDEAL.

Les critères auxquels le solvant idéal devrait répondre sont les suivants :

- Ininflammabilité,
- Stabilité chimique aux températures d'utilisation.
- pouvoir solvant élevé,
- sans action chimique sur l'huile
- Constantes physiques rendant son emploi économique, à savoir, point de fusion inférieur à zéro (pour éviter les phénomènes de cristallisation intempestifs), poids spécifique faible et chaleur de vaporisation faible.
- Non toxique
- Neutre à l'égard des appareillages.
- Insoluble dans l'eau et s'en séparant facilement.
- Avoir un bon pouvoir mouillant et pénétrant vis à vis des matières à traiter.
- s'éliminer facilement de l'huile.
- Avoir des propriétés caloriques intéressantes concernant le bilan thermique et ses cycles de récupération.
- Disponibilité en grande quantité, à des prix peu élevés.

#### I.5.2.2. CHOIX DU SOLVANT.

Comme le solvant idéal n'existe pas et comme les conditions qu'il doit satisfaire sont nombreuses, on est amené à faire un compromis, et les procédés actuels d'extraction n'utilisent que quelques solvants qui leur sont mieux adaptés, tout en étant les plus économiques.

Ces qualités exigées pour un solvant idéal n'est jusqu'à ces dernières années jamais pu être toutes réunies dans un même solvant, "l'Hexane" restant celui qui les possédait le mieux à l'exception malheureusement de la première.

Le trichloroéthylène qui a été utilisé pendant assez longtemps semble réunir de nombreuses qualités et si pas plus que l'Hexane, s'il ne les réunit toutes, les raisons de l'abandon progressif de ce solvant sont :

- il attaque l'appareillage, le corode obligeant à utiliser des appareils en acier inox coûteux.

- Son pouvoir extracteur très important oblige à pousser le raffinage de l'huile.

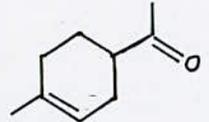
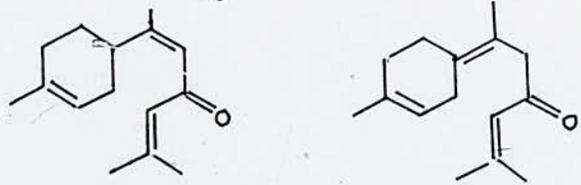
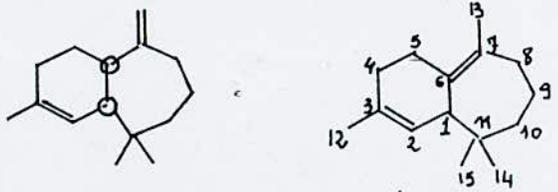
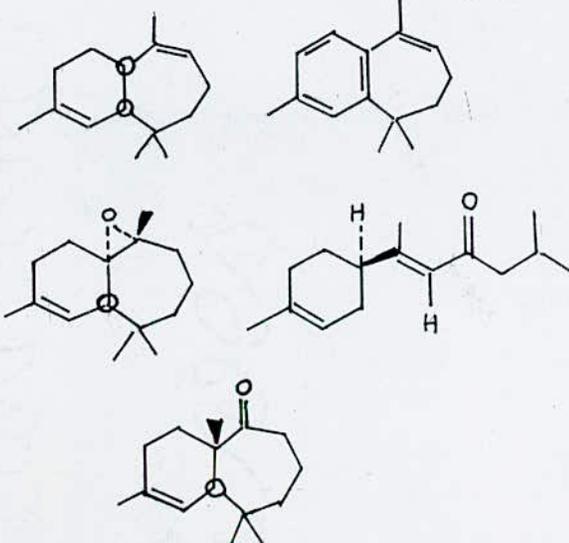
Hexane distille à 68 - 70° C, sa tension de vapeur à 158° C est de 100mm de mercure et ses limites d'exploisivité inférieures et supérieures sont Respectivement 1,2% et 7,5 %.

Il est chimiquement stable aux températures d'utilisation et n'attaque pas les métaux usuels, enfin, il est insoluble dans l'eau.

#### I.6. COMPOSITION CHIMIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE. (10)

Le bois de cèdre de l'Atlas renferme notamment du cédrol et 20 % de cardinène, cependant une étude approfondie sur la composition de cette huile essentielle a fait l'objet des travaux de Mr. PLATTIER et P. TEISSEIRE qui, en 1971, isolèrent cinq nouveaux composés sesquiterpéniques.

Il s'agit de deux hydrocarbures  $\gamma$  himachalène et déhydro - 7,8 aryl himachalène, l' $\alpha$  - époxy - 6,7 himalchalène-2,3, de la dihydro - 12, 13 trans -  $\alpha$  - atlantone, et d'une cétone sesquiterpénique bicyclique dont la structure exacte n'a pu être déterminée avec une certitude absolu. Les composés de l'huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas qui ont été isolés depuis 1902, par GRIMAL, à 1971 par P. TEISSEIRE et M. PLATTIER, sont regroupés dans le tableau.(I.1)

Nom du chercheur	Année de la découverte	Nom du composé	Formule chimique
GRIMAL	1902	Méthyl-1 acetyl-4 cyclohexène	
A. PEAU et P. PLATTNER	1932-1934	α-atlantone, γ-atlantone	
B. BREDEBERG et H. ERDTMANN.	1961	α-himachalène, β-himachalène	
M. PLATTIER et P. TEISSEIRE.	1971	γ-himachalène, déhydro-7,8-arylhimachalène, α-époxy-6,7-himachalène, dihydro-12,13-trans-α-atlantone, cétone sesquiterpénique bicyclique.	

1  
8  
1



## II.1. FACTEURS ESSENTIELS INFLUANT SUR L'EXTRACTION. ( 11,12)

Les facteurs influant sur l'extraction sont généralement plus nombreux qu'on ne le pense " à priori" et chacun d'eux aura une influence qu'il ne faut pas sous-estimer.

Dans le cas de l'extraction par solvant on devra tenir compte non seulement de la présentation de la matière traitée et des propriétés du solvant, mais aussi de tout les autres éléments tels que le temps de contact, l'humidité, épaisseur des particules, températures etc.....

### II.1.1. NATURE ET ETAT DU SOLIDE ET DU SOLUTE.

La nature et l'état physique du soluté ont une importance primordiale. Pour les matières premières d'origine végétale, le soluté contenu dans ces corps est, soit un solide, soit un liquide, stable ou non, en particulier à la chaleur, réparti plus ou moins régulièrement à des teneurs variables dans le végétal.

Pour les matières végétales, le soluté est souvent occlus dans des cellules d'où il est extrait par osmose à travers les parois cellulaires. Plus la matière est finement divisée, plus la surface de contact (ou interface) entre le solide et le liquide est grande et plus le parcours du soluté à l'intérieur du solide est petit, ces conditions se manifestent par une vitesse de transport relativement importante.

Il faut savoir encore que la division en fines particules n'est pas toujours recommandée pour le traitement des matières végétales. En effet, il vaut mieux, lorsque la membrane cellulaire est perméable, réduire le végétal en tranches minces afin de favoriser l'osmose du solvant vers l'intérieur des cellules, puis la dialyse du soluté.

Pour les graines oléagineuses (soja, arachide,....) dont la membrane cellulaire est imperméable aux solvants, la fragmentation en écailles ou en flocons est recommandée, dans ce cas les cellules végétales sont ouvertes et abandonnent par diffusion l'huile au solvant.

### II.1.2. NATURE DU SOLVANT.

Le solvant doit être sélectif, posséder une grande capacité de dissolution, un point d'ébullition peu élevé, une faible viscosité, être ininflammable etc....

Toutes ces qualités ont déjà fait l'objet du paragraphe I.5.2.1. Un bon solvant, sélectif et volatil, fournit des solutions riches en soluté désiré, n'exigeant que des frais d'évaporation réduits. La marche de la diffusion dans les matériaux homogènes ne dépend pas du type de solvant puisque la majeure résistance à la diffusion est due à la structure cellulaire du matériau.

#### II.1.3. TEMPERATURE

L'élévation de la température a une influence favorable, car elle accroît souvent la solubilité et la facilité de diffusion du soluté et diminue la viscosité du liquide.

Toutefois, des températures trop hautes sont à éviter car, dans ces conditions, il peut y avoir extraction de composés nuisibles et dégradation thermique des substances extraites et possibilité de modification de la structure cellulaire de la substance.

#### II.1.4. INFLUENCE DE L'HUMIDITE.

En général, le coefficient de diffusion diminue avec l'augmentation de l'humidité.

Les données rapportées de la littérature sont trop insuffisantes pour définir quantitativement l'influence de l'humidité.

#### II.1.5. INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR DES PARTICULES.

L'épaisseur des particules soumises à l'extraction a une influence considérable sur la vitesse d'extraction. Plus cette épaisseur est faible, meilleure et plus rapide est la pénétration du solvant, d'où l'accroissement de la vitesse d'extraction.

#### II.1.6. INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE.

L'épaisseur des particules n'est pas la seule dimension à mettre en cause, car la granulométrie de la matière première est également très importante, tout au moins dans les limites où le traitement mécanique affecte la structure même des cellules.

#### II.1.6. INFLUENCE DU TEMPS D'EXTRACTION.

Il est évident que le temps d'extraction influe d'une manière visible sur l'extraction.

Toutefois, l'obtention d'un rendement maximal est atteint pour un temps "  $t$  " qui est spécifique à la matière première traitée.

#### II.2. PROCESSUS DE TRANSFERT DE MATIERE. (12,13,14)

L'extraction par solvant est une opération de transfert d'un constituant d'une phase solide dans une phase liquide, qui est réalisée, en principe, simplement par contact intime du solide avec le solvant puis séparation de la solution du solide.

Toutefois, une certaine quantité de solution (huile et solvant) est retenue à la surface du solide, ce qui oblige à procéder à un lavage.

La majeure partie des auteurs considèrent que le facteur limitant du procédé d'extraction est la diffusion de l'huile dans le solvant. Plusieurs études ont été effectuées dans le domaine de l'extraction par solvant volatil des huiles d'oléagineux et plus précisément sur les huiles résiduelles. Si on considère que l'extraction des huiles essentielles par solvant est analogue à l'extraction des huiles résiduelles d'oléagineux, alors on pourra s'inspirer des résultats obtenus et qui seront cités dans ce chapitre.

On peut considérer théoriquement que l'opération comprend trois stades

##### II.2.1. IMBIBITION ET DISSOLUTION.

Au début du procédé, le solvant pur entre en contact avec le solide, délave l'huile qui se trouve sur la superficie. Cette phase est très rapide relativement à la durée du procédé entier de l'extraction, et est réglée selon les lois de transfert de masse en phase liquide entre la solution concentrée contenant l'huile et la masse du solvant.

Successivement le solvant pénètre dans le système de capillaires microscopiques et submicroscopiques qui constitue la structure poreuse des matériaux d'extraction.

L'évolution de ce procédé, est toujours plus lente au fur et à mesure qu'on s'intéresse aux capillaires de plus petites dimensions. Finalement le solvant diffuse à travers la membrane cellulaire et solubilise l'huile.

#### II.2.2. DIFFUSION DE L'HUILE A L'INTERIEUR DES PORES.

La seconde phase est contrôlée par la diffusion de l'huile à l'intérieur des pores, qui entre temps ont été remplis par le solvant. La diffusion caractérise cette phase parce que, sa vitesse dépend de la qualité d'huile à extraire.

Suivant les dimensions des pores, on distingue trois catégories de diffusions :

- a- La diffusion convective, avec des pores de dimensions assez larges (l'ordre du micromètre)
- b- La diffusion libre où la dimension des capillaires n'empêche pas la diffusion moléculaire dans les pores.
- c- La diffusion empêchée où les dimensions de la molécule et du capillaire se rapprochent.

Ce processus, c'est à dire la diffusion du liquide vers la surface externe du solide, joue un rôle important dans la cinétique de l'échange de matière. Ce phénomène de diffusion se conçoit sommairement par le passage du liquide à travers un film mince de liquide entourant les particules; c'est la résistance opposée par ce film (effet de film) aux phénomènes d'échange qui détermine la vitesse de diffusion, généralement lente.

#### II.2.3. TRANSFERT DU SOLUTE VERS LA MASSE RESTANTE DU SOLVANT.

Un écoulement du solvant contenu dans les espaces vides restants des pores capillaires a lieu. La vitesse d'écoulement dans ces vides de très petites dimensions est très lente et c'est elle qui détermine le processus d'extraction et non la diffusion.

#### II.3. MECANISME DE TRANSFERT DE L'HUILE DANS LE SOLVANT. (12,15)

La majeure partie des auteurs considèrent que le facteur limitant du procédé est la diffusion de l'huile dans le solvant qui imbibe ou im-  
pregne le solide. Si on considère que le transfert se déroule dans un

solide homogène immobile et la variation de la concentration en chaque point, est en fonction du temps (transfert non stationnaire); le phénomène peut donc être étudié en appliquant la première loi de Fick.

$$\frac{dm}{dt} = D.A. \frac{\partial C}{\partial X} \quad (1)$$

dans laquelle  $\frac{dm}{dt}$  exprime le taux de transfert en masse par unité de temps.

D : coefficient de diffusion.

$\frac{\partial C}{\partial X}$  est le gradient de concentration dans la direction de l'axe X.

A : surface d'échange.

Dans le cas le plus complexe la diffusion se déroule suivant trois directions de l'espace. L'accumulation du matériau en volume d V détermine une augmentation de la concentration,  $dc = dm/V$  qui est donnée par la seconde loi de Fick.

$$\begin{aligned} \frac{dc}{dt} &= D \left( \frac{\partial^2 c}{\partial X^2} + \frac{\partial^2 c}{\partial Y^2} + \frac{\partial^2 c}{\partial Z^2} \right) \quad (2) \\ &= D \nabla^2 c \end{aligned}$$

Généralement la matière première est préparée en lames minces, dans ce cas précis la diffusion peut être considérée unidirectionnelle. Alors, la seconde loi de Fick se réduit à :

$$\frac{dc}{dt} = D \frac{\partial^2 c}{\partial X^2} \quad (3)$$

pour intégrer cette équation, il est nécessaire de spécifier les conditions limites.

$$\begin{array}{ll} t = 0 & c = c_0 \\ t = \infty & c = 0 \end{array}$$

L'équation (3) peut être résolue par la série récurrente suivante :

$$E = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp \left[ -(2n+1)^2 \cdot \frac{\pi^2}{4} \frac{Dt}{e^2} \right]$$

Dans laquelle E = fraction de l'huile résiduelle.

$$E = \frac{C - C_e}{C_0 - C_e}$$

Ce. concentration de l'huile à l'équilibre.

C<sub>0</sub> : valeur initiale de la concentration C.

C : Concentration de l'huile résiduelle au temps t.

2e: épaisseur du flocon.

La série converge fortement de sorte que nous pouvons nous limiter au premier terme de la série et en passant au logarithme, on aura :

$$\text{Log } E = \text{Log } \frac{t}{\pi e^2} - \left( \frac{\pi^2}{4} \cdot \frac{D}{e^2} \cdot t \right) \quad (4)$$

La première difficulté à l'emploi de l'équation (4) dérive du facteur D qui ne peut être considéré constant durant tous le processus de l'extraction.

Bien peu d'auteurs se sont consacrés à l'étude systématique du coefficient de diffusion en fonction de la variation des divers paramètres expérimentaux.

La seconde difficulté réside dans la non-uniformité du solide, et cela pourra avoir une influence considérable sur l'extraction.

L'intégration de la seconde loi de Fick dans le cas d'un solide non uniforme, a fait l'objet des travaux de M JAMES O. OSBURN et DONALD L. KATZ (15)

#### II.4. LES DIFFERENTES HYPOTHESES. ( 12,16)

Suivant la théorie de diffusion, en portant  $\log E = f(t)$  on obtient une droite, cela se vérifie en pratique seulement dans quelque cas et pour des périodes limitées du temps d'extraction.

La difficulté d'interpréter les données pratiques de l'extraction en termes de diffusion, a attiré divers auteurs à chercher des corrélations empiriques qui serviront à exprimer quantitativement l'influence des variables opératoires et à prévoir la prestation des appareillages industriels.

##### II.4.A HYPOTHESE DE OTHMER ET JÄATINEN.

Selon Othmer et Jaatinen, ni la dissolution, ni la diffusion de l'huile dans le solvant sont les facteurs limitant du procédé, mais la pénétration du solvant dans les capillaires plus fins du solide.

De l'équation de HAGEN, POISEULLE, relative à un mouvement d'un liquide dans un milieu poreux, ces auteurs décrivent une expression de la vitesse d'extraction.

$$-\frac{dc}{dt} = K \left( \frac{\sigma \rho}{\mu} \right) f(c)$$

$\frac{dc}{dt}$  est la variation de la concentration de l'huile résiduelle en fonction du temps.

K : une constante

$\sigma, \rho, \mu$ , sont respectivement, la tension superficielle, la densité et la viscosité dans le mélange.

$f(c)$  est une fonction de la concentration.

#### II.4.2. HYPOTHESE DÖTHMER ET AGARWAL. ( 12 )

Après avoir trouvé, en opérant sur divers matériaux que les lois de diffusion étaient inapplicables, les chercheurs notaient, qu'en portant graphiquement dans le système log - log, la quantité d'huile résiduelle en fonction du temps, ils obtenaient des droites.

La marche de l'extraction peut être exprimée donc par la relation suivante :

$$E = a t^b$$

ou E représente l'huile résiduelle.

t: temps.

Le coefficient b est stable pour une même matière première, à un même degré d'humidité et une température déterminée.

Le coefficient " a " dépend pour une même matière première non seulement de l'humidité et de la température mais aussi du traitement mécanique préalable.

#### II.4.3 HYPOTHESE DE CRANK.

Divers auteurs ont démontré expérimentalement que le mouvement du solvant au contact du solide a une influence pratiquement négligeable sur la vitesse d'extraction. Cela confirme que toute la résistance au transport de l'huile est localisée dans le solide.

CRANK présente graphiquement la solution théorique d'un problème d'extraction avec un coefficient de diffusion constant dans un cas où le transport du soluté dans la phase liquide est un facteur limitant. L'importance de la diffusion dans un solide et d'échange dans la phase liquide peut être exprimée en fonction du nombre adimensionnel

$$\Lambda = \frac{e \varepsilon}{D}$$

ou  $e$  : est la demi-épaisseur

$D$  : diffusivité dans le solide

$\varepsilon$  : le coefficient de transfert de matière dans la phase liquide

Pratiquement pour des valeurs de  $\Lambda > 10$ , le transport dans la phase liquide ne peut être considéré comme un facteur limitant.

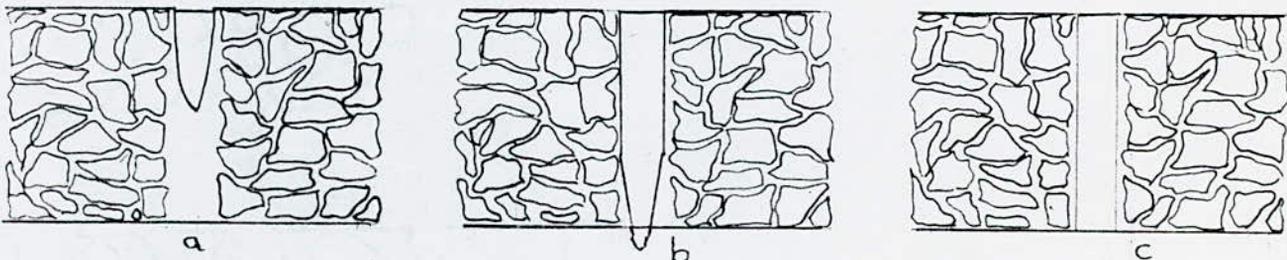
En considérant que les valeurs de  $\varepsilon$  sont de l'ordre de  $10^{-3}$  que  $e \approx 10^{-1}$  cm et que  $D$  varie entre  $10^{-6}$  -  $10^{-3}$ , il se déduit que  $\Lambda \gg 10$  et que par conséquent la vitesse du mouvement du solvant a une influence négligeable sur la marche de l'extraction.

#### II.4.4. HYPOTHESE DE RIGAMONTI

Dans toutes les opérations industrielles, on réalise une série de lavage, afin d'éliminer la majeure partie du soluté, en remplaçant la solution à concentration élevée par le solvant frais ou une solution à concentration plus basse.

La phase de lavage a été étudiée par RIGAMONTI, selon cet auteur, le lavage comprend trois périodes successives:

- a- déplacement,
- b- entraînement,
- c- diffusion.



Périodes successives de la phase de lavage selon RIGAMONTI.

Les appareillages industriels dans lesquels la période de lavage est plus brève, la 3<sup>ème</sup> étape n'a pas une importance alors que dans les appareils où la période de lavage est longue et comprend aussi une phase de stagnation, durant laquelle le mélange de lavage est abandonné au contact du solide.

Enfin, dans tous les cas pratiques, les deux premières phases sont exclues et seule la 3<sup>ème</sup> phase a une importance à la fin de l'épuisement des solides.

-o-o- C H A P I T R E -o-o-

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

M O D E L I S A T I O N

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

### III.1.INTRODUCTION.

La mise en modèle des processus ou modélisation est une opération fondamentale, aussi bien en Génie chimique qu'en d'autres filières : Géologie, prospection de pétrole, hydrologue, aéronautique ect.... Elle répond à plusieurs objectifs dont l'importance relative dépend du phénomène étudié.

Le modèle mathématique se prête particulièrement bien à diverses utilisations.

Une fois établi, il est possible de se rendre compte du comportement du système à la suite d'une modélisation d'un ou plusieurs paramètres. Le modèle permet alors de faire des prévisions, de formuler des recommandations, il ouvre donc la voie aux problèmes de l'optimisation. Les avantages substantiels et divers des différents types de modèles permettent aisément de comprendre que la modélisation des processus constitue une des préoccupations importantes de l'ingénieur.

La première question qui se pose est celle du choix du modèle adéquat.

### III.2.LES MODELES (17)

Un modèle est la représentation plus ou moins approchée d'un processus. Lorsque l'ensemble du processus soumis à un examen est décrit de manière simplifiée au moyen d'un ensemble d'équations mathématiques, on dit que l'on a affaire à un "modèle mathématique".

#### III.2.1.DIFFERENTS TYPES DE MODELES.

Il existe trois types de modèles.

- les modèles homologues.
- les modèles analogues.
- les modèles mathématiques.

##### III.2.1.1. LES MODELES HOMOLOGIQUES.

Dans ce type de modèle il n'y a pas de transposition des variables, à titre d'exemple en hydrodynamique, le débit du gaz ou du liquide dans le processus est représenté par un débit de gaz ou de liquide dans le modèle correspondant.

### III.2.1.2. LES MODELES ANALOGIQUES.

Dans ce type de modèles, il y a transposition des variables en pourra ainsi construire des modèles électriques, électromécaniques pneumatiques, mécaniques.

L'analogie la plus familière est "hydraulique" - "électrique."

Une hauteur de chute d'eau peut-être représentée par une différence de potentiel électrique et réciproquement.

### III.2.1.3. LES MODELES MATHEMATIQUES

Le modèle mathématique est celui vers lequel tendent tous les autres, il doit avoir la forme la plus générale, la plus facilement utilisable. Un modèle mathématique est donc composé d'un ensemble d'équations mathématiques qui, prises individuellement sont simples. Néanmoins, la variété des interactions entre les variables communes aux diverses équations rend l'ensemble généralement complexe.

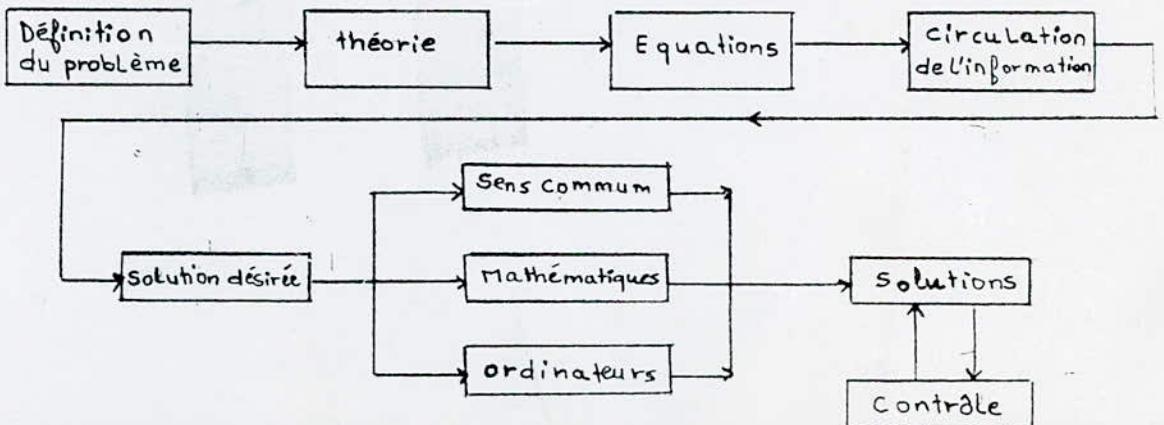
### III.2.2. PROCEDURE POUR UNE APPROCHE ANALYTIQUE DU MODELE. ( 18 )

La procédure générale pour conduire à une étude analytique peut-être regroupée en 7 étapes comme suit :

Le premier pas, peut-être l'un des plus important, c'est la définition du problème lui même, à ce niveau il n'est pas possible d'établir une règle suffisamment générale, pour définir la problématique.

La seconde étape c'est la définition de la théorie qui gouverne le phénomène, cette théorie est souvent disponible à partir de sources différentes publiées ou non publiées, mais pour les cas isolés dans lesquels il n'y a point de théorie publiée, il en vaut la peine de postuler une ou plusieurs, et de tester sa validité après avoir comparé la solution du modèle mathématique avec celle des résultats expérimentaux.

Après la théorie c'est la mise en équations, puis leur résolutions. On place chaque équation dans le bloc de circulation de l'information afin de montrer combien d'équations sont susceptibles d'être utilisées.



La consideration de la solution demandée pour le modèle est une étape préliminaire et nécessaire pour la phase de compilation.

La phase de compilation qui s'en suit offre plusieurs directives à la solution. La sélection de la méthode dépend de la complexité des équations à résoudre.

Il y a trois niveaux généraux, le plus élémentaire est : "le sens commun" la solution désirée peut être obtenue à partir du modèle par vérification, si les équations ou les solutions demandées sont suffisamment simples, il est clair que cette technique ne peut pas être extrapolée pour les cas plus complexes.

Le second niveau, encore réduit aux systèmes des modèles complexes, résoud les équations par la méthode analytique.

La dernière phase est l'étude et la vérification de la solution obtenue à partir du modèle mathématique.

### III.3. FORMULATION DES MODELES MATHEMATIQUES.

L'Etablissement d'un modèle, aussi simple soit-il requiert des résultats expérimentaux, et le problème est de connaître le nombre, la précision et la localisation des résultats nécessaires à l'établissement du modèle.

Il existe deux situations extrêmes, soit qu'on dispose d'un certain nombre de résultats expérimentaux, soit un terrain vierge où l'on imagine l'expérimentation c'est les plans d'expériences.

#### III.3.3. LES PLANS D'EXPERIENCES. ( 17,19)

Lorsqu'on ne dispose pas de résultats expérimentaux en quantité suffisante ou lorsque leur qualité médiocre ne permet pas l'élaboration d'un modèle, il serait donc important de définir le programme d'expérimentation. Un plan d'expériences est constitué par une série d'essais effectués selon un programme systématique.

L'objectif final du plan est de permettre l'élaboration d'un modèle mathématique moyennant le minimum d'essais.

Le programme expérimental le plus logique et le plus souhaité pour n'importe quel système physique ou situation, est le plan factoriel.

Les conditions expérimentales sont choisies par la sélection de niveau fixe pour chaque variable.

III.3.1.1. PLAN FACTORIEL  $2^n$

Le plan d'expériences dont l'application est la plus générale pour les modèles formels est le plan factoriel à deux niveaux, dit plan factoriel  $2^n$ . Un tel plan nécessite  $2^n$  essais correspondant au total des combinaisons des deux niveaux des  $n$  variables.

Afin de simplifier l'écriture de toutes les combinaisons, il faut définir un nouveau système de coordonnées en prenant pour origine le point d'intersection des valeurs moyennes entre les deux niveaux de chaque variable.

Soit  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3, \dots, \alpha_n$ , les  $n$  variables, et  $\alpha_{1i}, \alpha_{2i}, \alpha_{3i}, \dots, \alpha_{ni}$  ;  $\alpha_{1s}, \alpha_{2s}, \alpha_{3s}, \dots, \alpha_{ns}$

Les valeurs inférieures et supérieures de ces  $n$  variables.

Le nouveau système de coordonnées défini a pour origine  $(0, 0, \dots, 0)$ ,

le point  $\left( \frac{\alpha_{1i} + \alpha_{1s}}{2}, \frac{\alpha_{2i} + \alpha_{2s}}{2}, \dots, \frac{\alpha_{ni} + \alpha_{ns}}{2} \right)$

$\alpha_{1m} \qquad \qquad \qquad \alpha_{2m} \qquad \qquad \qquad \alpha_{nm}$

Si l'on substitue aux  $n$  variables, les variables réduites;

$X_1, X_2, \dots, X_n$ , de la forme

$$X_1 = \frac{\alpha_1 - \alpha_{1m}}{\Delta \alpha_1} ; \quad X_2 = \frac{\alpha_2 - \alpha_{2m}}{\Delta \alpha_2} ; \dots ; \quad X_n = \frac{\alpha_n - \alpha_{nm}}{\Delta \alpha_n}$$

$$= \alpha_1 \alpha_1 + \beta_1 ; \quad = \alpha_2 \alpha_2 + \beta_2 ; \dots ; \quad = \alpha_n \alpha_n + \beta_n$$

où  $\Delta \alpha_1 = \frac{\alpha_{1s} - \alpha_{1i}}{2}$  ;  $\Delta \alpha_2 = \frac{\alpha_{2s} - \alpha_{2i}}{2}$  ;  $\dots$  ;  $\Delta \alpha_n = \frac{\alpha_{ns} - \alpha_{ni}}{2}$

Le domaine expérimental est transformé, dans le nouveau système, en un hypercube centré à l'origine  $(0, 0, 0, \dots, 0)$  et dont les sommets ont respectivement pour coordonnées  $(\pm 1, \pm 1, \dots, \pm 1)$

Autour de l'origine, on admet que la grandeur  $Y$  dont on étudie la variation peut-être développée suivant une fonction polynomiale de  $X_1, X_2, \dots, X_n$ , du type.

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + \dots + a_n X_n + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + \dots + a_{1n} X_1 X_n +$$

$$a_{23} X_2 X_3 + \dots + a_{2n} X_2 X_n + \dots + a_{123 \dots n} X_1 X_2 X_3 \dots X_n$$

C'est le "modèle du premier ordre"

les  $2^n$  manipulations fournissent  $2^n$  valeurs de  $Y$  et permettent donc de déterminer les valeurs des  $2^n$  coefficients " a " de l'équation précédente.

III.3.1.2. LES AUTRES PLANS D'EXPERIENCES.

Dans le cas du plan factoriel  $2^n$  chaque variable peut occuper que deux niveaux.

Il existe d'autres plans où les n variables occupent 3,4 ou même m niveaux, on dira alors qu'on a affaire à des plans  $3^n$ ,  $4^n$ ,  $m^n$

On cherche alors à diviser le plan d'experiences en blocs, chaque bloc d'essais comprenant le même nombre d'essais, ceci étant judicieusement répartis dans le domaine de telle manière que chaque bloc ait le même poids.

C'est le principe de découpage en plans factoriels partiels,

$3^{n-p}$   $4^{n-p}$   $5^{n-p}$  , P étant l'ordre de la reduction du plan

III.3.2. MODELE "COMPOSITE CENTRAL ROTASTABLE "

Si le modèle du premier ordre s'évère inadéquat, on peut essayer de le représenter par un polynôme du deuxième ordre.

$Y = a_0 + a_1 X_1 + \dots + a_n X_n + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + \dots + a_{1n} X_1 X_n + a_{23} X_2 X_3 + \dots + a_{24} X_2 X_4 + \dots + a_{2n} X_2 X_n + \dots + a_{123\dots n} X_1 X_2 \dots X_n + a_{11} X_1^2 + \dots + a_{nn} X_n^2$

Pour estimer tous les coefficients de ce modèle on ajoute au plan initial  $2^n$ ,  $2n$  experiences supplémentaires.

Lorsque n est supérieure ou égale à 3 le composite central rotastable est composé d'un hypercube dans n dimensions avec  $2^n$  points ou  $2^{n-p}$  fractions d'hypercube, plus l'hyperoctaèdre avec 2 n points.

Les coordonnées de l'hypercube, dans n dimensions sont données par les éléments du Plan factoriel  $2^n$   $(\pm 1, \pm 1, \dots, \pm 1)$  et les coordonnées correspondant au hyperoctaédre sont de la forme  $(\pm \alpha, 0, 0, \dots, 0)$ ;  $(0, \pm \alpha, 0, \dots, 0)$ ;  $\dots$ ,  $(0, 0, \dots, \pm \alpha)$  pour le rotostable du second ordre la valeur de  $\alpha$  est donnée par la formule suivante :

$$\alpha = (2^n)^{1/4} \quad \text{ou } n \text{ étant le nombre de variables.}$$

Cette valeur de  $\alpha$  garantie que le modèle est rotastable et donne lieu à une très faible erreur.

#### III.4. DEFINITION DES EFFETS PRINCIPAUX ET DES INTERACTIONS.

L'effet simple d'un facteur est défini comme la variation de la réponse provoquée par un changement de niveau de ce facteur. Dans un plan factoriel  $2^3$ , chaque facteur possède quatre effets simples.

La moyenne de ces quatre effets simples représente l'effet global moyen d'un facteur, et caractérise l'influence individuelle de ce facteur.

Les interactions correspondent à l'effet simultané de deux ou plusieurs facteurs.

L'interaction du premier ordre entre deux facteurs peut se calculer à partir de la différence entre l'effet principal du premier de ces deux facteurs pris au niveau supérieur de l'autre, et l'effet principal de ce même facteur, pris au niveau inférieur de l'autre.

#### III.5. INTERACTION DE DEUX FACTEURS. ( 20)

L'un des avantages de la planification factorielle est de connaître non seulement les effets indépendants de chaque variable mais aussi les interactions entre les variables.

Physiquement qu'est ce que c'est l'interaction de deux facteurs ?

On considère les variables  $X_1$  et  $X_2$ , si l'effet du changement de  $X_1$  est le même pour les deux niveaux de  $X_2$ , on pourra dire qu'il n'y a pas d'interaction entre  $X_1$  et  $X_2$ .

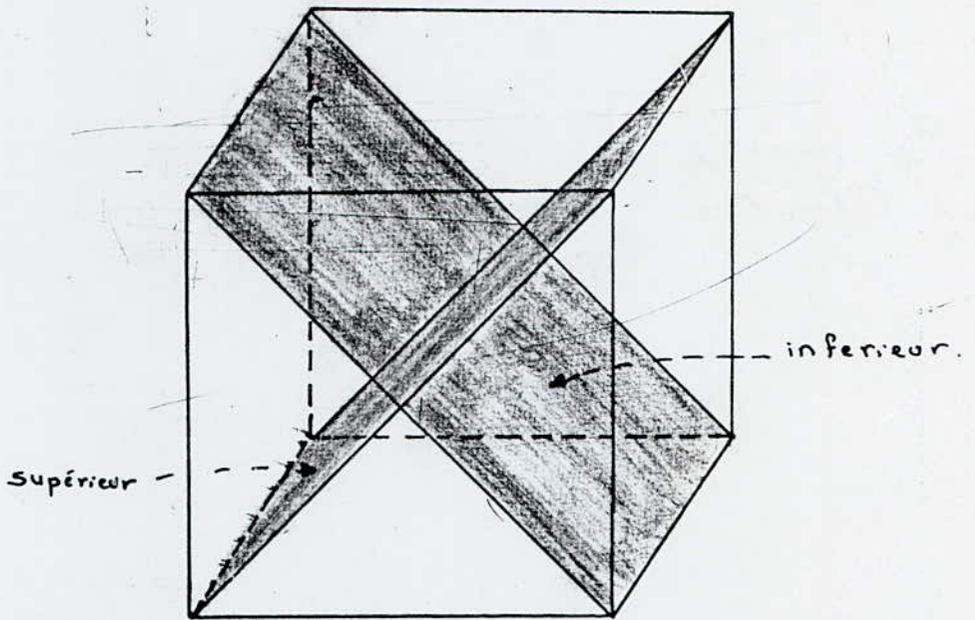
Par contre si l'effet du changement de  $X_1$  n'est pas le même pour les deux niveaux de  $X_2$ , alors, on dira que  $X_1$  et  $X_2$  interagissent.

Dans ce cas l'effet d'un facteur ou variable dépend du niveau de l'autre.

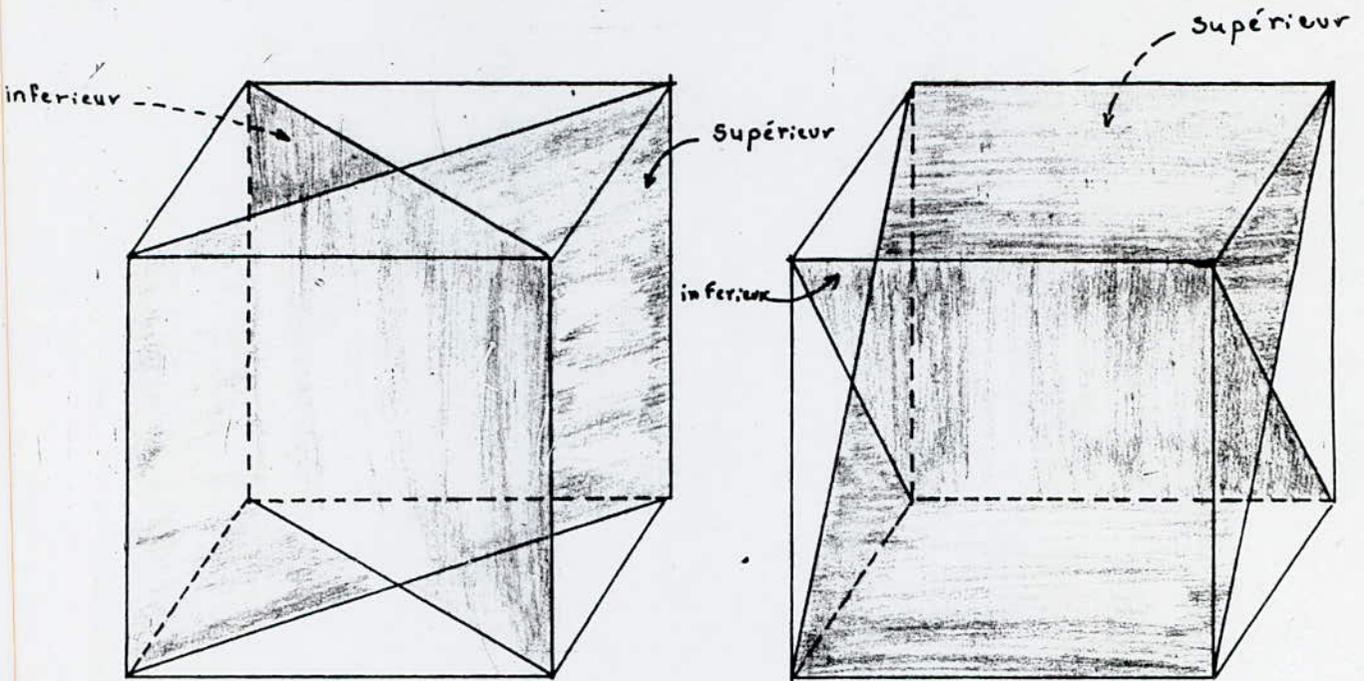
Si on considère le cas de trois variables, il y a trois interactions de deux facteurs  $X_1, X_2$  ( $E_{12}$ ) ;  $X_2, X_3$  ( $E_{13}$ ) ;  $X_1, X_3$  ( $E_{23}$ )

$E_{12}$  ;  $E_{13}$  ;  $E_{23}$  sont représentés dans la figure (III.1)

Fig : N° III.1



E 12



E 1.3.

E 2.3.

Interaction de deux Facteurs

CHAPITRE IV

METHODES STATISTIQUES

-o-o-o-o-o-o-

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

#### IV.1. INTRODUCTION

Les méthodes statistiques utilisées dans le traitement des résultats expérimentaux, font toujours référence aux mêmes notions de base, que ce soit des résultats issus ou non de plan d'expériences ou quelque soit le type de modèle, de sorte qu'il n'existe pas de différence de nature dans la résolution des problèmes divers à traiter, mais tout au plus une différence de technique ou de présentation, et une plus ou moins grande facilité de traitement.

#### IV.2. ANALYSE DE LA VARIANCE. ( 18,21)

Quand on utilise le modèle établi, on peut calculer les valeurs  $\hat{Y}_i$  que donne ce modèle en chaque point  $(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n)$  du plan puis  $\sum \hat{Y}_i^2$  appelée somme des carrés due à la régression.

Cette somme peut-être divisée en plusieurs composantes.

- So, une somme de carrés à un degré de liberté, associée au coefficient estimé  $\alpha_0$ .
- $\sum S_i$ , somme des carrés à  $p$  degrés de liberté, associée aux  $p$  autres coefficients estimés, chaque  $S_i$  ayant un degré de liberté.

La somme des carrés des observations peut-être divisée en deux composantes.

- $\sum \hat{Y}_i^2$  somme des carrés due à la régression.
- $\sum (Y - \hat{Y})^2$  somme des carrés des résidus.

Quand les coefficients du modèle sont déterminés avec précision par la méthode des moindres carrés on pourra écrire que :

$$\sum Y^2 = \sum \hat{Y}^2 + \sum (Y - \hat{Y})^2$$

La somme des carrés des résidus peut aussi être divisée en deux composantes additives, une somme de carrés due à l'erreur S E et une somme de carrés due à l'insuffisance du modèle pour représenter les données

Si  $Z$  observations interviennent dans  $\sum Y^2$ , cette quantité est dite avoir  $Z$  degrés de liberté.

Si  $V$  coefficients sont nécessaires pour calculer les valeurs  $\hat{Y}_i$ ,  $\sum \hat{Y}_i^2$  est dite avoir  $V$  degrés de liberté.

Les degrés de liberté de  $\sum (Y - \hat{Y})^2$  sont obtenus par différence.  
 On regroupe toutes ces données dans la table d'analyse de la variance avec les différents degrés de liberté.

- Somme des carrés des observations.

$$\sum Y^2$$

Degrés de liberté

$$Z = 2^n + 2n + L$$

n: nombre de variables  
 L: nombre de répétition

- Somme des carrés due à la regression

$$\sum \hat{Y}^2 = S_0 + \sum_{i=1}^{p-\alpha'} S_i$$

$$V = (1 + p - \alpha')$$

-  $S_0$ : somme des carrés associée au coefficient estimé a 0 1

$\sum_{i=1}^{p-\alpha'} S_i$ : somme des carrés associée au  $p - \alpha'$  autres coefficients estimés et non négligés.

( $p - \alpha'$ )

$\alpha'$ : nombre de coefficients négligés

- Somme des carrés des résidus

$$\sum (Y - \hat{Y})^2 = \sum Y^2 - \sum \hat{Y}^2$$

$$(2^n + 2n - L) - (1 + p - \alpha')$$

- Somme des carrés due à l'erreur.

$$SE = \sum_{i=1}^L (Y_i - Y_m)$$

$$L - 1$$

$Y_m$ : valeur moyenne de Y

- Somme des carrés due à l'insuffisance du modèle pour représenter les données.

$$(\sum Y^2 - \sum \hat{Y}^2) - SE$$

$$(2^n + 2n + L) - (1 + p - \alpha') - (L - 1)$$

- Moyenne quadratique de "manque de corrélation"

$$MQ_{Mc} = \frac{(\sum Y^2 - \sum \hat{Y}^2) - SE}{2^n + 2n - p + \alpha'}$$

$$2^n + 2n - p + \alpha'$$

- Erreur quadratique moyenne

$$EQ.M = \frac{SE}{L - 1}$$

$$L - 1$$

#### IV.3. ANALYSE STATISTIQUE DANS LE CAS D'UN MODELE DU 1er ORDRE.

On estime en premier lieu l'erreur quadratique moyenne sur les résultats expérimentaux. Si on admet que l'erreur est la même pour chaque expérience, il suffit de répéter une manipulation plusieurs fois, et l'erreur quadratique moyenne s'obtient alors par la formule.

$$E.Q.M = \sum_{i=1}^L \frac{(Y_i - Y_m)^2}{L - 1}$$

L : étant le nombre de répétitions de l'expérience

$Y_m$  : la valeur moyenne de la grandeur  $Y$

$$Y_m = \sum_{i=1}^L Y_i / L$$

L'erreur quadratique moyenne est une estimation de la variance, indépendante du modèle, puisqu'elle est obtenue à partir d'observations répétées.

En général on choisit de répéter les essais dans les conditions expérimentales du point central de coordonnées réduites (0, 0, ..., 0)

#### IV.4. EFFETS ET INTERACTIONS SIGNIFICATIFS. ( 22,23)

Comme nous l'avons déjà cité dans l'analyse de la variance, la somme des carrés due à la regression se divisait en deux composantes  $S_0$  et  $\sum_{i=1}^p S_i$ . Les  $S_i$ , divisées par leur degré de liberté égale à 1, sont en fait des grandeurs statistiques, dérivées des effets principaux et des interactions, appelées moyenne quadratique  $M Q_i$ . La comparaison des  $M Q_i$  avec l'erreur quadratique moyenne  $E Q M$  permet d'éliminer les effets et interactions non significatifs.

Cette comparaison s'effectue à l'aide des tests statistiques de FISHER. Elle utilise le rapport  $F$  à 1 et  $L - 1$  degré de liberté.

#### IV.5. VALIDITE DU MODELE ( 20)

La validité du modèle est déterminée à l'aide des données mesurées  $y$  et calculées  $\hat{y}$ , et utilise de nouveau le critère de FISHER. (22, 23)

Pour tester le modèle proposé, il faut calculer le rapport  $F$  de manque de corrélation.

Il est obtenu en divisant la moyenne quadratique du "manque de corrélation" par l'erreur quadratique moyenne.

Si le rapport F est non significatif, on peut conclure que la variation sur le modèle proposé est inférieure aux erreurs expérimentales, et par suite que ce modèle représente convenablement les données.

Nous n'aurions pas à rejeter le modèle si :

$$\frac{MQ_{mc}}{EQM} < F(\ell^n + \ell n - p + \alpha', L - 1)_{0,95}$$

0,05 étant le seuil de confiance généralement adopté en Génie chimique. Les statistiques apportent en fait une méthode objective, quantitative pour tester la validité d'une expression mathématique dont on se fixe la forme à priori.

PARTIE EXPERIMENTALE

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

V.I. INTRODUCTION

Notre travail consiste à établir un modèle mathématique pour un processus d'extraction des essences du bois de cèdre de l'Atlas par un solvant volatil "l'hexane". Le rendement en essence de cette extraction par solvant volatil dépend de plusieurs paramètres, dans ce contexte, nous essayerons de rechercher l'équation du rendement global en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas par deux méthodes :

1. Variation indépendante de chaque paramètre.

2. Planification des expériences.

Nous donnerons pour chacune des deux méthodes la relation mathématique liant les différents paramètres. Nous terminerons notre travail par des tests statistiques permettant de juger la validité du modèle et de son acceptabilité.

o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o

## V.2. PROVENANCE DE LA MATIERE PREMIERE

Le bois de cèdre de l'Atlas provient de la station de Chréa (wilaya de Blida).

- . Région : Atlas Blidéen
- . Longitude ~~Green~~ : 2° 7'
- . Latitude Nord : 36° 26'
- . Altitude : 1500 m
- . Pente : 50°
- . Exposition : Sud

## V.3. APPAREILLAGES

L'appareillage utilisé dans l'extraction par solvant est très simple, il comprend trois éléments essentiels.

### V.3.1. ALAMBIC

C'est un cylindre en cuivre surmonté d'un châteaueu, muni de vis papillons et de ressorts afin de permettre l'hermétisation et d'éviter les fuites éventuelles.

Le châteaueu se prolonge à sa partie supérieure par une conduite cylindrique et que l'on appelle col de cygne, celle ci est raccordée au condenseur par lequel passe le mélange de vapeur eau-solvant.

A l'intérieur du cylindre en cuivre ou cucurbite sont placés trois plateaux perforés.

Sur la partie inférieure et latérale de la cucurbite, on a la présence de robinets permettant respectivement la récupération du solvant chargé d'huile et le passage de la vapeur d'eau.

### V.3.2. CONDENSEUR.

C'est un cylindre en cuivre muni en son centre d'une conduite dans laquelle sont condensées les vapeurs d'eau chargées de solvant.

Le condenseur comporte à sa partie supérieure, une entrée d'eau de refroidissement et à sa partie inférieure deux robinets, l'un permettant l'évacuation progressive de l'eau de refroidissement et l'autre permettant la récupération du solvant par la vapeur d'eau.

### V.3.3. LA SOURCE DE VAPEUR

Les vapeurs servant à récupérer le solvant proviennent d'une chaudière de forme parallélépipédique, recouverte d'amiante, utilisant un chauffage mixte résistances-brûleurs à gaz, munie d'un thermomètre permettant de lire la température des vapeurs d'eau, d'une entrée et d'une sortie d'eau et d'un indicateur de niveau.

### V.4. MODES OPERATOIRES.

#### V.4.1. PURIFICATION DU SOLVANT.

Avant de procéder à l'extraction, on purifie le solvant car la qualité de l'huile dépend dans une large mesure de la pureté des produits.

La purification du solvant s'effectue à l'aide d'un appareil de distillation, le montage de ce dernier est très simple (voir schéma) (V.2.)

Le solvant est mis dans un ballon tricolé, muni d'une ampoule à décanter permettant ainsi l'alimentation continue en solvant.

Le chauffage est assuré par un chauffe ballon thermostaté permettant de maintenir la température de chauffe constante.

Les vapeurs montent à travers une colonne de vigreux, celle ci retient les impuretés qui tombent dans le ballon.

Les vapeurs du solvant, ainsi purifiés se condensent dans un réfrigérant et sont recueillies dans un ballon de recette. La pureté du produit est vérifiée en faisant une analyse chromatographique en phase gazeuse.

Par ce procédé, nous avons pu atteindre un degré de pureté de 99,96 %.

#### V.4.2. EXTRACTION A FROID

Le bois de cèdre est coupé à l'aide d'une raboteuse en copeaux. La matière végétale est ensuite pesée et répartie uniformément sur les plateaux afin d'éviter les chemins préférentiels créés par le solvant.

Avant de procéder au remplissage de la cucurbite par le solvant, il est nécessaire de vérifier que le robinet de vidange et la vanne permettant l'entrée de la vapeur sont bien fermés.

On remplit la cucurbite avec le solvant jusqu'à ce que la matière végétale y baigne.

Nous fermons alors celle-ci à l'aide du chapeau liée précédemment au col de cygne et au condenseur.

Une fois le temps d'extraction écoulé , nous récupérons le solvant chargé d'huile , puis on effectue un lavage de 15 mn à l'aide d'une nouvelle charge de solvant frais .

Nous ouvrons les robinets de l'eau refroidissement et d'entrée et de sortie du condenseur ainsi que les vannes de cucurbit afin de permettre le passage de la vapeur d'eau, celle-ci monte à travers la matière végétale en se chargeant de solvant , puis se condense .

La séparation du mélange hexane-eau se fait par simple décantation .

#### V.4.3. RECUPERATION DU SOLVANT .

La récupération du solvant s'effectue à l'aide du même appareillage que celui utilisé pour la purification , nous procédons également de la même manière , mais dans ce cas , on ne peut pousser la distillation car le chauffage à des températures élevées peut détériorer la qualité de notre huile, de ce fait nous utiliserons le rotavapeur ; ce dernier est muni d'une pompe qui permet de créer le vide et par la suite réduire la température d'ébullition du solvant et on pourra par cette méthode récupérer presque la totalité du solvant .

#### V.5. RECHERCHE DE L'EQUATION DU RENDEMENT GLOBAL EN HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS PAR VARIATION INDEPENDANTE DE CHAQUE PARAMETRE .

Le but poursuivi est d'établir l'équation du rendement en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas, valable dans un domaine .

Cela se fait généralement en faisant varier les variables une à une et cela de façon systématique .

Après une rétrospective bibliographique approfondie de pratiquement de tous les paramètres pouvant influencer l'extraction des huiles, nous nous sommes limités à trois paramètres qui influent d'une manière significative, et dont ils nous sont accessibles .

On travaillera avec les conditions suivantes :

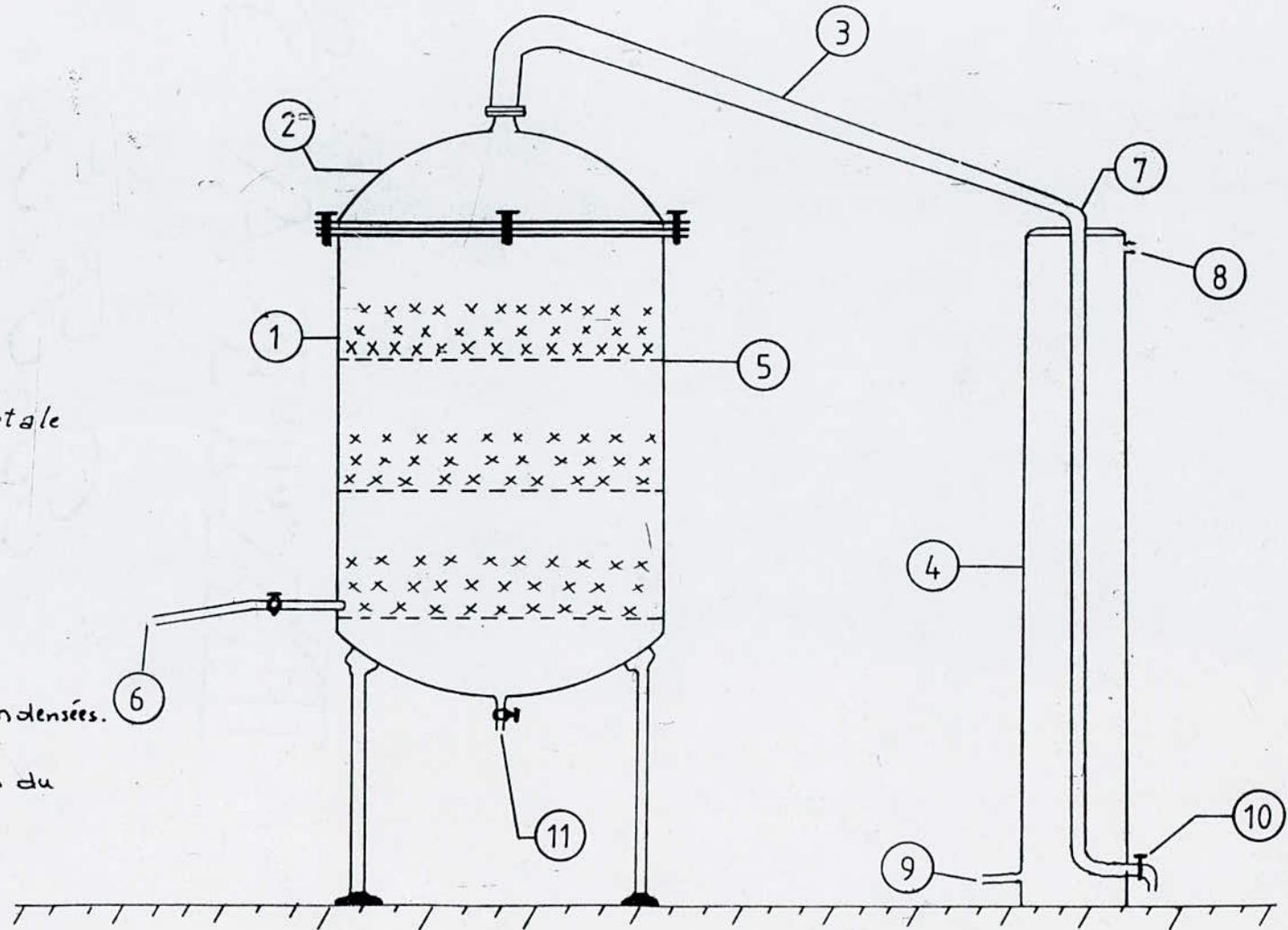
\_ Température ambiante  $T =$  constante

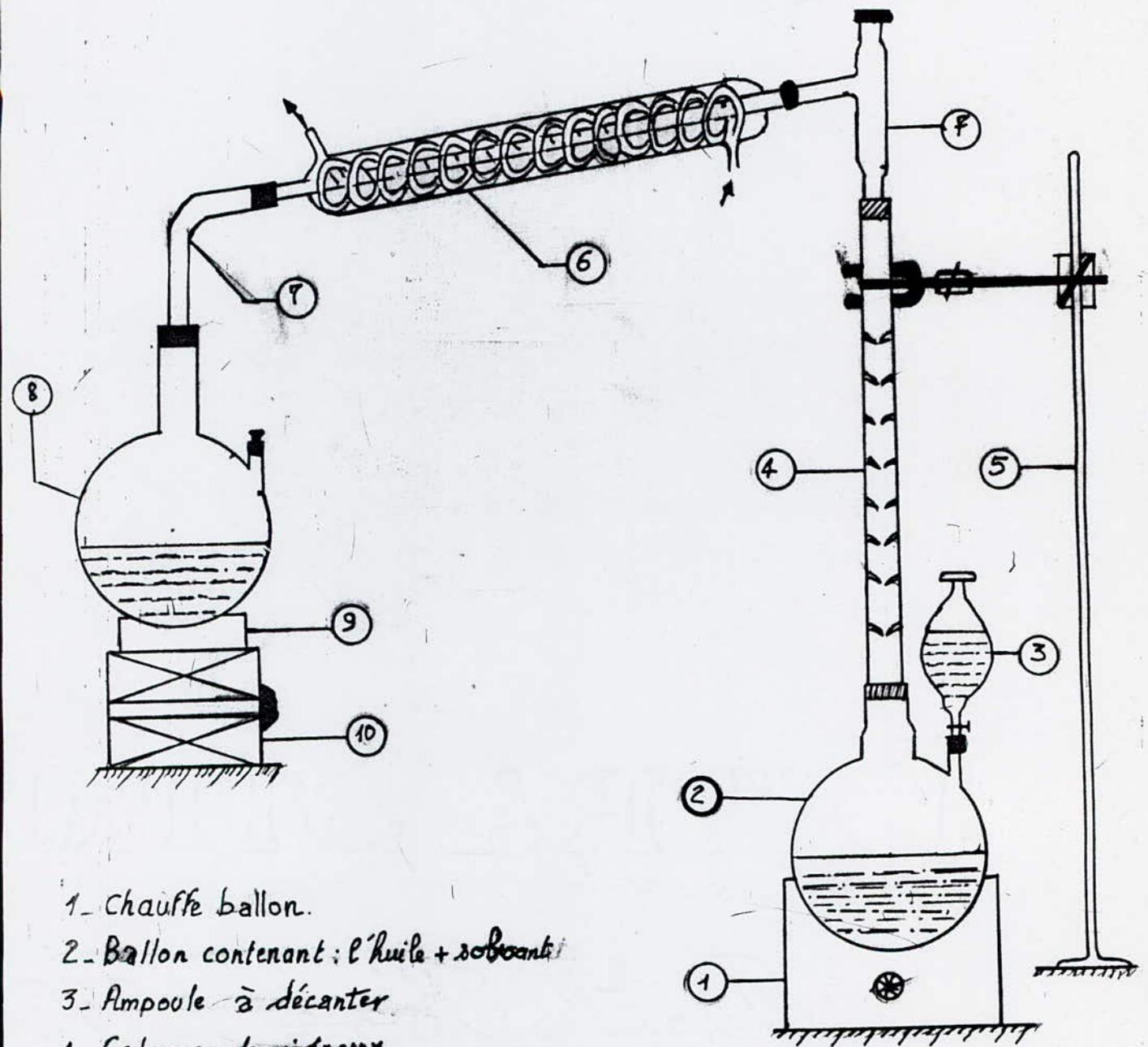
\_ Solvant : 1 l hexane

On étudiera :

FIG.V.1. APPAREILLAGE D'EXTRACTION PAR SOLVANTS VOLATILS

1. Cucurbite
2. Chapiteau
3. Col de Cygne
4. Condenseur
5. Plateau perforé chargé de matière végétale
6. Entrée de vapeur
7. Sortie de vapeur de l'alambic
8. Entrée de l'eau de refroidissement.
9. Sortie de l'eau de refroidissement.
10. Sortie des Vapeurs (eau + solvant) condensées.
11. Robinet permettant la récupération du solvant chargé d'essence.





- 1 - Châuffe ballon.
- 2 - Ballon contenant : l'huile + solvant
- 3 - Ampoule à décanter
- 4 - Colonne de vigreux
- 5 - Support avec noix et statif.
- 6 - Réfrigérant à serpentin
- 7 - Coudes
- 8 - Ballon de recette contenant le solvant
- 9 - Porte-ballon
- 10 - Boyle

APPAREILLAGE DE PURIFICATION  
ET DE RECUPERATION DU SOLVANT

fig. N° V.2

- a) L'influence du temps d'extraction sur le rendement en huile
- b) l'influence de la surface d'échange sur le rendement en huile
- c) l'influence de l'humidité sur le rendement en huile.

V.5.1. INFLUENCE DU TEMPS D'EXTRACTION

Dans cette partie, nous étudierons essentiellement l'influence du temps d'extraction sur le rendement en huile essentielle. La masse de la matière végétale est de 150 grammes par plateau, il y a trois plateaux dans l'alambic, soit au total 450g par alambic. Le volume du solvant utilisé est de 9 litres.

tableau I. INFLUENCE DU TEMPS D'EXTRACTION SUR LE RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE.

Temps D'Extraction	0H 30	1H	1H 30	2H	2H 30	3H	3H 30
Masse de l'huile (g)	7,365	8,595	9,641	10,350	10,800	11,529	10,243
% mass. de l'huile % E	1,637	1,910	2,142	2,300	2,400	2,562	2,276
Temps d'extraction (t)	4H	4H30	5H	6H	24H	30H	
masse de l'huile	3,650	2,644	2,300	1,500	1,770	10,412	
% mass. de l'huile % E	0,811	0,587	0,511	0,333	0,393	2,314	

### INTERPRETATION DU TABLEAU I.

Nous remarquerons en premier lieu qu'on obtient un maximum d'extrait pour un temps d'extraction de 3 h.

Le rendement augmente au fur et à mesure que le temps d'extraction augmente, atteint un maximum, puis diminue au lieu de rester constant, nous pensons que cela est dû au phénomène d'osmose.

Pour les matières végétales, le soluté est souvent occlus dans les cellules d'où il est extrait par osmose à travers les parois cellulaires. En effet, le solvant pur pénètre dans les cellules à travers les parois cellulaires perméables, dissout les substances présentes dans ces cellules puis diffuse à travers la membrane cellulaire des cellules non brisées.

Le solvant est donc passé dans un premier temps du milieu le moins concentré vers le milieu le plus concentré, une fois les substances dissoutes il refait le trajet inverse, ce qui correspond bien à une augmentation du rendement.

Cependant, notre matière végétale est constituée de cellules complètes et de cellules brisées (dû au traitement mécanique), ces dernières sont ouvertes et abandonnent toute leur huile, de sorte que le milieu extérieur à la cellule devient plus concentré et on aura transfert de l'huile de nouveau vers les cellules intactes.

Finalement, nous nous retrouvons presque dans les mêmes conditions initiales, une seconde extraction est donc susceptible de se produire. Effectivement, au temps  $t = 24$  h, une légère augmentation du rendement s'observe et à 30 h nous avons obtenu un rendement de 2,314 ce qui confirme qu'une seconde extraction a bien eu lieu.

Nous constatons que la seconde extraction est lente, en effet, le processus d'extraction est contrôlé par la diffusion contrainte très lente de l'huile retenu dans les cellules non brisées de la matière végétale. Il y aurait été intéressant d'étudier la cinétique de cette nouvelle extraction afin de mieux comprendre le phénomène dont il est question.

#### V.5.2. INFLUENCE DE LA SURFACE D'ECHANGE

Pour avoir différentes surfaces d'échanges, nous procédons à un traitement mécanique, ce dernier est effectué à l'aide d'un broyeur à boulets,

la durée du broyage est choisie arbitrairement de 5 à 30 mn avec un intervalle de 5 mn. On effectue par la suite un tamisage, en utilisant des tamis dont le diamètre varie de 1 à 7,925 mm.

#### V.5.2.1. METHODE D'ESTIMATION DE LA SURFACE D'ECHANGE.

Les particules obtenues par ce traitement mécanique sont non isométriques, d'où la difficulté de l'estimation de la surface d'échange, toutefois nous avons opté pour une méthode qui nous semble adéquate. Nous déterminons la densité du bois, ce dernier est coupé en parallélépipède, afin de faciliter le calcul du volume.

$$d = m / v$$

La densité du bois est déterminée à partir de trois échantillons.

$$d_m = 0,752 \text{ g / cm}$$

$$\text{or } V = A_m \cdot e_m$$

.  $A_m$  : surface de base des 450g de bois

.  $e_m$  : épaisseur moyenne

.  $V$  : volume des 450 g de bois

$$\text{d'où } d = \frac{450}{A_m \cdot e_m}$$

connaissant  $d$ ,  $e_m$  on détermine alors  $A_m$ .

$$\text{La surface d'échange globale } A = 2 A_m + A_l$$

$A_l$  étant la surface d'échange latérale

$A_l$  est négligeable dans le cas de grandes particules, cependant l'évaluation de cette surface reste délicate

$$A_l m = P_m \cdot e_m \cdot n$$

.  $P_m$  : périmètre moyen d'une particule estimé en dessinant un lot de particules.

.  $e_m$  : épaisseur moyenne d'un lot de particules

.  $n$  : nombre de particules

.  $A_l m$  : surface d'échange latérale d'un lot de particules

On rapporte cette surface d'échange latérale par rapport à la masse totale utilisée .

TABLEAU II : INFLUENCE DE LA SURFACE D'ECHANGE SUR LE RENDEMENT EN HUILE.

temps d'extraction : 3 h  
masse de la matière végétale : 450 g  
volume du solvant : 91

Epaisseur moyenne d'I lot de 50 particules (mm)	0,25	0,29	0,34	0,41
Surface d'échange globale (m <sup>2</sup> )	5,525	4,127	3,520	2,919
Masse d'huile en (g)	6,791	2,077	1,530	1,066
% mass. d'huile % E	1,509	0,461	0,340	0,237

INTERPRETATION DU TABLEAU II

Nous remarquons qu'un maximum d'extrait est obtenu pour la plus grande surface d'échange ce qui correspond aux plus fines particules.

Le rendement diminue au fur et à mesure que la surface d'échange diminue car plus la matière est finement divisée, plus la surface de contact entre le végétal et le solvant est grande, ce qui améliore la pénétration du solvant dans les cellules du végétal et par conséquent le rendement en huile. Cependant, une division très fine des particules (en poudre) cause des problèmes de colmatation.

V.5.3. INFLUENCE DE L'HUMIDITE.

Le bois est une matière cellulosique poreuse et hygroscopique, absorbe et rejette facilement l'humidité.

On distingue :

a) l'eau de constitution qui fait partie intégrante de la matière ligneuse, qui reste invariable et n'entre pas en ligne de compte dans le calcul du pourcentage d'humidité du bois.

b) L'eau de saturation, qui, retenue par certaines membranes peut-être séchée par étuvage à une température de 100 à 110 °C.

c) L'eau libre qui se trouve dans les vides cellulaires lorsque les membranes sont saturées et qui disparaîtra au début du séchage.

Selon la norme Française B.51002 le bois sera qualifié de la façon suivante.

Degré d'humidité	Qualification
Au déla du point de saturation.	Vert
Au point de saturation à 23%	Mi-sec
22 à 18 % "	Commercialement sec
17 à 13 %	Sec à l'air
Au dessous de 13 %	Désseché
0 %	Anydre.

#### V.5.3.1. DETERMINATION DU DEGRE D'HUMIDITE

On appellera degré d'humidité d'un bois la quantité d'eau qu'il renferme, exprimée en pourcent de son poids à l'état anhydre.

Le % d'humidité est défini par la formule

$$H = \frac{M_H - M_o}{M_o} \times 100$$

.  $M_H$  : masse de l'échantillon avant dessiccation

.  $M_o$  : masse de l'échantillon après dessiccation.

La masse  $M_H$  est déterminée après humidification de l'échantillon, la masse  $M_o$ , après dessiccation dans une étuve à circulation d'air à des températures progressives jusqu'à 100 à 105 ° C.

Les pesées sont effectuées avec une erreur inférieure à 1/1000 et le résultat d'essais présente la moyenne arithmétique des résultats d'essais effectués sur trois échantillons.

L'état anhydre est obtenu sur des petits échantillons dont la dessiccation en étuve demande 3 à 4h.

TABLEAU III. INFLUENCE DE L'HUMIDITE SUR LE RENDEMENT EN HUILE

Masse totale du bois, m = 450 g ; Vsolv. = 9 litres  
 temps d'extraction = 3H surface d'échange = 5,525 m<sup>2</sup>

% H % Humidité	13,3	20,3	25,1	30,0	35,1
Masse d'huile g	6,791	3,125	2,679	2,100	1,845
% E mass.	1,509	0,694	0,595	0,467	0,410

INTERPRETATION DU TABLEAU III.

Nous remarquons tout d'abord qu'on obtient un maximum d'extrait pour un taux d'humidité de 13,3 % ce qui correspond à un bois sec à l'air. Le rendement diminue au fur et à mesure que le taux d'humidité augmente. Ceci montre que l'humidité présente une résistance au transfert, en effet comme l'eau et l'hexane sont miscibles, la présence de l'humidité va freiner la pénétration du solvant dans les cellules végétales et par conséquent diminuer le rendement.

V.5.4. CONCLUSION

Cette variation indépendante de chaque paramètre, nous a permis de proposer dans un domaine réduit

$$60 \text{ mn} \leq t \leq 180 \text{ mn}$$

$$2,919 \text{ m}^2 \leq A \leq 5,525 \text{ m}^2$$

$$13,3\% \leq H \leq 35,1\%$$

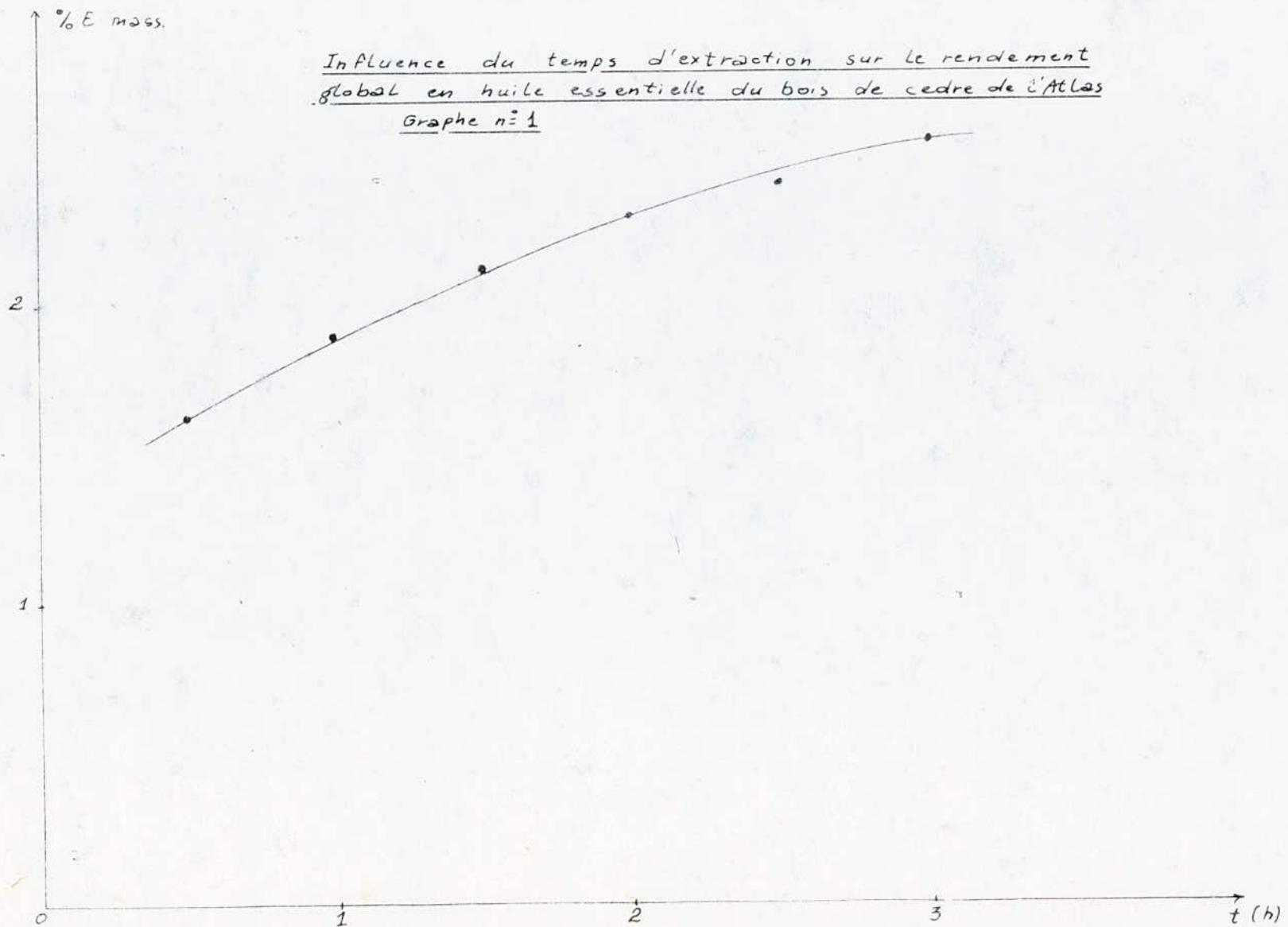
L'équation du rendement en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas:

$$E = K t^{0,25} \cdot A^a \cdot H^b$$

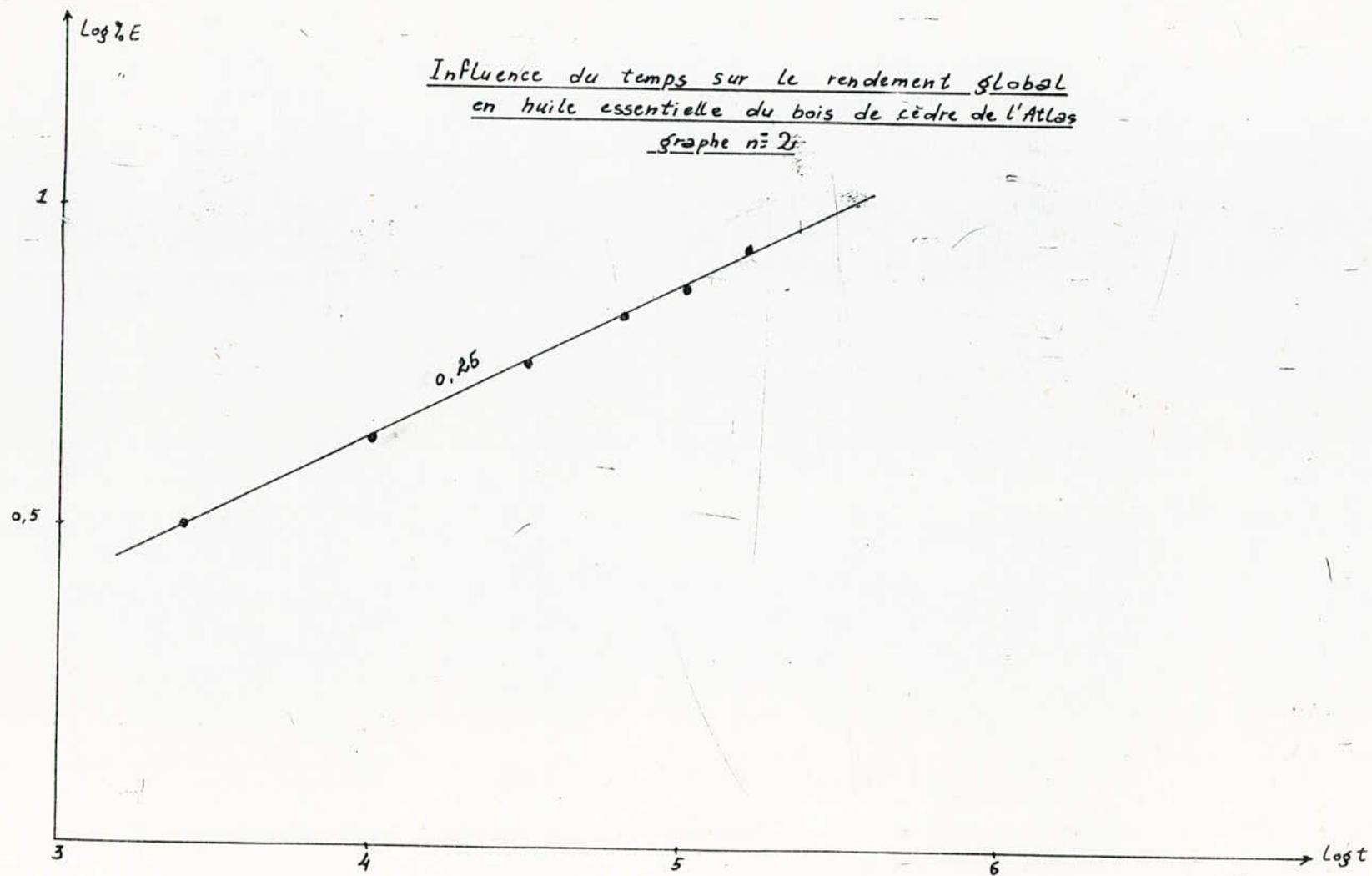
$$1,95 \leq a \leq 5,12$$

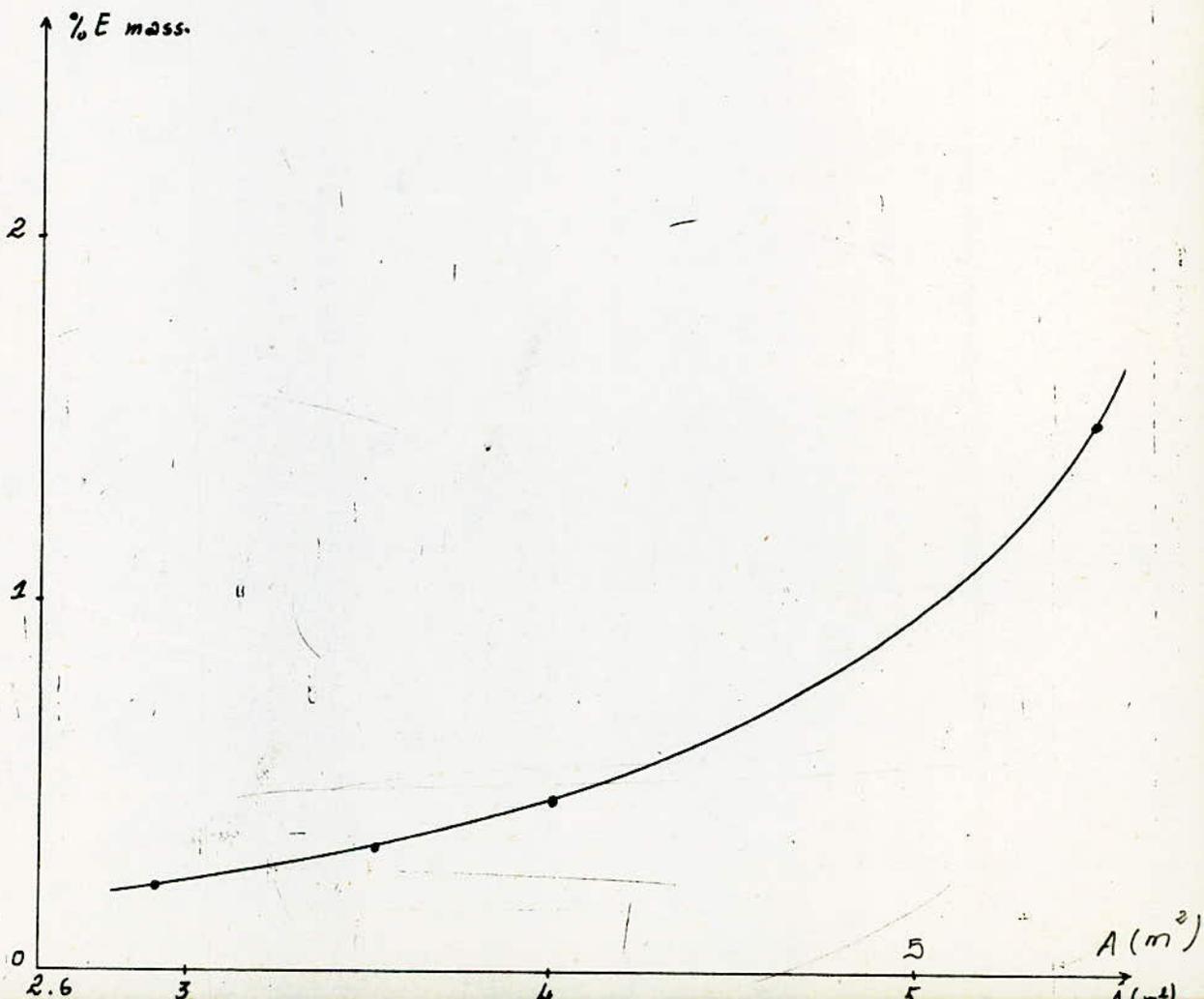
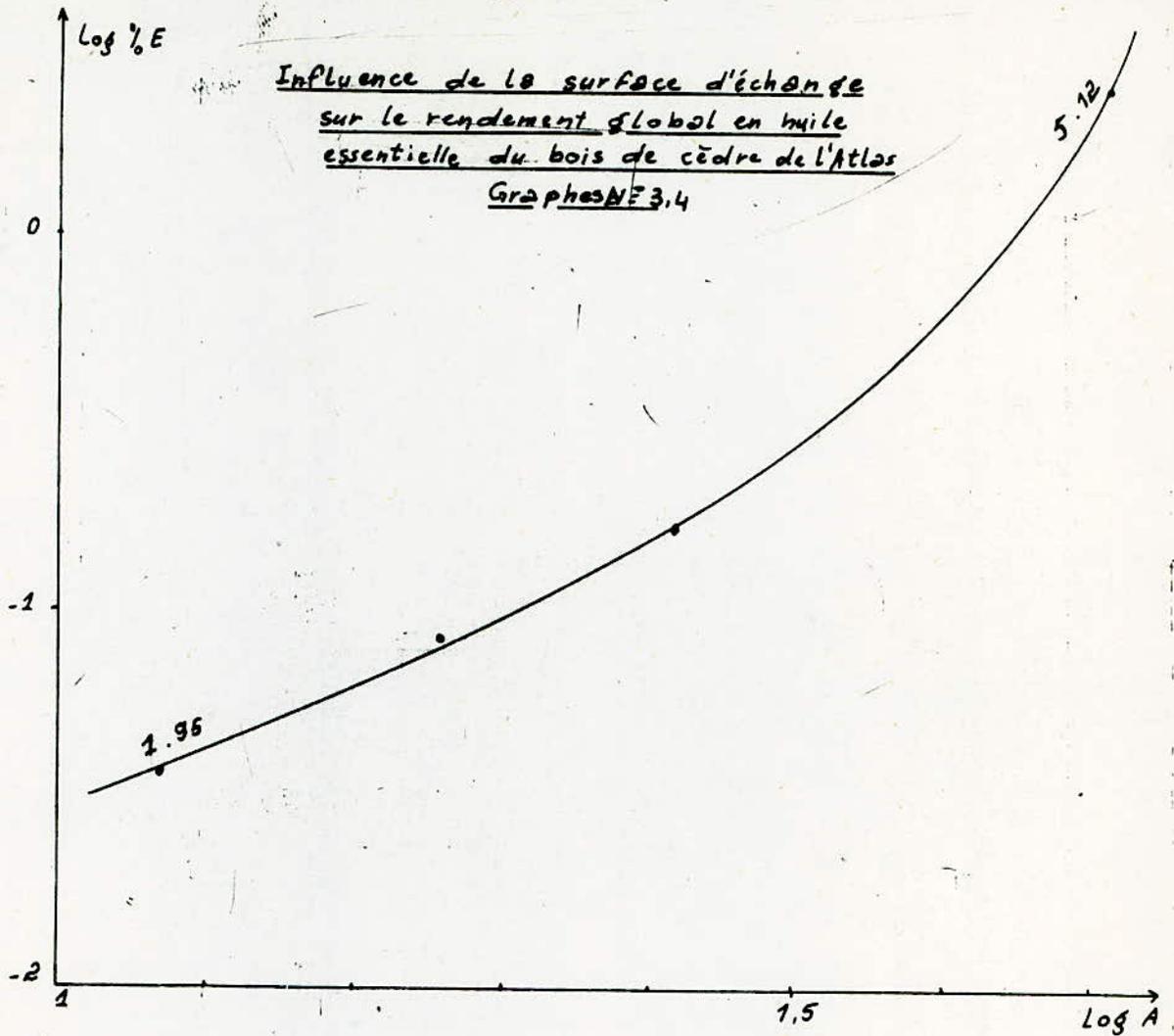
$$-2,73 \leq b \leq -0,94$$

K étant une constante

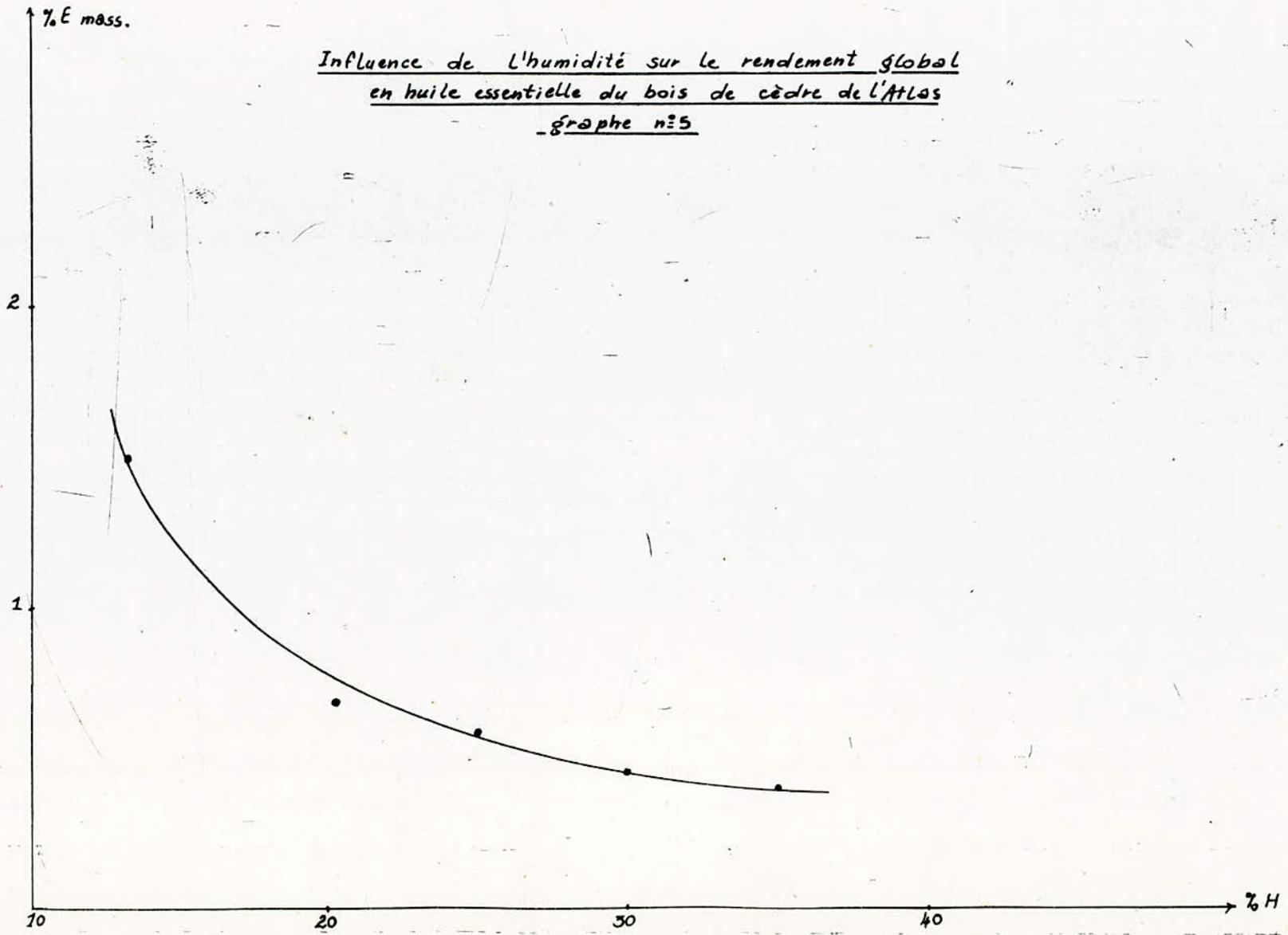


Influence du temps sur le rendement global  
en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas  
graphe n° 2



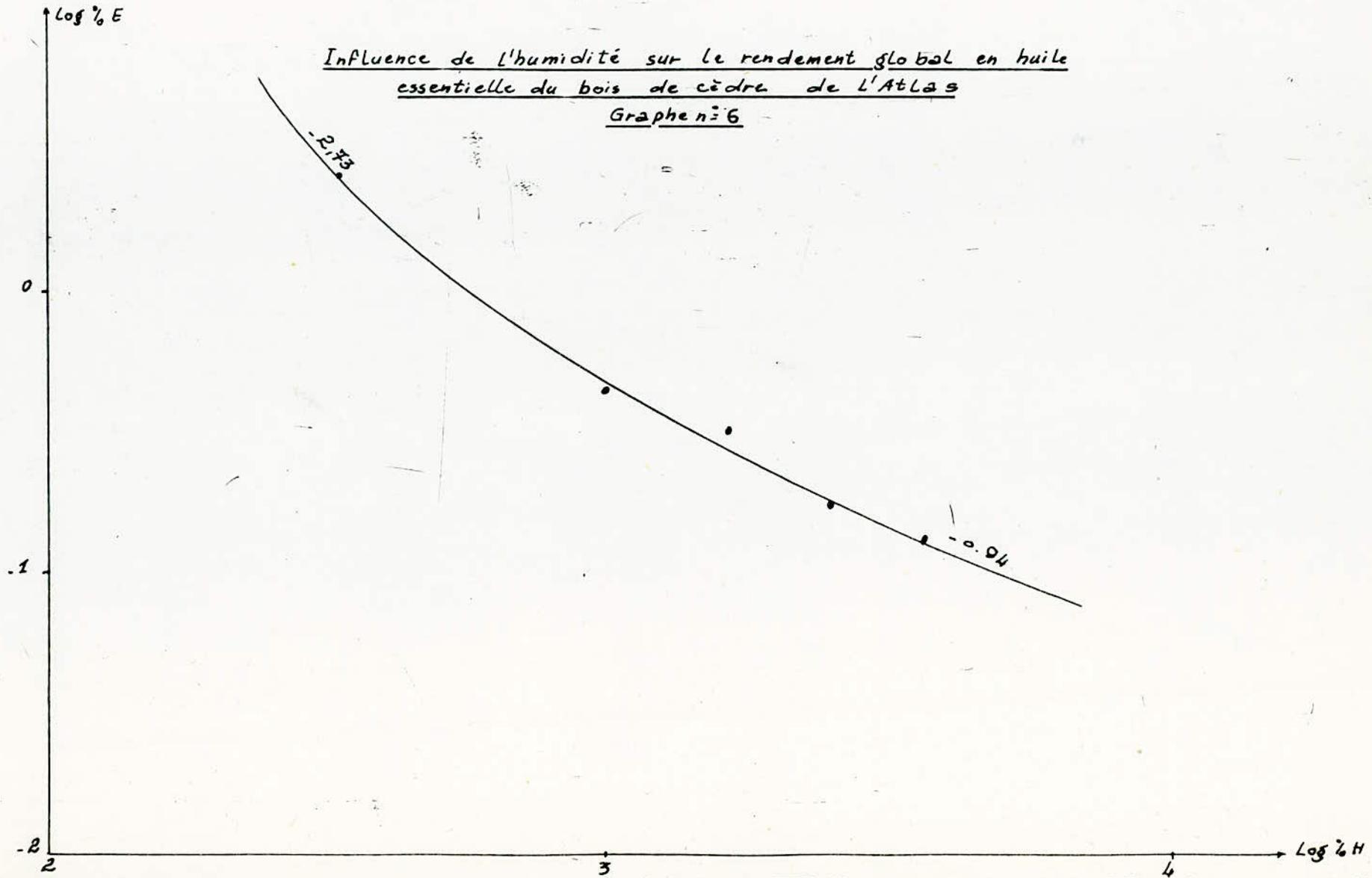


Influence de l'humidité sur le rendement global  
en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas  
graphe n°5



Influence de l'humidité sur le rendement global en huile  
essentielle du bois de cèdre de l'Atlas

Graph n°6



## V.6. RECHERCHE DE L'EQUATION DU RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE PAR PLANIFICATION DES EXPERIENCES.

La première série d'essais nous a permis de déterminer l'équation du rendement en huile, dans un domaine réduit, celui-ci qui peut-être décrit par une équation empirique du type puissance

$$\% E = K \cdot t^x \cdot A^y \cdot H^z$$

Nous avons voulu préciser et corriger cette équation, dans un domaine plus vaste, et cela en effectuant une seconde série d'expériences selon une planification factorielle "  $2^n$  " en limitant le nombre de variable à trois, nous pouvons écrire que :  $\% E = f(t, A, H)$ .

Le choix d'une équation du rendement en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas en puissance nous impose en fait de prendre pour grandeur caractéristique  $y = \log \% E$ , et pour variable  $\log t$ ,  $\log A$ ,  $\log H$ .

d'où  $y = \log \% E = f(\log t, \log A, \log H)$

en posons  $x_1 = \log t$

$x_2 = \log A$

$x_3 = \log H$

on aura  $y = f(x_1, x_2, x_3)$

Les conditions expérimentales sont déterminées en choisissant deux niveaux pour chaque variable, un niveau supérieur et un niveau inférieur, et en les combinant de toutes les façons possibles, on effectue alors une planification  $2^3$ .

### V.6.1. CHOIX DE LA PLANIFICATION ET PROGRAMMATION DES EXPERIENCES.

Il nous a paru intéressant d'utiliser le modèle "composite central rotatable", puisque ce dernier offre une plus grande précision du modèle et donne lieu à de très faibles erreurs.

Ce modèle consiste à superposer au cube  $2^3$ , un octaèdre dont le point central est le même, mais dont les diagonales correspondent aux axes du système de coordonnées (fig V.3)

La distance des sommets de l'octaèdre au point central est  $\alpha = (2^3)^{1/4}$   
 $= 1,68$

On ajoute dans ce cas au plan initial 2 n expériences supplémentaires, soit six expériences.

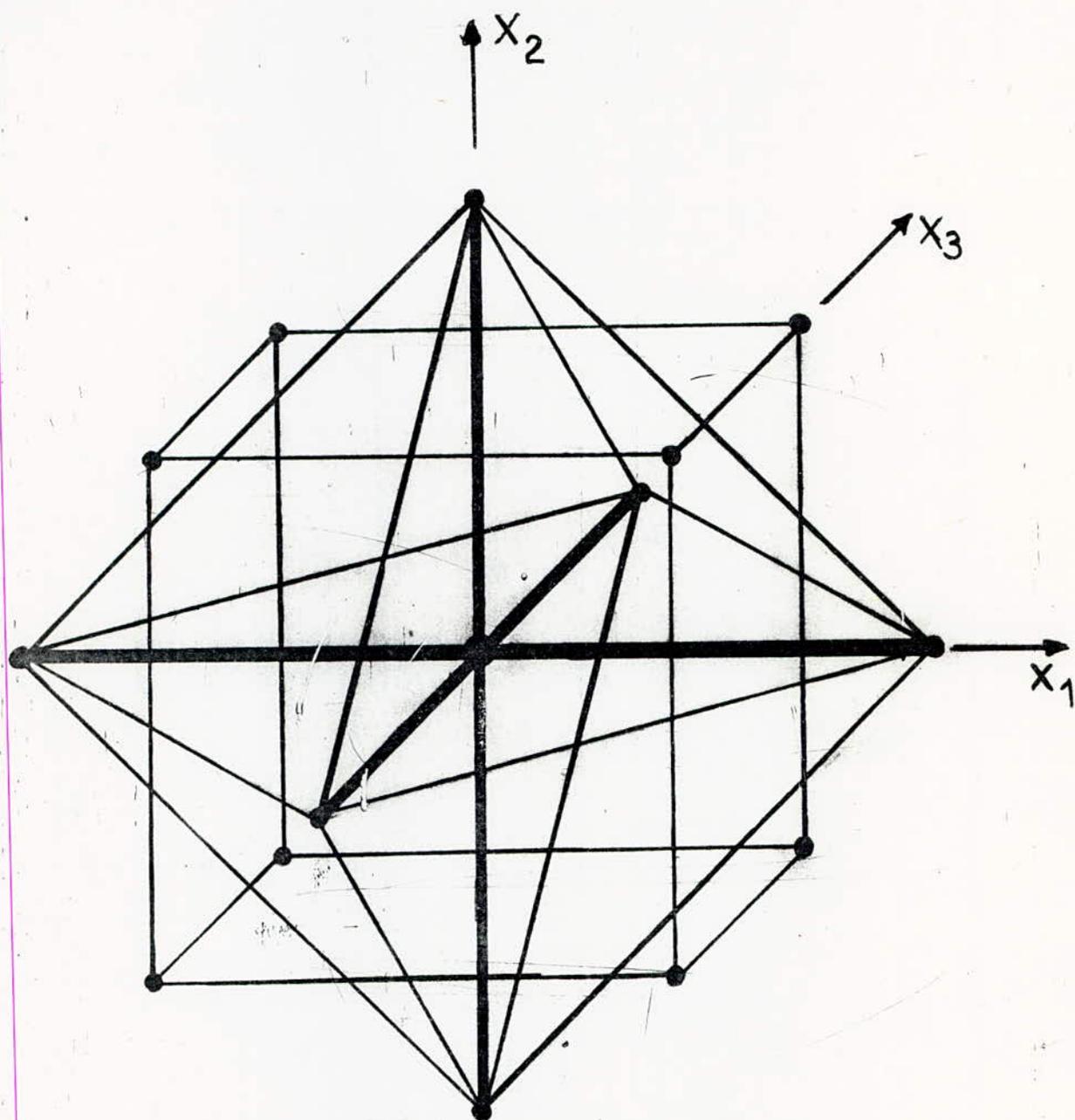


fig n°V.3

PLAN "COMPOSITE CENTRAL-ROTASTABLE"

V.6.2. DETERMINATION DES REPONSES LOG% E ,CALCUL DE L'ERREUR QUADRATIQUE MOYENNE AU POINT CENTRAL .

Pour les huit points du cube : Nous avons effectués cinq expériences selon la planification  $2^3$  . les trois autres points expérimentaux correspondant en coordonnées réduites à ( 1,1,1 ) ; ( 1,1,-1 ) ; ( 1,-1,-1 ) ont été déterminés dans la première série d'expériences en faisant varier indépendamment chaque variable .

Pour les six points des axes : nous avons effectués six expériences supplémentaires selon le modèle "composite central rotatable" afin d'élargir le domaine d'exploitations .

Les valeurs obtenues en ces divers points <sup>sont</sup> regroupées dans le tableau VI , forme % E<sub>mass</sub>.

Pour le point central : nous avons répété trois fois l'expérience et nous avons obtenu les résultats suivants :

N° de l'expérience	% E mass	Log %E = Y
1	0,307	-1,181
2	0,356	-1,033
3	0,270	-1,309

Ces résultats nous ont permis de calculer l'erreur quadratique moyenne EQM

$$EQM = \frac{(Y_i - Y_m)^2}{2}$$

Y<sub>m</sub> : valeur moyenne de la grandeur Y .

$$Y_m = \frac{Y_i}{3} = 1,174$$

$$\text{d'où } EQM = 19,146 \cdot 10^{-3}$$

En utilisant la nouvelle notation,  $x_1 = \log t$ ,  $x_2 = \log A$ ,  $x_3 = \log H$   
et en fixant les niveaux inférieurs et supérieurs des trois variables à

$$x_{1i} = 4,094$$

$$x_{1s} = 5,193$$

$$x_{2i} = 1,071$$

$$x_{2s} = 1,709$$

$$x_{3i} = 2,588$$

$$x_{3s} = 3,558$$

L'indice 1, 2, 3 désigne les variables  $\log t$ ,  $\log A$ ,  $\log H$  respectivement

L'indice i, s désigne les niveaux inférieurs et supérieurs de chaque variable.

Les coordonnées au point central deviennent :

$$x_1 = \frac{x_{1i} + x_{1s}}{2} = 4,644$$

$$x_2 = \frac{x_{2i} + x_{2s}}{2} = 1,390$$

$$x_3 = \frac{x_{3i} + x_{3s}}{2} = 3,073$$

Les différentes conditions expérimentales sont regroupées dans le tableau IV.

TABLEAU IV.

Points expérimentaux à relier.	En coordonnées réduites			En coordonnées non réduites			Valeurs correspondantes des variables.			E % mass.	Y = LogE
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> = Log t	X <sub>2</sub> = Log A	X <sub>3</sub> = Log H	t min	A (m <sup>2</sup> )	H %		
1	-I	-I	I	4,094	I,07I	3,558	60	2,9I9	35,I	0,084I	- 2,480
2	I	I	I	5,I94	I,709	3,588	I80	5,525	35,I	0,7I4	- 0,336
3	-I	I	I	4,094	I,709	3,588	60	5,525	35,I	0,35I	- I,048
4	I	-I	I	5,I94	I,07I	3,588	I80	2,9I9	35,I	0,I3I	- 2,029
5	-I	-I	-I	4,094	I,07I	2,588	60	2,9I9	I3,3	0,694	- 0,365
6	I	I	-I	5,I94	I,709	2,588	I80	5,525	I3,3	I,509	0,4II
7	-I	I	-I	4,094	I,709	2,588	60	5,525	I3,3	0,859	- 0,I52
8	I	-I	-I	5,I94	I,07I	2,588	I80	2,9I9	I3,3	0,237	- I,439
Points expérimentaux de la série supplémentaire.											
9	-α	0	0	3,7I9	I,390	3,073	4I	4,0I5	2I,6	0,286	- I,253
I0	+α	0	0	5,569	I,390	3,073	262	4,0I5	2I,6	0,537	- 0,622
I I	0	-α	0	4,644	0,853	3,073	I04	2,348	2I,6	0,IIO	- 2,204
I2	0	+α	0	4,644	I,926	3,073	I04	6,865	2I,6	0,402	- 0,9I0
I3	0	0	-α	4,644	I,390	2,257	I04	4,0I5	9,5	0,I6I	- I,824
I4	0	0	+α	4,644	I,390	3,888	I04	4,0I5	48,8	0,274	- I,295

V.6.3. ETUDE DE LA FORME SIMPLIFIEE  $a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$  POUR REPRESENTER LES VARIATIONS DE Log % E.

On rappelle  $X_i$  : variables en coordonnées réduites.

- L'utilisation de ces dernières facilitent énormément les calculs. Les équations obtenues se réduisent en équations du premier degré faciles à résoudre.

Les valeurs expérimentales log % E permettent d'évaluer les onze coefficients du polynôme

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3 + a_{11} X_1^2 + a_{22} X_2^2 + a_{33} X_3^2$$

Ce polynôme peut-être simplifié, si l'on s'intéresse dans un premier temps qu'aux effets des trois variables  $X_1, X_2, X_3$  on pourra écrire dans ce cas

$$\text{Log \% E} = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 \quad (I)$$

Une telle écriture conduira à une équation du rendement en huile essentielle sous forme de puissance :

$$\% E = K t^x \cdot A^y \cdot H^z$$

puisque :

$$\begin{aligned} X_1 &= \alpha_1 x_1 + \beta_1 & ; & & X_2 &= \alpha_2 x_2 + \beta_2 & ; & & X_3 &= \alpha_3 x_3 + \beta_3 \\ &= \alpha_1 \text{Log } t + \beta_1 & & & &= \alpha_2 \text{Log } A + \beta_2 & & & &= \alpha_3 \text{Log } H + \beta_3 \end{aligned}$$

Les coefficients du polynôme (I) sont déterminés par la méthode des moindres carrés.

Nous définissons la fonction  $F(a_0, a_1, a_2, a_3)$  tel que

$$F(a_0, a_1, a_2, a_3) = \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2$$

$Y_i$  : valeur de Log % E trouvé expérimentalement

$\hat{Y}_i$  : valeur de Log % E calculé par l'expression (I)

Pour minimiser l'écart entre les points expérimentaux et les points trouvés par l'expression (I), il faut que :

$$\frac{\partial F(a_0, a_1, a_2, a_3)}{\partial a_0} = 0$$

$$\frac{\partial F(a_0, a_1, a_2, a_3)}{\partial a_1} = 0$$

$$\frac{\partial F(a_0, a_1, a_2, a_3)}{\partial a_2} = 0$$

$$\frac{\partial F(a_0, a_1, a_2, a_3)}{\partial a_3} = 0$$

nous aboutissons au système d'équations suivant :

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^n Y_i - na_0 - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{2i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{3i} &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{1i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{1i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 - a_2 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i} &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{2i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{2i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{2i}^2 - a_3 \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{3i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{3i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{3i}^2 &= 0 \end{aligned}$$

Ces quatre équations permettent de déterminer les constantes

$a_0, a_1, a_2, a_3$

il vient :

$$a_0 = -1,1218$$

$$a_1 = 0,1255$$

$$a_2 = 0,5394$$

$$a_3 = -0,2532$$

$$\text{d'ou } Y = -1,1218 + 0,1255 X_1 + 0,5394 X_2 - 0,2532 X_3$$

### V.6.3.1 ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS

L'analyse statistique permet de tirer des conclusions sur l'importance effective de chacune des variables sur la grandeur Y et par conséquent sur le rendement en huile.

On estime dans un premier temps, la moyenne quadratique MQi

$$MQ_i = \sum_{j=1}^{17} \sum_{i=1}^3 \left( \frac{a_i X_{ij}}{1} \right)^2 \quad \begin{array}{l} \text{où } j \text{ représente la } j \text{ ème expérience} \\ \text{où } i \text{ représente la } i \text{ ème variable} \end{array}$$

Puis le rapport moyenne quadratique / erreur quadratique moyenne .

La comparaison de MQi avec l'erreur quadratique moyenne E.Q.M. s'effectue à l'aide des tests de Fisher , on utilise dans ce cas le rapport F à 1 et L - 1 degrés de liberté .

1 et L - 1 représentent respectivement les degrés de liberté du numérateur ( MQi ) et du dénominateur ( EQM ) .

Si le rapport MQi / EQM est nettement inférieur à F ( 1, L - 1 ), alors on dira qu'il n'y a pas de relation entre la réponse et la variable Xi

TABLEAU V.

Coefficients	Moyenne quadratique MQi	Moyenne quadratique MQi Erreur quadratique moyenne EQM
a <sub>0</sub>	21,3934	1117,35
a <sub>1</sub>	0,2150	11,23
a <sub>2</sub>	3,9739	207,56
a <sub>3</sub>	0,8756	45,73

$$F(1,2) = 18,5$$

D'après ce tableau, le rapport MQi/E.Q.M est nettement supérieur à la valeur  $F(1,2)$ , néanmoins le rapport MQi /EQM reste inférieur à  $F(1,2)$  en ce qui concerne le coefficient  $a_1$  associé à la variable  $X_1$ , toutefois cette valeur ne permet pas de négliger l'effet de  $X_1$ . Les tests de Fisher permettent donc de conclure que l'influence de ces trois facteurs sur la réponse log % E est significative.

#### V.6.3.2. VALIDITE DU MODELE

On construit la table de l'analyse de la variance afin de tester la validité du modèle proposé précédemment :

$$Y = -1,1218 + 0,1255 X_1 + 0,5394 X_2 - 0,2532 X_3$$

Ces tests statistiques permettent de déceler s'il ya lieu ou non d'introduire des termes supplémentaires dans le modèle.

Il a fallu estimé  $p + 1 = 4$  coefficients, et aucun de ces coefficients n'étant négligeable d'ou  $\alpha' = 0$

En appliquant la procédure exposée dans la chapitre IV

Il vient :

Degrés de liberté

$\sum Y^2 = 30,70500$	.....	I7
$\sum \hat{Y}^2 = 26,4578$	.....	4
$\sum (Y - \hat{Y})^2 = \sum Y^2 - \sum \hat{Y}^2 = 4,2471$	.....	I3
$SE = 19,146510^{-3} \cdot 2 = 0,0383$	.....	2
$(\sum Y^2 - \sum \hat{Y}^2) - SE = 4,2088$	.....	II
$MQ_{Mc} = \frac{4,2088}{II} = 0,3826$	.....	II
$EQM = 19,146510^{-3}$	.....	2

MQ<sub>Mc</sub> = 19,98

EQ.M

Les tables donnent  $F(II,2)_{0,95} = 19,40$

D'après ces tests, le modèle n'est pas valable, d'où la nécessité d'introduire des termes supplémentaires mettant en évidence les interactions entre les différentes variables. Toutefois, dans un souci de comparaison on établit le premier modèle juste pour une première approximation.

V.6.3.3. ETABLISSEMENT DE L'EQUATION DU RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE DU BOIS DE CEDRE A PARTIR DU POLYNOME :  $Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$

$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$

en introduisant les variables réelles il vient :

$\text{Log } \% E = a_0 + a_1 (\alpha_1 \text{Log } t + \beta_1) + a_2 (\alpha_2 \text{Log } A + \beta_2) + a_3 (\alpha_3 \text{Log } H + \beta_3)$

d'où l'expression du rendement en huile

$\% E = \exp(a_0 + a_1 \beta_1 + a_2 \beta_2 + a_3 \beta_3) \cdot t^{a_1 \alpha_1} \cdot A^{a_2 \alpha_2} \cdot H^{a_3 \alpha_3}$

en identifiant avec l'expression,

$\% E = K \cdot t^x \cdot A^y \cdot H^z$

nous obtenons :

$K = \exp(a_0 + a_1 \beta_1 + a_2 \beta_2 + a_3 \beta_3)$

$x = a_1 \alpha_1$

$y = a_2 \alpha_2$

$z = a_3 \alpha_3$

Les  $\alpha_i, \beta_i$  sont déterminés à partir de l'expression

$$X_i = \alpha_i x_i + \beta_i$$

nous obtenons alors.

$$\alpha_1 = 1,8182$$

$$\beta_1 = - 8,4435$$

$$\alpha_2 = 3,1347$$

$$\beta_2 = - 4,3567$$

$$\alpha_3 = 2,0622$$

$$\beta_3 = - 6,3366$$

Sachant de plus que :

$$a_0 = - 1,1218$$

$$a_1 = 0,1255$$

$$a_2 = 0,5394$$

$$a_3 = - 0,2532$$

Nous aboutissons finalement à l'expression suivante :

$$\% E = 5,35 \cdot 10^{-2} \cdot t^{0,23} \cdot A^{1,69} \cdot H^{-0,52}$$

La comparaison de ce modèle avec celui trouvé dans le paragraphe V.4, nous permet de constater que l'influence du paramètre temps est pratiquement la même aux erreurs expérimentales près, par contre l'influence de l'humidité et de la surface d'échange sont différentes ce qui nous fait penser que l'interaction des différents paramètres est importante.

V.6.4. ETUDE DE LA FORME  $Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{23} X_2 X_3 + a_{13} X_1 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3$

on s'intéresse dans ce cas en plus des effets des trois variables à l'effet de leurs interactions.

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3 \quad (2)$$

Les coefficients de ce polynôme sont déterminés par la méthode des moindres carrés.

En minimisant les écarts entre les points expérimentaux et les points calculés par l'expression (2), on abouti à un système de huit équations à huit inconnues.

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^n Y_i - n a_0 - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{2i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{3i} - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{1i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{1i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 - a_2 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i} - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i} &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{2i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{2i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{2i}^2 - a_3 \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{2i}^2 X_{3i} - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i} &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{3i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{3i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{3i}^2 - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i}^2 - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i}^2 - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i}^2 &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 - a_3 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i}^2 - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i} - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i} - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i}^2 X_{3i} &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{3i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{3i}^2 - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i} - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{3i}^2 - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i}^2 - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i}^2 &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{2i}^2 X_{3i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{2i} X_{3i}^2 - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i} - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i}^2 - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{2i}^2 X_{3i}^2 - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i}^2 &= 0 \\ \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} Y_i - a_0 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i} - a_1 \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i} - a_2 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i} - a_3 \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i} X_{3i}^2 - a_{12} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i}^2 X_{3i} - a_{13} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i} X_{3i}^2 - a_{23} \sum_{i=1}^n X_{1i} X_{2i}^2 X_{3i}^2 - a_{123} \sum_{i=1}^n X_{1i}^2 X_{2i}^2 X_{3i}^2 &= 0 \end{aligned}$$

Ces huit équations permettent de déterminer les constantes  $a_0$ ,  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$ ,  $a_{12}$ ,  $a_{13}$ ,  $a_{23}$ ,  $a_{123}$

Nous obtenons :

$$\begin{array}{ll}
 a_0 = -1,1218 & a_{12} = 0,2372 \\
 a_1 = 0,1255 & a_{13} = 0,2093 \\
 a_2 = 0,5394 & a_{23} = 0,1326 \\
 a_3 = -0,2532 & a_{123} = -0,1722
 \end{array}$$

d'où

$$Y = -1,1218 + 0,1255X_1 + 0,5394X_2 - 0,2532X_3 + 0,2372X_1X_2 + 0,2093X_1X_3 + 0,1326 X_2X_3 - 0,1722 X_1X_2X_3$$

V.6.4.I. ANALYSE STATISTIQUE

Nous constatons que les coefficients associés aux variables  $X_1, X_2$  et  $X_3$  restent inchangés, d'où leur influence significative sur la réponse Log % E.

Nous étudierons dans ce cas que les différentes interactions entre les différentes variables.

On déterminera pour chaque coefficient, la moyenne quadratique des interactions ainsi que le rapport, Moyenne quadratique/ Erreur quadratique moyenne, puis suivant le test de Fisher on conclura quelles sont les interactions à prendre en considération.

TABLEAU VI.

Coefficients	Moyenne quadratique (M Qi )	MQi / E.Q.M
$a_{12}$	0,7684	40,13
$a_{13}$	0,5983	31,25
$a_{23}$	0,2400	12,54
$a_{123}$	0,4051	21,16

$F(1,2) = 18,5$

D'après le tableau VI, pour les deux premiers coefficients associés aux variables  $X_1, X_2, X_1 X_3$ , le rapport Moyenne quadratique

Erreur quadratique moyenne

est élevé par rapport à la valeur  $F(1,2)$  donnée par les tables. Il y a donc une forte interaction entre  $\log t$  et  $\log A$ , ainsi que  $\log t$  et  $\log H$ , cependant l'interaction entre les trois variables et l'interaction entre  $\log A$  et  $\log H$  n'est pas négligeable.

V.6.4.2. VALIDITE DU MODELE

L'analyse statistique nous a permis de conclure qu'aucun des coefficients de l'équation (2) n'était négligeable.

Nous établirons dans ce cas la table de l'analyse de la variance afin de tester la validité de l'équation obtenue. Il a fallu estimé  $p + 1 = 8$  coefficients, et aucun d'eux n'était négligeable,  $\alpha' = 0$

$\sum Y^2 = 30,70500$ .....	17
$\sum \hat{Y}^2 = 28,4697$ .....	8
$\sum (Y - \hat{Y})^2 = 2,2353$ .....	9
SE = 0,0383 .....	2
$(\sum Y^2 - \sum \hat{Y}^2) - SE = 2,1970$ .....	7
$MQ_{Mc} = \frac{2,1970}{7} = 0,3138$ .....	7
E.Q.M = 19,1465 $10^{-3}$ .....	2

M.Q = 16,39

E.Q.M

Les tables donnent  $F(7,2)_{0,95} = .19,4$

le rapport  $MQ_{Mc} / E.Q.M < F(7,2)_{0,95}$ , on peut donc accepter l'équation du modèle.

V.6.4.3. ETABLISSEMENT DE L'EQUATION DU RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE  
DU BOIS DE CEDRE DE L'ATLAS A PARTIR DU POLYNÔME  $Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3$

En introduisant les variables réelles, nous obtenons :

$$\begin{aligned} \text{Log \% E} = Y = & a_0 + a_1 (\alpha_1 \text{Log} t + \beta_1) + a_2 (\alpha_2 \text{log} A + \beta_2) + a_3 (\alpha_3 \text{log} H + \beta_3) - \\ & + a_{12} (\alpha_1 \text{log} t + \beta_1) (\alpha_2 \text{log} A + \beta_2) + a_{13} (\alpha_1 \text{log} t + \beta_1) (\alpha_3 \text{log} H + \beta_3) + \\ & + a_{23} (\alpha_2 \text{log} A + \beta_2) (\alpha_3 \text{log} H + \beta_3) + a_{123} (\alpha_1 \text{log} t + \beta_1) (\alpha_2 \text{log} A + \beta_2) \cdot \\ & (\alpha_3 \text{Log} H + \beta_3). \end{aligned}$$

d'où l'expression du rendement global en huile essentielle :

$$\% \text{ E masse} = K' \cdot t^X \cdot A^Y \cdot H^Z$$

avec :

$$K' = \exp (a_0 + a_1 \beta_1 + a_2 \beta_2 + a_3 \beta_3 + a_{12} \beta_1 \beta_2 + a_{13} \beta_1 \beta_3 + a_{23} \beta_2 \beta_3 + a_{123} \beta_1 \beta_2 \beta_3)$$

$$X = \alpha_1 (a_1 + \beta_2 a_{12} + a_{13} \beta_3 + a_{123} \beta_2 \beta_3)$$

$$Y = \alpha_2 \left[ a_2 + a_{12} \beta_1 + a_{23} \beta_3 + \beta_1 a_{123} \beta_3 + \text{log} t (a_{12} \alpha_1 + a_{123} \alpha_1 \beta_3) \right. \\ \left. + \text{Log} H (a_{23} \alpha_3 + \alpha_3 a_{123} \beta_3) + a_{123} \alpha_1 \alpha_3 \text{log} t \cdot \text{Log} H \right]$$

$$Z = \alpha_3 (a_3 + a_{13} \beta_1 + a_{23} \beta_2 + \beta_1 \beta_2 a_{123} + \text{log} t (a_{13} \alpha_1 + a_{123} \alpha_1 \beta_2))$$

Sachant que :

$a_0 = - 1,1218$	$a_{12} = 0,2372$
$a_1 = 0,1255$	$a_{13} = 0,2093$
$a_2 = 0,5394$	$a_{23} = 0,1326$
$a_3 = - 0,2532$	$a_{123} = - 0,1722$
$\alpha_1 = 1,8182$	$\beta_1 = - 8,4435$
$\alpha_2 = 3,1347$	$\beta_2 = - 4,3567$
$\alpha_3 = 2,0622$	$\beta_3 = - 6,3366$

Nous aboutissons finalement.

$$\% \text{ E masse} = 2,53 \cdot 10^{26} \cdot t^{-12,7} \cdot A^Y \cdot H^Z$$

avec :

$$Y = 3,13(-11,52 + 2,41 \text{ Log} t + 3,27 \log H - 0,64 \text{ log} t \cdot \log H)$$

$$Z = 2,06 (- 8,93 + 1,74 \log t)$$

la méthode de planification statistique nous a permis d'établir l'équation du rendement global en huile essentielle du bois de cèdre de l'Atlas dans un domaine plus vaste.

$$41 \text{ mn} \leq t \leq 262 \text{mn}$$

$$2,348 \text{m}^2 \leq A \leq 6,865 \text{ m}^2$$

$$9,5\% \leq H \leq 48,8 \%$$

L'équation établi par planification statistique n'a point de comparaison avec celle établi par la méthode classique (variation indépendante de chaque paramètre) vu que l'interaction entre les différentes variables est significative.

V.6.5 ETUDE DE LA FORME  $Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{11} X_1^2 + a_{22} X_2^2 + a_{33} X_3^2$

Il nous a paru intéressant d'étudier le polynôme du second ordre, afin de vérifier si ce dernier n'affine pas une fois de plus le modèle. Par la méthode des moindres carrés nous déterminons les onze coefficients du polynôme du second ordre il vient :

$a_0 = - 1,2186$	$a_{123} = - 0,1722$
$a_1 = 0,1255$	$a_{11} = 0,1854$
$a_2 = 0,5394$	$a_{22} = 0,0338$
$a_3 = - 0,2532$	$a_{33} = 0,0473$
$a_{12} = 0,2372$	
$a_{13} = 0,2093$	
$a_{23} = 0,1326$	

Les coefficients  $a_{22}$  et  $a_{33}$  sont faibles et nous pensons que l'analyse statistique va permettre de les éliminer.

Nous remarquons que l'augmentation du nombre de termes du polynôme n'a pas modifié les coefficients  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$ ,  $a_{12}$ ,  $a_{13}$ ,  $a_{23}$  et  $a_{123}$  de sorte que leurs influences restent toujours significatives.

V.6.5.1. ANALYSE STATISTIQUE DES RESULTATS.

TABLEAU VII.

Coéfficients	Moyenne quadratique	Moyenne quadratique Erreur quadratique moyenne
a <sub>0</sub>	25,2447	13181,50
a <sub>11</sub>	0,4694	24,52
a <sub>22</sub>	0,0156	0,81
a <sub>33</sub>	0,0305	1,59

$$F(1,2) = 18,5$$

Le tableau VII montre que les interactions  $X_2^2$  et  $X_3^2$  ne sont pas significatives.

Nous pouvons écrire la variation de Log % E sous sa forme réduite.

$$Y = - 1,2186 + 0,1255 X_1 + 0,5394 X_2 - 0,2532 X_3 + 0,2372 X_1 X_2 + 0,2093 X_1 X_3 + 0,1326 X_2 X_3 - 0,1722 X_1 X_2 X_3 + 0,1854 X_1^2$$

V.6.5.2. VALIDITE DU MODELE

Il faut tester la validité de l'équation réduite obtenue et vérifier si on apporte une amélioration au niveau de la somme des carrés des résidus. On établit alors la table de l'analyse de la variance afin de vérifier cela.

$$P + 1 = 11 \text{ coefficients estimés} \quad \alpha' = 2 \text{ coefficients négligés}$$

	Degrés de liberté
$\sum Y^2 = 30,70500$	17
$\sum \hat{Y}^2 = 32,8368$	9
$\sum (Y - \hat{Y})^2 = 2,1317$	8
SE = 0,0383	2
$\sum (Y - \hat{Y})^2 - SE = 2,0935$	6
$MQ_{MC} = 0,3489$	6
E.Q.M = 19,146510	2

$\frac{MQ}{E.Q.M} = 18,22$

E.Q.M

Les tables donnent  $F(6,2) = 19,3$

Nous savions a priori que le modèle était acceptable cependant ce polynôme à neuf termes n'apporte pas d'amélioration notable au niveau de la somme des carrés des résidus, par conséquent, nous nous limitons au polynôme à huit termes pour la représentation de la variation du bois de cèdre en fonction des différents facteurs.



Au cours de notre travail, nous avons procédé à une étude de modélisation d'un processus d'extraction de l'essence du bois de cèdre de l'Atlas par un solvant volatil l'hexane.

Une première approche de l'équation du rendement global en essence du bois de cèdre de l'Atlas a été réalisée en observant l'influence isolée des trois variables (temps d'extraction, surface d'échange, taux d'humidité). Elle nous a permis de traduire le rendement global en essence de façon empirique, par un modèle puissance ;

$$\% E = K \cdot t^{0,25} \cdot A^{\alpha} \cdot H^{\beta} \quad 1,95 \leq \alpha \leq 5,12$$
$$- 2,73 \leq \beta \leq - 0,94$$

La méthode de variation indépendante de chaque paramètre est pratique, mais malheureusement l'équation obtenue par celle-ci, n'est valable que dans un domaine restreint

$$60 \text{ mn} \leq t \leq 180 \text{ mn}$$
$$2,919 \text{ m}^2 \leq A \leq 5,525 \text{ m}^2$$
$$13,3 \% \leq H \leq 35,1 \%$$

La seconde approche de l'équation du rendement global en huile a été effectuée, selon une méthode rationnelle de planification statistique, permettant ainsi l'établissement de l'équation du rendement global en huile dans un domaine plus vaste

$$41 \text{ mn} \leq t \leq 262 \text{ mn}$$
$$2,348 \text{ m}^2 \leq A \leq 6,86 \text{ m}^2$$
$$9,5 \% \leq H \leq 48,8 \%$$

Cette méthode de planification statistique a été effectuée selon le modèle "composité central rotastable" exigeant 17 essais, dont trois effectués au point central.

Nous avons étudié deux types d'équations pour représenter les variations de Log % E

- La première ne mettant en évidence, que l'effet des trois variables.

$$\text{Log \% E} = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$$

- La seconde mettant en évidence en plus des effets des trois variables, l'effet de leur interaction.

$$\text{Log } \% E = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3$$

Nous avons procédé par la suite à une étude statistique, celle-ci nous a permis à l'aide des tests de Fisher de confirmer, l'importance effective des effets des trois variables et des interactions ainsi que la validité de la seconde équation représentant les variations de Log % E.

Par cette analyse nous pouvons donc établir le modèle :

$$\% E = 2,5240^{26} \cdot t^{-12,7} \cdot A^Y \cdot H^Z$$

avec :

$$Y = 3,13(-11,52 + 2,41 \text{ Logt} + 3,27 \text{ Log H} - 0,64 \text{ Logt} \cdot \text{Logt H})$$

$$Z = 2,06 (- 8,93 + 1,74 \text{ Logt})$$

Cette équation n'est évidemment pas la seule envisageable pour représenter le rendement global en huile.

Nous avons également étudié le polynôme du second ordre mais comme celui-ci n'apportait pas d'amélioration notable au niveau de la somme des carrés des résidus nous nous sommes limités à ce modèle.

La méthode de planification est pratique quand on veut estimer les coefficients d'un modèle pouvant se mettre sous la forme linéaire, mais dans le cas contraire la recherche des paramètres du modèle et l'estimation de leur importance relative deviennent compliquées.

Notre souhait serait que ce modeste travail puisse déclencher des études fondamentales, susceptibles non seulement d'apporter des améliorations à cette approche mathématique du procédé étudié, mais également d'ouvrir des perspectives nouvelles au domaine concerné.

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

1. F. DESLANDES et L. VANDENBERGHE " Les bois, caractéristiques, usinages utilisations diverses", Ed. EYROLLES, Paris 1959
2. P. ROCHETTE, " Le bois sa structure, ses propriétés, ses utilisations" Monographie . Ed. Dunod , Paris , 1964
3. A. AZZOUNI, " Etude de la croissance de cedrus atlantica Manetti" , Mémoire de fin d'études INA Alger 1980
4. BENSALD, " Etude des facteurs limitants la régénération du cèdre de l'Atlas", Mémoire de fin d'études, INA Alger , 1980
5. NEZAR " Etude de la régénération du cèdre de l'Atlas". Mémoire de fin d'études . INA Alger, 1980
6. Y.R. NAVES, "Technologie et chimie des parfums naturels " Ed. Masson et Cie. Paris 1974 .
7. T. SINDA, K.L. HANDA , Felt Seifen Anstrichmittel, Parfüm U. Kosmet Dutsch, n°6, 217-223, 1976
8. DESPIAVC , "Revue Française des corps gras", Vol. 25 , n°1, 9-13, 1978
9. BRATS , " Revue Française des corps gras" , Vol. 25, n°1 3-8. 1978
10. M. PLATTER , P. TEISSEIRE , " Les Recherches Françaises " n° 19 131-144, 1974
11. R. FRANCOIS , "Chimie et Industries " Vol. 96, n°6, 1685- 1690 , Déc. 1966 .
12. PERIC, " La Riv. Ital. Sost. Grasse" Vol. 49, n°7, 315-329, 1972
13. O.M. ANGELIDIS; " Rev. des oléagineux" n° 8,9, Aout-Sep. 1968
15. J.O. OSBURN, D.L. KATZ , "Trans. Am. Inst. Chem. Engrs, 511- 531 , Vol. 40, 1944
14. O.M. ANGELIDIS , "Rev. des oléagineux " n°11 , Nov. 1968 .
16. G.B. SARACCO, A. GIANETTO, " La Riv. Ital. Sost, Grasse, Vol. 49 497- 510 , 1965 .
17. P. TRAMBOUSE, J.P. WAUQUIER, "Le développement des procédés de raffinages et pétrochimie " Ed. Technip, 1975
18. FRANCKS " Modeling and simulation in chemical engineering " Ed. Wiley Interscience, 1972
19. P. DUEA, M. GIRAULT " Analyse de la variance et plans d'expériences" Ed. Wiley Interscience 1978 DUNOD, PARIS, 1969
20. V. PAVELIC et U. SAXENA " Chem. Eng." Vol. 76, n°21, 175- 180, 1969
21. J.S. HUNTER . " Chem. Eng. Symp. Ser. " Vol. 56, N°31, 10-25, 1960
22. L. VIRAG, " Int. Chem. Eng. " Vol. 10, n°4 , 513-519 , 1970

23. A.H. BOWKER, G.J.LIEBERMAN , " Methodes statistiques de l'ingénieur"  
Ed DUNOD, Paris 1965.
24. L.LEBART, A.MORINEAU, J.P.FRENELON, " Traitements des données sta-  
tistiques , méthodes et programmes " Ed. Dunod, Paris , 1979.
25. T.SINGA, K.L.HANDA, P.R.RAO "Parfüm. U. Kosmet, Dutsch, n°3  
68-71, 1976
26. " Maslozhir, Promyshh, SSSR, n°3 26-29 , 1977  
L.A. SAVENKO
27. AIVAZIAN, IENVKOV, L.MECHLKINE ." Elément de modélisation et traite-  
ment préliminaires " Ed. Mir, 1985
28. N.BOUAICHA, "Extraction des essences du bois du cèdre de l'Atlas,  
Approche analytique des extraits " Mémoire de fin d'études E.N.P.  
D'Alger , 1984.

o-o

	Nombres de degrés de liberté du numérateur ( $v_1$ )																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	161	200	216	225	230	234	237	239	241	242	243	244	245	245	246	246	247	247
2	18,5	19,0	19,2	19,2	19,3	19,3	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4
3	10,1	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,76	8,74	8,73	8,71	8,70	8,69	8,68	8,67
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,94	5,91	5,89	5,87	5,86	5,84	5,83	5,82
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,70	4,68	4,66	4,64	4,62	4,60	4,59	4,58
6	5,99	5,14	4,76	4,52	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,03	4,00	3,98	3,96	3,94	3,92	3,91	3,90
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,60	3,57	3,55	3,53	3,51	3,49	3,48	3,47
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,31	3,28	3,26	3,24	3,22	3,20	3,19	3,17
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,10	3,07	3,05	3,03	3,01	2,99	2,97	2,96
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,94	2,91	2,89	2,86	2,85	2,83	2,81	2,80
11	4,34	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,82	2,79	2,76	2,74	2,72	2,70	2,69	2,67
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75	2,72	2,69	2,66	2,64	2,62	2,60	2,58	2,57
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,63	2,60	2,58	2,55	2,53	2,51	2,50	2,48
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60	2,57	2,53	2,51	2,48	2,46	2,44	2,43	2,41
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,51	2,48	2,45	2,42	2,40	2,38	2,37	2,35
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,46	2,42	2,40	2,37	2,35	2,33	2,32	2,30
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45	2,41	2,38	2,35	2,33	2,31	2,29	2,27	2,26
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,37	2,34	2,31	2,29	2,27	2,25	2,23	2,22
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,34	2,31	2,28	2,26	2,23	2,21	2,20	2,18
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,31	2,28	2,25	2,22	2,20	2,18	2,17	2,15
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,28	2,25	2,22	2,20	2,18	2,16	2,14	2,12
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,26	2,23	2,20	2,17	2,15	2,13	2,11	2,10
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	2,23	2,20	2,18	2,15	2,13	2,11	2,09	2,07
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30	2,25	2,21	2,18	2,15	2,13	2,11	2,09	2,07	2,05
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24	2,20	2,16	2,14	2,11	2,09	2,07	2,05	2,04
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,18	2,15	2,12	2,09	2,07	2,05	2,03	2,02
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,20	2,17	2,13	2,10	2,08	2,06	2,04	2,02	2,00
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19	2,15	2,12	2,09	2,06	2,04	2,02	2,00	1,99
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,14	2,10	2,08	2,05	2,03	2,01	1,99	1,97
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,13	2,09	2,06	2,04	2,01	1,99	1,98	1,96
32	4,15	3,29	2,90	2,67	2,51	2,40	2,31	2,24	2,19	2,14	2,10	2,07	2,04	2,01	1,99	1,97	1,95	1,94
34	4,13	3,28	2,88	2,65	2,49	2,38	2,29	2,23	2,17	2,12	2,08	2,05	2,02	1,99	1,97	1,95	1,93	1,92
36	4,11	3,26	2,87	2,63	2,48	2,36	2,28	2,21	2,15	2,11	2,07	2,03	2,00	1,98	1,95	1,93	1,92	1,90
38	4,10	3,24	2,85	2,62	2,46	2,35	2,26	2,19	2,14	2,09	2,05	2,02	1,99	1,96	1,94	1,92	1,90	1,88
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	2,04	2,00	1,97	1,95	1,92	1,90	1,89	1,87
42	4,07	3,22	2,83	2,59	2,44	2,32	2,24	2,17	2,11	2,06	2,03	1,99	1,96	1,93	1,91	1,89	1,87	1,86
44	4,06	3,21	2,82	2,58	2,43	2,31	2,23	2,16	2,10	2,05	2,01	1,98	1,95	1,92	1,90	1,88	1,86	1,84
46	4,05	3,20	2,81	2,57	2,42	2,30	2,22	2,15	2,09	2,04	2,00	1,97	1,94	1,91	1,89	1,87	1,85	1,83
48	4,04	3,19	2,80	2,57	2,41	2,29	2,21	2,14	2,08	2,03	1,99	1,96	1,93	1,90	1,88	1,86	1,84	1,82
50	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	2,20	2,13	2,07	2,03	1,99	1,95	1,92	1,89	1,87	1,85	1,83	1,81
55	4,02	3,16	2,77	2,54	2,38	2,27	2,18	2,11	2,06	2,01	1,97	1,93	1,90	1,88	1,85	1,83	1,81	1,79
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,95	1,92	1,89	1,86	1,84	1,82	1,80	1,78
65	3,99	3,14	2,75	2,51	2,36	2,24	2,15	2,08	2,03	1,98	1,94	1,90	1,87	1,85	1,82	1,80	1,78	1,76
70	3,98	3,13	2,74	2,50	2,35	2,23	2,14	2,07	2,02	1,97	1,93	1,89	1,86	1,84	1,81	1,79	1,77	1,75
80	3,96	3,11	2,72	2,49	2,33	2,21	2,13	2,06	2,00	1,95	1,91	1,88	1,84	1,82	1,79	1,77	1,75	1,73
90	3,95	3,10	2,71	2,47	2,32	2,20	2,11	2,04	1,99	1,94	1,90	1,86	1,83	1,80	1,78	1,76	1,74	1,72
100	3,94	3,09	2,70	2,46	2,31	2,19	2,10	2,03	1,97	1,93	1,89	1,85	1,82	1,79	1,77	1,75	1,73	1,71
125	3,92	3,07	2,68	2,44	2,29	2,17	2,08	2,01	1,96	1,91	1,87	1,83	1,80	1,77	1,75	1,72	1,70	1,69
150	3,90	3,06	2,66	2,43	2,27	2,16	2,07	2,00	1,94	1,89	1,85	1,82	1,79	1,76	1,73	1,71	1,69	1,67
200	3,89	3,04	2,65	2,42	2,26	2,14	2,06	1,98	1,93	1,88	1,84	1,80	1,77	1,74	1,72	1,69	1,67	1,66
300	3,87	3,03	2,63	2,40	2,24	2,13	2,04	1,97	1,91	1,86	1,82	1,78	1,75	1,72	1,70	1,68	1,66	1,64
500	3,86	3,01	2,62	2,39	2,23	2,12	2,03	1,96	1,90	1,85	1,81	1,77	1,74	1,71	1,69	1,66	1,64	1,62
1 000	3,85	3,00	2,61	2,38	2,22	2,11	2,02	1,95	1,89	1,84	1,80	1,76	1,73	1,70	1,68	1,65	1,63	1,61
$\infty$	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,79	1,75	1,72	1,69	1,67	1,64	1,62	1,60

F ayant la probabilité 0,05 d'être dépassé

Degrés de liberté du numérateur ( $v_1$ )																	
19	20	22	24	26	28	30	35	40	45	50	60	80	100	200	500		$\infty$
248	248	249	249	249	250	250	251	251	251	252	252	252	253	254	254	254	1
19,4	19,4	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	2
8,67	8,66	8,65	8,64	8,63	8,62	8,62	8,60	8,59	8,59	8,58	8,57	8,56	8,55	8,54	8,53	8,52	3
5,81	5,80	5,79	5,77	5,76	5,75	5,75	5,73	5,72	5,71	5,70	5,69	5,67	5,66	5,65	5,64	5,63	4
4,37	4,36	4,34	4,33	4,32	4,30	4,30	4,28	4,26	4,25	4,24	4,23	4,21	4,20	4,19	4,17	4,17	5
3,88	3,87	3,86	3,84	3,83	3,82	3,81	3,79	3,77	3,76	3,75	3,74	3,72	3,71	3,69	3,68	3,67	6
3,46	3,44	3,43	3,41	3,40	3,39	3,38	3,36	3,34	3,33	3,32	3,30	3,29	3,27	3,25	3,24	3,23	7
3,16	3,15	3,13	3,12	3,10	3,09	3,08	3,06	3,04	3,03	3,02	3,01	2,99	2,97	2,95	2,94	2,93	8
2,95	2,94	2,92	2,90	2,89	2,87	2,86	2,84	2,83	2,81	2,80	2,79	2,77	2,76	2,73	2,72	2,71	9
2,78	2,77	2,75	2,74	2,72	2,71	2,70	2,68	2,66	2,65	2,64	2,62	2,60	2,59	2,56	2,55	2,54	10
2,66	2,65	2,63	2,61	2,59	2,58	2,57	2,55	2,53	2,52	2,51	2,49	2,47	2,46	2,43	2,42	2,40	11
2,56	2,54	2,52	2,51	2,49	2,48	2,47	2,44	2,43	2,41	2,40	2,38	2,36	2,35	2,32	2,31	2,30	12
2,47	2,46	2,44	2,42	2,41	2,39	2,38	2,36	2,34	2,33	2,31	2,30	2,27	2,26	2,23	2,22	2,21	13
2,40	2,39	2,37	2,35	2,33	2,32	2,31	2,28	2,27	2,25	2,24	2,22	2,20	2,19	2,16	2,14	2,13	14
2,34	2,33	2,31	2,29	2,27	2,26	2,25	2,22	2,20	2,19	2,18	2,16	2,14	2,12	2,10	2,08	2,07	15
2,29	2,28	2,25	2,24	2,22	2,21	2,19	2,17	2,15	2,14	2,12	2,11	2,08	2,07	2,04	2,02	2,01	16
2,24	2,23	2,21	2,19	2,17	2,16	2,15	2,12	2,10	2,09	2,08	2,06	2,03	2,02	1,99	1,97	1,96	17
2,20	2,19	2,17	2,15	2,13	2,12	2,11	2,08	2,06	2,05	2,04	2,02	1,99	1,98	1,95	1,93	1,92	18
2,17	2,16	2,13	2,11	2,10	2,08	2,07	2,05	2,03	2,01	2,00	1,98	1,96	1,94	1,91	1,89	1,88	19
2,14	2,12	2,10	2,08	2,07	2,05	2,04	2,01	1,99	1,98	1,97	1,95	1,92	1,91	1,88	1,86	1,84	20
2,11	2,10	2,07	2,05	2,04	2,02	2,01	1,98	1,96	1,95	1,94	1,92	1,89	1,88	1,84	1,82	1,81	21
2,08	2,07	2,05	2,03	2,01	2,00	1,98	1,96	1,94	1,92	1,91	1,89	1,86	1,85	1,82	1,80	1,78	22
2,06	2,05	2,02	2,00	1,99	1,97	1,96	1,93	1,91	1,90	1,88	1,86	1,84	1,82	1,79	1,77	1,76	23
2,04	2,03	2,00	1,98	1,97	1,95	1,94	1,91	1,89	1,88	1,86	1,84	1,82	1,80	1,77	1,75	1,73	24
2,02	2,01	1,98	1,96	1,95	1,93	1,92	1,89	1,87	1,86	1,84	1,82	1,80	1,78	1,75	1,73	1,71	25
2,00	1,99	1,97	1,95	1,93	1,91	1,90	1,87	1,85	1,84	1,82	1,80	1,78	1,76	1,73	1,71	1,69	26
1,99	1,97	1,95	1,93	1,91	1,90	1,88	1,86	1,84	1,82	1,81	1,79	1,76	1,74	1,71	1,69	1,67	27
1,97	1,96	1,93	1,91	1,90	1,88	1,87	1,84	1,82	1,80	1,79	1,77	1,74	1,73	1,69	1,67	1,65	28
1,96	1,94	1,92	1,90	1,88	1,87	1,85	1,83	1,81	1,79	1,77	1,75	1,73	1,71	1,67	1,65	1,64	29
1,95	1,93	1,91	1,89	1,87	1,85	1,84	1,81	1,79	1,77	1,76	1,74	1,71	1,70	1,66	1,64	1,62	30
1,92	1,91	1,88	1,86	1,85	1,83	1,82	1,79	1,77	1,75	1,74	1,71	1,69	1,67	1,63	1,61	1,59	32
1,90	1,89	1,86	1,84	1,82	1,80	1,80	1,77	1,75	1,73	1,71	1,69	1,66	1,65	1,61	1,59	1,57	34
1,88	1,87	1,85	1,82	1,81	1,79	1,78	1,75	1,73	1,71	1,69	1,67	1,64	1,62	1,59	1,56	1,55	36
1,87	1,85	1,83	1,81	1,79	1,77	1,76	1,73	1,71	1,69	1,68	1,65	1,62	1,61	1,57	1,54	1,53	38
1,85	1,84	1,81	1,79	1,77	1,76	1,74	1,72	1,69	1,67	1,66	1,64	1,61	1,59	1,55	1,53	1,51	40
1,84	1,83	1,80	1,78	1,76	1,74	1,73	1,70	1,68	1,66	1,65	1,62	1,59	1,57	1,53	1,51	1,49	42
1,83	1,81	1,79	1,77	1,75	1,73	1,72	1,69	1,67	1,65	1,63	1,61	1,58	1,56	1,52	1,49	1,48	44
1,82	1,80	1,78	1,76	1,74	1,72	1,71	1,68	1,65	1,64	1,62	1,60	1,57	1,55	1,51	1,48	1,46	46
1,81	1,79	1,77	1,75	1,73	1,71	1,70	1,67	1,64	1,62	1,61	1,59	1,56	1,54	1,49	1,47	1,45	48
1,80	1,78	1,76	1,74	1,72	1,70	1,69	1,66	1,63	1,61	1,60	1,58	1,54	1,52	1,48	1,46	1,44	50
1,78	1,76	1,74	1,72	1,70	1,68	1,67	1,64	1,61	1,59	1,58	1,55	1,52	1,50	1,46	1,43	1,41	55
1,76	1,75	1,72	1,70	1,68	1,66	1,65	1,62	1,59	1,57	1,56	1,53	1,50	1,48	1,44	1,41	1,39	60
1,75	1,73	1,71	1,69	1,67	1,65	1,63	1,60	1,58	1,56	1,54	1,52	1,49	1,46	1,42	1,39	1,37	65
1,74	1,72	1,70	1,67	1,65	1,64	1,62	1,59	1,57	1,55	1,53	1,50	1,47	1,45	1,40	1,37	1,35	70
1,72	1,70	1,68	1,65	1,63	1,62	1,60	1,57	1,54	1,52	1,51	1,48	1,45	1,43	1,38	1,35	1,32	80
1,70	1,69	1,66	1,64	1,62	1,60	1,59	1,55	1,53	1,51	1,49	1,46	1,43	1,41	1,36	1,32	1,30	90
1,69	1,68	1,65	1,63	1,61	1,59	1,57	1,54	1,52	1,49	1,48	1,45	1,41	1,39	1,34	1,31	1,28	100
1,67	1,65	1,63	1,60	1,58	1,57	1,55	1,52	1,49	1,47	1,45	1,42	1,39	1,36	1,31	1,27	1,25	125
1,66	1,64	1,61	1,59	1,57	1,55	1,53	1,50	1,48	1,45	1,44	1,41	1,37	1,34	1,29	1,25	1,22	150
1,64	1,62	1,60	1,57	1,55	1,53	1,52	1,48	1,46	1,43	1,41	1,39	1,35	1,32	1,26	1,22	1,19	200
1,62	1,61	1,58	1,55	1,53	1,51	1,50	1,46	1,43	1,41	1,39	1,36	1,32	1,30	1,23	1,19	1,15	300
1,61	1,59	1,56	1,54	1,52	1,50	1,48	1,45	1,42	1,40	1,38	1,34	1,30	1,28	1,21	1,16	1,11	500
1,60	1,58	1,55	1,53	1,51	1,49	1,47	1,44	1,41	1,38	1,36	1,33	1,29	1,26	1,19	1,13	1,08	1000
1,59	1,57	1,54	1,52	1,50	1,48	1,46	1,42	1,39	1,37	1,35	1,32	1,27	1,24	1,17	1,11	1,00	$\infty$

Degrés de liberté du dénominateur ( $v_2$ )

*F ayant la probabilité 0,05 d'être dépassé*

