

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie Chimique

Projet de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie Chimique

**Thème**

*Intensification des procédés  
et  
modélisation de la consommation  
énergétique*

Dirigé par  
Pr. E.H BENYOUSSEF

Etudié par  
Naila BALI  
Neila Bisma BELBLIDIA

Soutenu le 13 juin 2015 devant le jury composé de :

Président :  
Examineurs :  
Rapporteur :

R. DERRICHE  
F. KIES  
F. SOUABI  
E.H. BENYOUSSEF

Professeur à l'ENP  
Maitre de conférences à l'ENP  
Professeur à l'ENP  
Professeur à l'ENP

**Promotion 2015**

## **Dédicaces**

Ce modeste travail est le fruit de cinq durs mais merveilleuses années d'études.

Je le dédie en tout premier lieu aux personnes sans qui tout cela n'aurait été possible. Les personnes qui ont fait de moi ce qui je suis aujourd'hui, celles qui ont partagé mes joies, mes rires, mes larmes, et qui ont dû supporter mes humeurs. Les personnes qui ont vécu au plus près ces cinq années (et bien plus), celles qui, sans leurs encouragements sans limite, leur confiance, leur amour, leur présence et leur conseils, tout ce que j'aurais accompli dans ma vie n'aurait de sens. A mes modèles dans la vie, Maman et Papa c'est dans votre fierté que je puise ma force.

A ma sœur Nadjet et mon autre sœur Sarah, qui m'ont toujours encouragée et n'ont cessé de croire en moi. A mon frère Nazim, qui a toujours été là pour moi et m'a éclairé de ses conseils avisés. A Léia, qui, sans même le savoir, est ma source de bonheur. A Imène, qui m'a toujours soutenue. A ma « petite sœur » Yasmine, celle qui a toujours répondu présente, même à des milliers de kilomètres. A Hanane, qui m'a toujours redonné le sourire. Enfin à toute ma famille qui a toujours été là pour moi. Vous êtes ma source de motivation.

A Nawel, mon amie, ma confidente, cette belle surprise qui a bouleversé ma vie et sans qui ces cinq années n'auraient, incontestablement pas été les mêmes.

A mon autre famille, ces merveilleuse personnes que j'ai eu la chance de côtoyer durant ces années et qui ont embelli mon quotidien: Ilhem, Amine HB, Nazim, Issam, Mahrez, Amine Bob, Housseem, Anis, Salim, et Ramzi. Merci pour le bonheur que vous m'apportez.

Enfin, comment pourrais-je finir ces dédicaces sans citer la personne qui d'aussi loin que je me souviens a été ma binôme dans la vie. Celle qui a toujours su trouver les mots pour m'encourager, celle qui a toujours été là, mon alliée, la meilleure de tous les binômes, Naila. Merci pour ces merveilleuses 10 années, ou plus !

A toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail.

Je ne saurais jamais assez vous remercier pour tout ce que vous faites pour moi.

Neila Bisma Belblidia

## ***Dédicaces***

*Aux personnes formidables que sont mes chers parents, je leur dédie ce travail en témoignage de ma reconnaissance pour tous leurs sacrifices et leurs encouragements durant mes études. Pour avoir cru en moi.*

*J'espère être à la hauteur de ce que vous attendez de moi.*

*A ma petite sœur Lina, notre petit rayon de soleil, pour m'avoir apporté la joie et la bonne humeur après mes dures journées d'études.*

*A mon frère Amine, qui m'a soutenue durant toute ma vie et avec qui j'ai tout partagé.*

*A ma grande famille, oncles et tantes, cousins et cousines qui ont toujours su répondre présents et qui font que j'ai une famille formidable.*

*A mes grands-mères pour leur soutien continu et leur amour.*

*A mes amis : Nawel, Nazim, Issam, Mahrez, Lotfi, Salim, Lyes, Amine (et ses expressions légendaires !), Karim, Sabrina, Anis, Housseem, Amine BOB, Said, Ghiless (et ses blagues), Mehdi, Anouar, Samy, Hamza et Amine HB, pour tous les moments passés ensemble et tous les fous rires inoubliables, ces années en votre compagnie étaient magnifiques, que d'agréables souvenirs.*

*A mes amis de longue date : Mehdi, Wissem, Youssef, Soraya, Walid, Wissem et Samy*

*A Ilhem et Narimane, mes chères amies grâce à qui j'ai passé d'excellents moments au sein et en dehors du département.*

*Et enfin, à ma binôme, mon amie, celle qui est toujours souriante, qui diffuse la joie et la bonne humeur où elle soit, la meilleure de toutes, Neila, mon autre jumelle avec qui j'ai partagé et que je partagerai des moments formidables.*

*A tous ceux qui me sont chers*

***Naila***

## *Remerciements*

*Les travaux de ce projet de fin d'études ont été réalisés au sein du Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles, département du Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique à Alger, sous la direction de monsieur E.H. Benyoussef, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique.*

*Tout d'abord, nous tenons à remercier notre enseignant et encadreur, le Professeur E-H Benyoussef, pour nous avoir aidées à accomplir ce travail et pour nous avoir accompagnées tout au long de ces mois de labeur. Nous lui exprimons notre immense reconnaissance pour la confiance qu'il nous a accordée, sa présence, sa disponibilité ainsi que pour ses judicieux conseils. Nous lui sommes également reconnaissantes pour son soutien infaillible, son dynamisme et ses encouragements qui ont été une grande source de motivation. Nous avons été honorées de travailler avec vous monsieur, et nous vous remercions aujourd'hui pour tout ce que vous nous avez apporté durant ces trois dernières années.*

*Nous exprimons notre profonde gratitude à madame R.Derriche, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique pour nous avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury et nous avoir tant appris durant nos années au sein du département.*

*Nos vifs remerciements vont à madame F.Souahi et madame F.Kies, respectivement Professeur et Maître de conférences à l'Ecole Nationale Polytechnique, pour avoir accepté d'examiner notre travail. Nous vous remercions également pour vos conseils et votre bienveillance.*

*Que l'ensemble des enseignants, sans qui nous n'aurions eu le bagage nécessaire pour aborder ce sujet, trouvent ici, l'expression de notre profonde reconnaissance pour leurs conseils, leur gentillesse mais aussi, pour nous avoir donné le sentiment d'appartenir à une famille. Nous tenons à citer également Radia pour sa gentillesse et sa bonne humeur.*

*Nous remercions nos très chers amis et camarades du Génie Chimique pour l'ambiance conviviale qu'ils nous ont apportée et pour tous les moments inoubliables que nous avons passés.*

*Enfin, mille mercis à nos familles pour la compréhension et le soutien qu'ils nous ont manifestés. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude.*

## ملخص

### تكثيف طرق إستخلاص الزيوت الأساسية و نمذجة إستهلاك الطاقة

هذا العمل يهدف لدراسة طرق استخلاص الزيوت الأساسية و لهذا الغرض قسم العمل الى جزئين. الجزء الاول يعالج دراسة تكثيف وحدة إستخلاص الزيوت الأساسية بواسطة تصغير جهاز التكاثر لاقتراح وحدة مكثفة يمكن تطبيقها على السلم الصناعي الجزء الثاني يتعلق بنمذجة نقل المادة و إستهلاك الطاقة في عمليات الإستخلاص التقليدية و العمليات المبتكرة، المكثفة، و المساندة بالامواج الميكرومترية (ميكروويف). أولا، وضع نموذج رياضي لتمثيل افضل لعملية التقطير. ثم تم إقتراح نهج جديد لوصف الإستخلاص في العمليات المساندة بالامواج الميكرومترية (ميكروويف). هذه النماذج الجديدة سمحت دراسة إستهلاك الطاقة في كلا العمليات و كذا تقدير فعالية التكتيف عبر إستعمال الامواج الميكرومترية للندفنة

**الكلمات المفتاحية** تكثيف، مكثف، إستخلاص الزيوت الأساسية، الامواج الدقيقة(ميكروويف)، نمذجة، نقل المادة، إستهلاك الطاقة

## Résumé

### Intensification des procédés d'extraction des huiles essentielles et modélisation énergétique

Le présent travail a pour objectif l'étude des procédés d'extraction des huiles essentielles. Pour cela, il est divisé en deux parties. La première, porte sur l'étude de l'intensification d'une unité d'extraction par miniaturisation du dispositif de condensation, afin de proposer une unité intensifiée applicable à l'échelle industrielle.

La seconde, consiste en la modélisation du transfert de matière et de la consommation énergétique dans le cas des procédés classiques et innovants, intensifiés, assistés par microondes. D'abord un modèle mathématique a été développé pour représenter au mieux l'hydrodistillation. Ensuite, une nouvelle approche avec de nouvelles équations a été proposée pour décrire les extractions assistées par microondes. Les modèles développés ont permis l'étude de la consommation énergétique dans le but de mieux apprécier l'intensification moyennant les microondes comme source de chauffage.

**Mots-clés :** Intensification, Mini condenseur, Extraction des huiles essentielles, Microondes, Modélisation, Transfert de matière, Consommation énergétique.

## Abstract

### Essential oil extraction process intensification and energy consumption modeling

The aim of this work is to study the extraction processes of essential oil. Thus, it was divided in two main parts. The first part deals with the intensification of an extraction unit through the miniaturization of the condenser in order to propose an intensified unit easily transposed to the industrial scale.

The second part includes mass transfer and energy consumption modeling for both, classical processes and innovative ones, intensified using microwaves as heating source. First, a new mathematical model was developed in order to better describe a classical hydrodistillation. Then, an innovative approach with new equations was proposed to describe microwave assisted extraction technique. The models developed allowed the energy consumption assessment and thus, a better appreciation of the efficiency of the intensification by means microwaves as a heating source.

**Keywords:** Intensification, Minichanel condensation, essential oil extraction process, Microwaves, Modeling, Mass transfer, Energy consumption.

## Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	1
------------------------------------	---

### **PARTIE I : Intensification des procédés**

#### **Chapitre I : Généralités sur l'intensification des procédés**

I.1. Définition de l'intensification des procédés.....	3
I.2. Méthodes d'intensification.....	3
I.3. Intensification par couplage de fonctions.....	4
I.3.1 Les échangeurs-réacteurs.....	4
I.3.2 Réacteurs à échanges intensifiés.....	5
I.4. Intensification par microstructuration des procédés.....	5
I.4.1 Les réacteurs microstructurés et les microréacteurs.....	6
I.4.2 Micromélangeurs et mélangeurs microstructurés.....	7
I.4.3 Microéchangeurs de chaleur.....	7
I.5. Extrapolation des systèmes à l'échelle industrielle.....	11
I.6. Distribution des fluides.....	11
I.7. Conclusion.....	12

#### **Chapitre II: Procédés intensifiés d'extraction des huiles essentielles**

II.1. Procédés assistés par microondes.....	14
II.1.1 Définition.....	14
II.1.2 Chauffage par microondes .....	14
II.1.3 Les microondes : technique d'intensification de l'extraction des huiles essentielles.....	16
II.2. Autres procédés d'extraction intensifiés.....	22
II.3. Conclusion.....	28

## **Chapitre III : Intensification d'une unité d'extraction des huiles essentielles**

III.1.	Présentation de l'unité.....	31
III.2.	Intensification du système de condensation.....	34
III.2.1	Intensification par miniaturisation du condenseur à eau.....	35
III.2.2	Calcul d'un aérocondenseur miniaturisé .....	44
III.3.	Conclusion.....	51

## **PARTIE II : Modélisation**

### **Chapitre IV: Modélisation d transfert de matière**

IV.1.	Rappel sur le transfert de matière.....	54
IV.2.	Rappel sur L'adsorption.....	58
IV.3.	Modèle avec résistance au transfert de matière en phase vapeur.....	63
IV.3.1	Influence du débit de vapeur sur l'extraction.....	63
IV.3.2	Développement du modèle.....	64
IV.3.3	Validation du modèle.....	69
IV.4.	Modèle basé sur un phénomène de surface.....	76
IV.5.	Conclusion.....	81

### **Chapitre V: Modélisation de la consommation énergétique**

V.1.	Rappel sur les cinétiques d'extraction .....	84
Genévrier.....	84	
Lavande.....	85	
V.2.	Modélisation de la consommation énergétique .....	85
Genévrier.....	86	
Lavande.....	89	
V.3.	Conclusion .....	96

<b>Conclusion générale.....</b>	<b>97</b>
---------------------------------	-----------

## **Bibliographie**

## **Annexe**

## Liste des tableaux

Tableau III.1 : Dimensionnement du container moyen utilisé pour le Mobilab.....	31
Tableau III.2 : Caractéristiques de la charge à traiter.....	32
Tableau III.3 : Dimensionnement de l'aérocondenseur du Mobilab.....	33
Tableau III.4 : Consommation énergétique du Mobilab.....	34
Tableau III.5 : Caractéristiques de l'installation photovoltaïque du Mobilab.....	34
Tableau III.6 : Données thermodynamiques.....	36
Tableau III.7 : Résultats de calcul des différents paramètres.....	42
Tableau III.8 : Calculs des flux de chaleur lors de la condensation.....	45
Tableau III.9 : Caractéristiques du ventilateur choisi.....	46
Tableau IV.1 : Valeurs numériques des facteurs pré-exponentiels des six premiers termes de la série pour une plaque plane.....	65
Tableau IV.2 : Valeurs numériques des facteurs dans l'exponentiel des six premiers termes de la série pour une plaque plane.....	65
Tableau IV.3 : Les valeurs de $T_n/T_1$ pour différentes valeurs de L dans le cas d'une plaque plane.....	66
Tableau IV.4 : Les valeurs de $F_n/F_1$ pour différentes valeurs de L dans le cas d'une plaque plane.....	67
Tableau IV.5 : Paramètres du modèle 1 et 2 obtenus après simulation.....	72
Tableau IV.6 : Paramètres du modèle 2 obtenus après simulation de l'extraction de l'huile de lavande.....	75
Tableau IV.7 : Paramètres du modèle de désorption après simulation.....	79
Tableau IV.8 : Paramètres du modèle du premier ordre.....	80
Tableau V.1 : Energie consommée lorsque l'extraction atteint un rendement de 95% et 99% .....	87
Tableau V.2 : Données relatives à l'extraction assistée par microondes MSDF et le procédé classique SDF.....	90
Tableau V.3 : Calculs de l'énergie globale consommée pour le procédé MSDF pour différentes puissances.....	91
Tableau V.4 : Différence entre la consommation énergétique de la vapodiffusion classique et assistée par microondes des fleurs de lavande.....	95



## Liste des figures

Figure I.1 : Méthodes d'intensification (Stankuewicz & Mouljin, 2000).....	4
Figure II.1 : Orientation des dipôles électriques a) en absence de champ électrique ; b) en présence d'un champ électrique continu ; c) en présence d'un champ électrique alternatif .....	15
Figure II.2 : Mécanisme du transfert de chaleur et de matière lors d'une extraction classique et par microondes des produits naturels (Veggi & al, 2008).....	17
Figure II.3 : Micrographies des feuilles de thym (a) sans traitement, (b) après hydrodistillation d'une durée de 60 min et (c) après hydrodistillation assistée par microondes pendant 30 min (Golmakan & Rezaei, 2008).....	17
Figure II.4 : Schéma de l'hydrodiffusion assistée par microondes et gravité (Rostagno & Prado, 2013).....	18
Figure II.5 : Schéma de la vapodiffusion assistée par microondes (Farahat & al, 2009).....	19
Figure II.6 : Schéma du dispositif d'entraînement à l'air assisté par microondes (Lucchesie, 2005).....	19
Figure II.7 : Schéma du dispositif d'hydrodistillation assistée par microondes sous pression réduite (Lucchesie, 2005).....	20
Figure II.8 : Schéma du dispositif d'hydrodistillation assistée par microondes (Rostagno & Prado, 2013).....	21
Figure II.9 : Schéma du dispositif d'entraînement à la vapeur assisté par microondes (Rostagno & Prado, 2013).....	22
Figure II.10 : Implosion des bulles de cavitation près d'une paroi solide (Michel, 2011).....	23
Figure II.11 : Schéma de l'extraction par chauffage ohmique (Gavahina, 2012).....	25
Figure II.12 : Photo de l'installation d'hydrodistillation solaire (Munir & al, 2010).....	26
Figure II.13 : Schéma du MOBILAB (Basta & Amrani, 2008).....	27
Figure II.14 : Vue d'ensemble de l'intérieur du MOBILAB (Bacha & Tchekikène, 2010).....	28
Figure III.1 : Schéma du serpentin (gauche) et de la disposition des ventilateurs (droite).....	33
Figure III.2 : Réseau des mini condenseurs.....	36
Figure III.3 : Différents zones d'un mini condenseur.....	37

Figure III.4 : Profil des températures tout au long de la condensation du mélange vapeur.....	39
Figure III.5 : Courants d'entrée (droite) et de sortie (gauche) pour la simulation de l'aérocondenseur.....	47
Figure III.6 : Caractéristiques du ventilateurs sur le simulateur hysys.....	47
Figure III.7 : Résultats de la simulation.....	48
Figure III.8 : Schéma de l'aérocondenseur proposé.....	50
Figure IV.1 : Cinétiques d'extraction de l'huile essentielle à partir du genévrier par hydrodistillation (Milojevic & al, 2008).....	63
Figure IV.2 : Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 0,13 ml/min.....	70
Figure IV.3 : Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 3,6ml/min.....	70
Figure IV.4 : Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 10 ml/min.....	71
Figure IV.5 : Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 11,7 ml/min.....	71
Figure IV.6 : cinétiques d'extraction de l'huile de lavande à différents débits.....	73
Figure IV.7 : Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée pour un débit de 3g/min.....	74
Figure IV.8 : Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée pour un débit de 6g/min.....	74
Figure IV.9 : Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée pour un débit de 25, 50 et 60 g/min.....	75
Figure IV.10 : Micrographies des cellules sécrétrices de lavande a) avant traitement, b) après extraction par vapodiffusion et c) assistée par microondes (Farhat & al, 2009).....	76
Figure IV.11 : Courbe de percé.....	77
Figure IV.12 : Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée par le modèle de désorption pour P = 50 W.....	77
Figure IV.13 : Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée par le modèle de désorption pour P = 100 W.....	78
Figure IV.14 : Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée par le modèle de désorption pour P = 200, 300 et 400 W.....	78

Figure IV.15 : Simulation de la cinétique d'extraction de l'huile de thym par un modèle du pseudo-premier ordre.....	80
Figure V.1 : Cinétiques d'extraction des baies de genévrier simulées par le modèle considérant la résistance au transfert de matière.....	84
Figure V.2 : Cinétiques d'extraction des fleurs de lavande par vapodifusion assistée par microondes simulées par le modèle de désorption.....	85
Figure V.3 : Courbes donnant l'énergie consommée simulée à différents rendements de l'extraction de l'huile de genévrier et pour différentes puissances de chauffe.....	86
Figure V.4 : Diagramme représentant la consommation énergétique en fonction du rendement pour l'hydrodistillation des baies de genévrier.....	88
Figure V.5 : Consommation énergétique du procédé MSDF pour différentes puissances de microondes pour l'extraction de l'huile de lavande.....	92
Figure V.6 : Histogramme représentant la consommation énergétique pour différentes puissances de microondes pour l'extraction de l'huile de lavande.....	92
Figure V.7 : Energie consommée en fonction des puissances délivrées par le four à microondes.....	93
Figure V.8 : Consommation énergétique du procédé classique SDF et du procédé analogue MSDF à 200W.....	94

# **Introduction générale**

L'industrie des huiles essentielles comme toute autre industrie est réputée pour être consommatrice d'importantes quantités de ressources. En effet, les procédés les plus répandus à l'échelle industrielle sont l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur qui sont certes faciles à mettre en œuvre mais hélas, énergivores et grands consommateurs d'eau. Face à une forte consommation des ressources énergétiques qui sont le plus souvent d'origine fossile et à la croissance de leur impact néfaste sur l'environnement, comme la pollution, la recherche de nouvelles alternatives est devenue primordiale et constitue la préoccupation majeure des ingénieurs concepteurs de procédés.

Ces alternatives se traduisent par les différents développements qu'a connus le génie des procédés ces dernières années, comme l'amélioration de l'efficacité des procédés existants suivant le concept de l'intensification par miniaturisation au lieu d'une approche classique basée sur la notion d'opérations fondamentales ou unitaires. Les recherches dans le domaine de la récupération des extraits végétaux traitent de la conception de nouveaux procédés utilisant les énergies renouvelables pour en faire des procédés plus respectueux de l'environnement ou la mise en œuvre de techniques innovantes utilisant les microondes ou les ultrasons afin d'améliorer leur efficacité et diminuer leur consommation énergétique.

Une approche basée sur le concept d'un développement durable des procédés, qu'ils soient classiques ou innovants, passe par l'élaboration d'indicateurs capables de donner simultanément des informations précises sur l'évolution de la production ou du rendement et sur l'évolution de la consommation énergétique.

C'est dans ce contexte que nous nous sommes proposés d'évaluer les possibilités d'intensification d'une unité d'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau et de développer des modèles traduisant l'évolution de la consommation énergétique au cours du processus d'extraction.

Ainsi, nous avons départagé notre travail en deux grands axes :

Le premier, est l'étude de la possibilité d'améliorer une unité d'extraction des huiles essentielles, intensifiée au préalable par l'intégration des énergies renouvelables, en miniaturisant l'échangeur de chaleur servant à la condensation.

Dans le second, nous avons tenté d'élaborer des modèles de transfert de matière sur la base d'une nouvelle approche permettant de différencier entre les phénomènes qui régissent les procédés classiques et intensifiés par l'emploi de microondes. Ces modèles seront utilisés et appliqués pour étudier la consommation énergétique de ces deux procédés.

**Chapitre I :**  
**Généralités sur**  
**l'intensification des**  
**procédés**

Face à une croissance démographique rapide, une augmentation du pouvoir d'achat des consommateurs et de leurs besoins, les industries se voient obligées d'augmenter leur production afin de répondre à la forte demande résultante. Cette croissance forcée de la production entraîne une croissance dans la consommation des ressources naturelles, ressources menacées par une disparition d'ici quelques années, puisqu'il s'agit le plus souvent d'énergies fossiles.

Ne pouvant freiner ni la demande ni la production, la nécessité de trouver d'autres alternatives devient urgente. Des solutions incluant l'intégration des énergies renouvelables ou encore, le développement de méthodes et d'approches innovantes lors de la conception des procédés peuvent être envisagées. Cette idée de développer de nouveaux procédés plus performants repose sur le concept d'intensification initié par Stankiewicz et Moulijin (Stankiewicz & Moulijin, 2000), même si en réalité, certains auteurs se sont penchés sur la question depuis une trentaine d'années déjà comme Tuckerman et Pease qui ont proposé un système de refroidissement moyennant des microcanaux pour les circuits intégrés en électronique (Tuckerman & Pease, 1981).

Dans ce chapitre, des généralités sur le concept innovant d'intensification ainsi qu'une revue des techniques intensifiées développées sont données, afin de mieux apprécier les avantages de son application.

### **I.1. Définition de l'intensification des procédés**

L'intensification est définie comme étant l'ensemble de méthodes et technologies innovantes offrant une réduction significative du rapport taille des installations - capacité de performance, une amélioration de la qualité des produits, une réduction des quantités d'effluents et de catalyseurs, une diminution dans la consommation énergétique et un contrôle précis du procédé, ainsi assurer une meilleure sécurité (Stankiewicz & Moulijn, 2000). Enfin, tout développement ou technologie conduisant à des procédés plus petits, propres, économes et efficaces est considéré comme une intensification.

En d'autres termes,

**Intensification = faire plus avec moins**

### **I.2. Méthodes d'intensification**

Intensifier des procédés peut se faire suivant deux voies principales, selon la nature du procédé et l'amélioration désirée (Stankiewicz & Moulijn, 2000) :

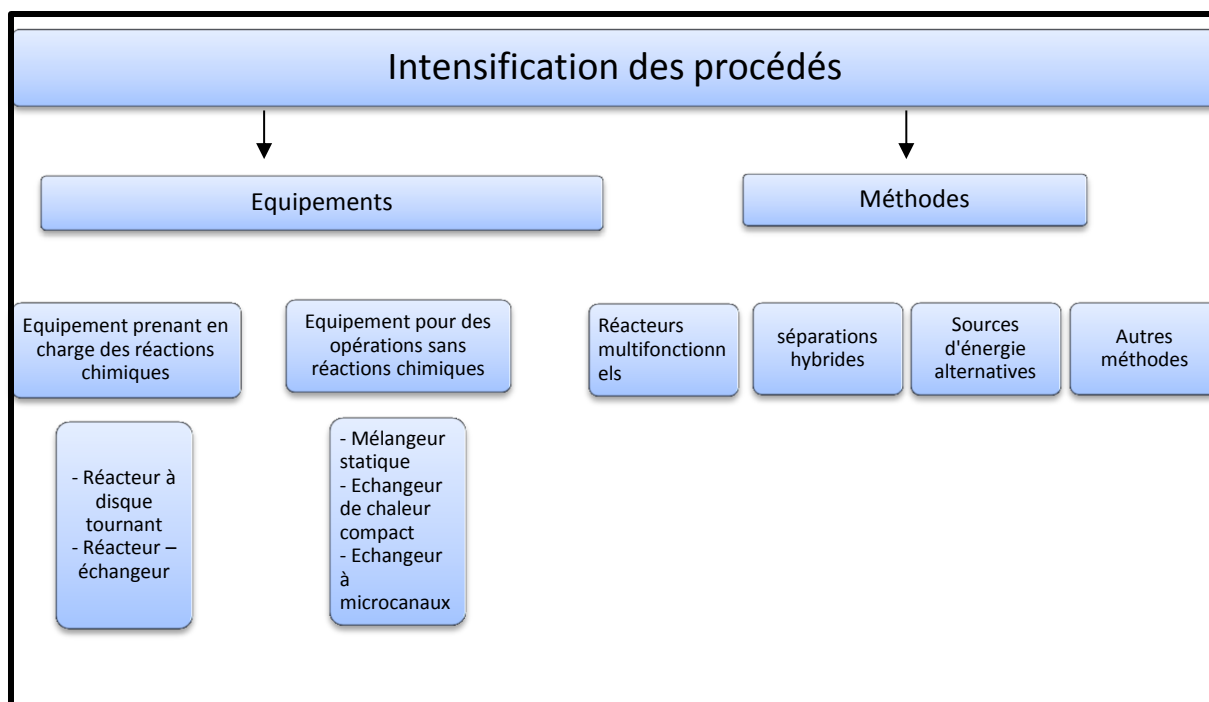
- Intensification **des équipements** utilisés dans les procédés :

Concevoir de nouveaux équipements respectueux de l'environnement de par leur taille, leur consommation énergétique et ayant la capacité de fournir de meilleures performances en transfert de matière et de chaleur. Exemple : les microréacteurs et microéchangeurs de chaleur.

- Intensification **des méthodes** constituant les procédés :

Développer de nouvelles méthodes utilisant des sources d'énergie alternatives (ultrasons, microondes, énergies renouvelables...) ou des techniques fusionnant procédés chimiques et physiques comme le couplage d'un réacteur avec un séparateur en un seul équipement ou encore les réacteurs – échangeurs.





**Figure I. 1** Méthodes d'intensification (Stankiewicz & Moulijn, 2000)

### I.3. Intensification par couplage de fonctions

Parmi les nombreux équipements du génie des procédés, l'intensification par couplage de fonctions a touché des équipements clés présents dans tous les procédés tels que les réacteurs et les échangeurs. Les échangeurs-réacteurs ainsi que les réacteurs à échange intensifié ont donc été développés à l'échelle pilote ou industrielle.

#### I.3.1 Les échangeurs-réacteurs

Le réacteur échangeur, noté HEX, est l'un des exemples les plus développés de l'intensification par couplage de fonctions. C'est un équipement thermique dans lequel des réactions chimiques ont lieu grâce à l'insertion d'ailettes, de structures métalliques poreuses ou encore de créateurs de vortex qui améliorent le mélange et le transfert thermique favorisant les conditions adéquates pour des réactions chimiques.

Ces appareils offrent une sélectivité et des rendements importants grâce à l'amélioration du transfert (de chaleur et de matière), ils diminuent aussi les risques d'emballement des réactions ainsi que les coûts et la taille des installations (Anxionnaza & al, 2008).

### I.3.2 Réacteurs à échanges intensifiés

Ces équipements sont, à l'inverse des premiers, des réacteurs, dans lesquels les échanges thermiques sont intensifiés. Nous pouvons citer :

- Le réacteur à disque tournant SDR (spin disc reactor) : c'est un réacteur formé d'un disque thermostaté tournant. Les réactifs sont injectés par le dessus du disque et forment grâce à la force centrifuge, un film de faible épaisseur qui améliore le transfert de chaleur et de matière. Le transfert de chaleur est assuré par le passage d'un fluide caloporteur au niveau du disque (Fustier, 2012).
- Les réacteurs à microcanaux : ils sont constitués de canaux de très faible dimension dans lesquels les transferts sont améliorés (Anxionnaz & al, 2008).
- Réacteur à flux oscillatoires : Il est constitué d'un tube contenant de nombreuses chicane et relié à un oscillateur. Les oscillations permettent de contrôler le mélange tandis que le temps de séjour sera contrôlé grâce aux débits (Anxionnaz & al, 2008).

### I.4. Intensification par microstructuration des procédés

Une autre méthode d'intensification est la microstructuration des procédés. Elle consiste en une réduction considérable de la taille des équipements. Des études ont montré que le passage de l'échelle métrique à l'échelle micro permettait un gain dans les performances. A titre d'exemple : Echangeur de chaleur de diamètre inférieur à 1 mm. Ce type d'échangeur peut atteindre d'importantes surfaces d'échanges par unité de volume, des valeurs élevées du coefficient de transfert de chaleur et une faible résistance (Yang & Lin, 2007).

Pour mieux comprendre cette approche, il faut revenir sur la nature des phénomènes. Un procédé de transformation de la matière est le fruit des couplages de plusieurs phénomènes élémentaires : hydrodynamiques, réaction chimique, transfert de matière et de chaleur, à différentes échelles spatiales et temporelles. Par exemple, dans une réaction chimique, deux régimes peuvent se distinguer, diffusionnel et chimique.

Selon la nature du procédé, un phénomène peut représenter l'étape limitante par rapport aux autres, traduit par la différence des temps caractéristiques de chaque processus (certains processus ont des temps caractéristiques plus long que d'autres), ce qui peut affecter les performances des procédés (Poux & al, 2010).

L'intensification par miniaturisation peut palier à ces problèmes de performance. Elle consiste à adapter les dimensions géométriques du système aux temps caractéristiques des phénomènes

limitants afin de permettre un gain significatif sur le rendement ou sur la compacité d'un équipement. L'étude des temps caractéristiques montre qu'ils sont proportionnels aux dimensions caractéristiques du système, ainsi les processus ayant des temps faibles peuvent être effectués dans des installations de très faibles dimensions (Poux & al, 2010).

Le but de l'intensification par microstructuration est de performer des équipements à iso-efficacité à petite échelle, c'est-à-dire développer des opérations ayant les mêmes performances (même efficacité et productivité) que celles des techniques conventionnelles mais avec une taille et une consommation énergétique moindre.

C'est dans ce contexte que Commenge et ses collaborateurs (Commenge & al, 2004) ont étudié les performances d'un appareil constitué initialement d'un seul microcanal et pouvant évoluer en plusieurs microcanaux parallèles en conservant la productivité et l'efficacité  $\eta$ . Ils ont étudié le cas des réactions homogènes et hétérogènes du premier ordre et les phénomènes de transfert thermiques lorsque :

- l'écoulement est laminaire, de type Poiseuille et piston dans un canal
- la concentration à la paroi est constante dans le cas d'un transfert de matière
- la température à la paroi est constante dans le cas d'un transfert thermique
- réaction homogène ou hétérogène.

Les résultats qu'ils ont obtenus montrent qu'une réduction importante des installations peut être atteinte. Cependant, cette miniaturisation entraîne une augmentation dans la perte de charge qui est un critère à ne pas négliger lors du dimensionnement. Toutefois, il est possible de la restreindre par la multiplication du nombre de microcanaux et la diminution de la longueur de la conduite en conservant la même section droite. Un compromis entre le diamètre, la longueur, le nombre de microcanaux et la perte de charge doit être envisagé lors de la miniaturisation des équipements.

#### **I.4.1 Les réacteurs microstructurés et les microréacteurs**

Les microréacteurs sont des réacteurs composés de canaux dont les dimensions sont de l'ordre de dizaines ou de centaines de microns. Les réacteurs microstructurés sont des réacteurs contenant des zones microstructurées mais dont les dimensions extérieures sont supérieures à celles des précédents. Ce dernier type a été utilisé pour les réactions de la chimie fine (Pennemann & al, 2004). Les microréacteurs ont été développés à l'échelle laboratoire en

plusieurs types : les microréacteurs fluide – fluide et gaz – solide utilisés pour les réactions catalytiques. Leurs avantages sont :

- Réduction de la consommation en énergie et en solvant.
- Amélioration de la sélectivité de la réaction et ce, grâce au faible volume du réacteur qui réduit le temps de séjour et l'occurrence des réactions parasites.
- Meilleure maîtrise de l'écoulement et de l'échange thermique, ce qui permet d'éviter l'emballement thermique du réacteur et les réactions parasites thermiquement activées.
- Augmentation de la réactivité et du rendement.
- Meilleur contrôle des réactions rapides et fortement exothermiques grâce au rapport surface/volume important qu'ils offrent (Völkel, 2009).

#### **I.4.2 Micromélangeurs et mélangeurs microstructurés**

Les micromélangeurs sont des éléments fluidiques de petite taille équipés de microéléments de mélange. Ils traitent généralement des débits de l'ordre du ml/h voire l/h, ce qui limite leur utilisation à l'échelle laboratoire. Les mélangeurs microstructurés, quant à eux, sont constitués d'éléments microstructurés dans des boîtiers de taille relativement importante. Ils peuvent donc traiter des débits plus importants (de 10 l/h au m<sup>3</sup>/h) et sont utilisés à l'échelle laboratoire ou pilote (Hessel & al, 2005).

Deux types de micromélangeurs existent : passifs et actifs. Les micromélangeurs passifs sont ceux induisant un mélange sans apport d'énergie externe mis à part l'énergie de pompage. Ils se basent sur la création de lamelles de fluide grâce à des séparations et recombinaisons, les plus utilisés sont les micromélangeurs sous forme de **T** ou de **Y**. Les micromélangeurs actifs sont ceux induisant un mélange en faisant intervenir une énergie externe comme les ultrasons, des membranes vibrantes...etc. (Falk & Commenge, 2010).

#### **I.4.3 Microéchangeurs de chaleur**

L'application de ces technologies est très vaste, allant de l'électronique, où elles ont connu leurs premières utilisations, aux procédés chimiques. Cette tendance vers les systèmes microstructurés est due (Kandlikar & al, 2003) :

- au besoin d'améliorer les transferts de chaleur des procédés,
- à la dissipation des flux de chaleurs dans les équipements électroniques microscopiques,

- à l'émergence d'équipements microscopiques nécessitant un refroidissement.

Les microéchangeurs offrent un meilleur rapport transfert de chaleur/taille : pour une même puissance thermique échangée, le volume des équipements est nettement inférieur que celui des appareils classiques, ce qui permet une réduction d'occupation d'espace, une meilleure compacité et donc une réduction des coûts de construction et des économies quant à la quantité de fluide utilisée, ils résistent aussi aux fortes pressions (Poux & al, 2010).

Cependant, il n'en reste pas moins qu'il existe certains inconvénients qu'il faudra maîtriser comme la perte de charge élevée, qui croît plus la dimension est faible, les problèmes d'encrassement et de nettoyage à cause des petites dimensions, ou encore des problèmes d'uniformité des flux dans les canaux (Saber, 2009). Ainsi, lors de la conception des microéchangeurs, des compromis entre l'efficacité de l'échangeur et sa compacité, l'uniformité des flux et la perte de charge, doivent être envisagés.

Les échangeurs de chaleur intensifiés peuvent se présenter sous différentes formes, les plus étudiées jusqu'à aujourd'hui sont les échangeurs compacts à plaques ou bien, les échangeurs à microcanaux et là encore, plusieurs géométries existent : des microcanaux de section rectangulaire, triangulaire, trapézoïdale et circulaire. Pour chaque section, le transfert thermique est différent, comme par exemple lors de la condensation où le film formé varie d'une géométrie à une autre, par conséquent la résistance au transfert de chaleur également (Wang & Rose, 2010).

### **I.4.3.1 Transfert de chaleur à micro-échelle**

Le coefficient de transfert de chaleur  $h$  entre le fluide qui s'écoule et la paroi est donné par la relation :

$$h = Nu \frac{\lambda}{d_h} \quad (\text{I.1})$$

Où,  $Nu$  est le nombre de Nusselt,  $\lambda$  la conductivité thermique du fluide (W/m.K) et  $d_h$  (m) le diamètre hydraulique du canal.

Pour une température constante à la surface, il est démontré que  $Nu$  est constant et égal à 3,657 pour un régime d'écoulement laminaire et à 4,364 lorsque c'est le flux d'échange qui est constant (Poux & al, 2010).

A partir de l'équation (I.1), on en déduit que le coefficient d'échange de chaleur est inversement proportionnel à la grandeur caractéristique, qui est le diamètre hydraulique dans ce cas : pour des diamètres très faibles, le transfert de chaleur est meilleur. A partir de ce concept, plusieurs études sur les échanges thermiques dans les microtubes ont vu le jour (Asadi & al, 2014).

Les lois classiques existantes dans la littérature ne prennent pas en compte certains phénomènes à cause de leur faible influence sur le transfert de chaleur à l'échelle macro, alors qu'à l'échelle micro ils deviennent non négligeables telle que la conduction longitudinale, puisque l'épaisseur de la paroi, autrefois négligée devant les dimensions du canal, ne l'est plus. Les effets de raréfaction sont également non négligeables lorsqu'il s'agit d'un gaz (Saber, 2009).

Adams et ses collaborateurs (Adams & al, 1998) ont étudié la convection forcée de l'eau dans un microtube, les résultats obtenus ont montré que le nombre de Nusselt dans les microcanaux était supérieur aux prédictions des corrélations traditionnelles.

L'échange à l'interface d'un microcanal provoque des phénomènes complexes comme l'électro-osmose ou la double couche électrique (Chawki, 2010). Un autre paramètre important à prendre en compte dans les microstructures est la tension superficielle. Effectivement, son effet n'est pas à négliger, les méthodes utilisées à l'échelle macro ne peuvent être appliquées pour des canaux de diamètre inférieur à 1mm à cause des effets de la tension superficielle (Wang & Rose, 2006).

Si plusieurs études ont vu le jour dans ce domaine, c'est parce que les lois usuelles que l'on connaît ont leurs limites et leur application à petite échelle fait toujours l'objet de recherche même si quelques travaux ont montré que dans certains cas les corrélations conventionnelles peuvent être applicables. A titre d'exemple le travail de Yu et ses collaborateurs (Yu & al, 1995) à travers lequel ils ont montré qu'à de faibles nombres de Reynolds, les mesures du coefficient de transfert de chaleur, lors de l'écoulement de l'eau dans un microtube, étaient en accord avec celles prédites par les relations classiques, alors que pour des valeurs élevées, il y'avait divergence (Yu & al, 1995). Quelques années plus tard, Yang et Lin (Yang & Lin, 2007) ont montré pour le même fluide que les lois usuelles étaient applicables lorsque le régime est laminaire ou turbulent.

Owhaib et Palm (Owhaib & Palm, 2004) quant à eux, avaient étudié auparavant la convection forcée dans un microcanal pour le tétrafluoroéthane, fluide réfrigérant (R134a) et ont trouvé qu'il y'avait un accord entre les corrélations classiques et les résultats expérimentaux mais pour le régime turbulent uniquement.

#### **I.4.3.2 Condensation dans les microstructures**

Nombreux sont ceux qui se sont intéressés à la condensation dans les microcanaux. Dans ce contexte, plusieurs corrélations ont été développées ces vingt dernières années sur la base d'une analyse théorique du phénomène: (Wang & al, 2002), (Cavallini & al, 2005), (Bandhauer & al, 2006) et (Wang & Rose, 2006). Le modèle de Wang et Rose (Wang & Rose, 2006) prend en considération la tension superficielle dans les microcanaux pour différentes géométries.

Il se peut que des écarts soient notés entre les différentes corrélations. Su et ses collaborateurs (Su & al, 2009) ont comparé quelques modèles empiriques avec les prédictions théoriques (Wang & Rose, 2006) pour deux fluides réfrigérant, le R134a et l'ammonium. Ils ont remarqué que les corrélations ne sont pas toujours en accord avec la théorie, comme pour le cas de l'ammonium.

Heo et ses collaborateurs (Heo & al, 2013) ont étudié le transfert de chaleur et la perte de charge lors de la condensation du CO<sub>2</sub> dans un microcanal qu'ils ont comparé à d'autres modèles entre autre (Bandhauer & al, 2006) et (Cavallini & al, 2005) et ont noté un écart assez important notamment pour les coefficients de transferts de chaleur élevés. Les raisons plausibles sont la complexité de l'écoulement dans les microcanaux qui doit faire l'objet d'une étude minutieuse. Il est important qu'une distribution homogène du fluide dans les microcanaux soit assurée pour ne pas nuire aux performances des microcondenseurs.

Une autre étude sur la modélisation des échangeurs de chaleur a été proposée par Garcia-Cascales et ses collaborateurs (Garcia-Cascales & al, 2010). Les auteurs ont proposé un modèle pour dimensionner un condenseur/évaporateur compact basé sur la méthode du « cell by cell discretization » qui consiste à diviser l'échangeur de chaleur en plusieurs cellules où sont appliquées les lois usuelles et résoudre le système d'équation résultant par itérations.

Toutes ces études ont été effectuées dans le but d'analyser et de comprendre les phénomènes de condensation à micro échelle afin de pouvoir développer des mini condenseurs offrant les meilleures performances et le moins de contraintes possibles.

### **I.5. Extrapolation des microsystemes à l'échelle industrielle**

Au vu des avantages de l'intensification, il devient de plus en plus courant de penser à son application à l'échelle industrielle. Afin de maintenir une production annuelle identique, il est nécessaire de dupliquer les microsystemes plusieurs fois en les reliant entre eux. L'extrapolation à l'échelle industrielle suivant cette méthode est appelée « numbering-up ». Deux types de numbering-up existent, le numbering-up externe qui est une reproduction de la totalité de l'équipement alors que le numbering-up interne consiste en la reproduction de la partie fonctionnelle uniquement.

Cependant, des problèmes liés à une mauvaise distribution peuvent faire leur apparition lors de la multiplication des microsystemes. Ce phénomène peut avoir un impact négatif sur l'efficacité du procédé microstructuré au point que la miniaturisation pourrait en perdre tout son sens. C'est pourquoi, lors de l'extrapolation à l'échelle industrielle, il faut prendre en compte ce phénomène. Pour assurer une bonne performance du procédé, il est nécessaire d'assurer une bonne distribution des flux internes dans le réseau d'où l'importance d'une étude hydrodynamique des structures multi-échelles et là encore, plusieurs chercheurs se sont étalés sur la question et ont étudié plusieurs configurations de distribution des flux dans des réseaux d'équipements microstructurés. Dans ses travaux, Saber (Saber, 2009) s'est approfondie sur cette problématique en étudiant les performances thermiques d'une structure parallèle de microcanaux avec une bonne et une mauvaise répartition des flux. Il a été remarqué que la maldistribution dans le réseau de microcanaux réduisait les performances si celle-ci était supérieure à 60% (Saber, 2009). Plus le flux est divisé, plus on accroît la probabilité qu'une maldistribution soit localisée dans le réseau de microstructures, c'est pourquoi, il est important avant la phase de dimensionnement de ces procédés miniaturisés, d'effectuer une étude hydrodynamique qui nous renseignera sur les configurations des flux nous procurant les meilleures performances.

### **I.6. Distribution des fluides**

Afin de minimiser les impacts de la maldistribution dans les réseaux compacts lors de l'extrapolation à échelle industrielle, il est nécessaire de concevoir des systèmes de distribution assurant une équi-répartition du fluide d'alimentation à travers tous les canaux composant le système. Ces systèmes consistent en la subdivision du flux initial en un ensemble de flux répartis sur plusieurs échelles : un canal principal d'une longueur  $L_0$  et d'un



diamètre  $D_0$ , génère un réseau arborescent de canaux de diamètres  $D_1$  et de longueurs  $L_1$  qui eux même vont se diviser et ainsi de suite.

## **I.7. Conclusion**

Ce chapitre nous a permis de voir tout le potentiel d'intensification dans les procédés, ses avantages ainsi que son extrapolation à l'échelle industrielle.

Les équipements intensifiés par microstructuration, miniaturisation ou couplage de fonction offrent de très grands avantages dont l'amélioration du transfert (chaleur et matière) ainsi qu'un meilleur contrôle des procédés. La majorité des concepts cités précédemment n'ont pas été transposés à l'échelle industrielle. Leur extrapolation nécessite la maîtrise des écoulements au sein de ces systèmes qui peuvent altérer leurs performances.

Parmi les concepts extrapolés avec succès à l'échelle pilote ou industrielle, les microéchangeurs sont apparus comme le candidat idéal, ce qui nous a encouragé à appliquer ce concept à un procédé d'extraction des huiles essentielles, développé dans les chapitre suivants.

**Chapitre II :**  
**Procédés intensifiés**  
**d'extraction des**  
**huiles essentielles**

Les huiles essentielles connaissent une grande utilisation dans différents domaines, et leur consommation augmente incitant l'industrie chimique à une forte production.

L'extraction des huiles essentielle est une activité ancienne qui a vu le jour à petite échelle puis s'est développée pour assurer des productions plus importantes, voire industrielle. Plusieurs procédés d'extraction ont été mis en place au fil des années, et ont montré de bonnes performances mais une consommation énergétique importante. Les procédés les plus anciens comme l'entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodistillation, la vapodiffusion et l'extraction à froid sont des techniques maîtrisées et très répandues mais connues comme étant très énergivores et grandes consommatrices d'eau. D'autres techniques ont été développées afin de diminuer la consommation en eau, comme l'hydrodistillation combinée à une extraction par solvant connue sous le nom d'extraction de Lickens – Nickerson.

Aujourd'hui, cette industrie doit faire face à une réelle mutation encouragée par une prise de conscience et une envie de développement durable. Cette mutation impose des changements concernant notamment la consommation d'énergie et d'eau. Les procédés classiques ne répondent plus à ses critères et d'autres techniques ont été mises au point telles que l'extraction assistée par microondes, ultrasons ou encore utilisant des énergies renouvelables.

Dans ce qui suit un descriptif de quelques procédés d'extraction d'huiles essentielles intensifiés et respectueux de l'environnement est présenté.

## II.1 Procédés assistés par microondes

Durant ces dernières années plusieurs procédés utilisant le chauffage par microondes comme technologie d'intensification ont été développés. Dans cette partie, un rappel du principe de fonctionnement de cette méthode et de nombreuses techniques d'extraction d'huiles essentielles intensifiées par l'emploi des microondes est présenté.

### II.1.1 Définition

Les rayonnements microondes sont des ondes électromagnétiques qui se propagent dans le vide à la vitesse de la lumière (Anzion & al, 2003). Elles résultent d'un champ électrique et d'un champ magnétique. Elles sont comprises entre 300 GHz et 300 MHz ce qui est traduit par des longueurs d'ondes allant de 1 m à 1 mm, mais la fréquence généralement utilisée est de 2450 MHz ce qui correspond à une longueur d'onde de 12,2 cm.

Les principales utilisations des microondes étaient la télécommunication mais les avantages qu'elles offrent ont fait qu'aujourd'hui leur application est plus vaste, elles sont très sollicitées par plusieurs procédés comme moyen de chauffage rapide et efficace, car elles permettent une réduction de la consommation énergétique.

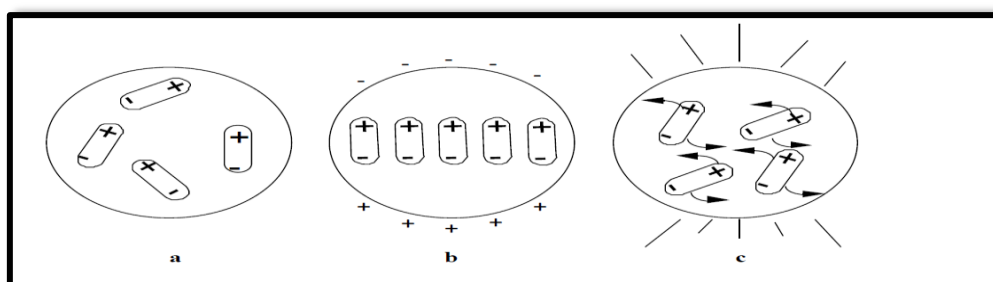
### II.1.2 Chauffage par microondes

Le chauffage classique est basé sur les phénomènes de conduction et de convection pour transmettre la chaleur qui se fait de l'extérieur vers l'intérieur du récipient or en utilisant un four à microondes, c'est le processus inverse qui se produit i.e. le transfert thermique se fait de l'intérieur vers l'extérieur. Le principe de chauffage par microondes est basé sur l'absorption des ondes électromagnétiques émises par le four.

#### II.1.2.1 Interaction onde – matière

Le chauffage par microondes n'est possible que pour certains matériaux dont la structure moléculaire est composée de dipôles électriques (molécules globalement neutres mais porteuses de charges partielles). En absence de champ électrique, ces dipôles s'orientent aléatoirement sous l'effet de l'agitation thermique du milieu. Lorsque les molécules sont soumises à un champ électrique, celles-ci vont s'aligner dans la même direction que celle du champ. Ainsi, lorsqu'il s'agit d'un champ alternatif, les dipôles, suivant le champ électrique, vont changer d'orientation autant de fois que le champ électrique change de sens. Ces rotations répétées des dipôles transforment l'énergie électrique en énergie cinétique. Cette énergie cinétique est partiellement convertie en chaleur à cause des frictions inter-dipôles, ces frictions, caractérisées par les forces de liaison d'hydrogène et de Van Der Waals, s'opposent

à la libre rotation des molécules. Ainsi, les molécules frissonnent au lieu d'effectuer des rotations.



**Figure II. 1** Orientation des dipôles électriques a) en absence de champ électrique ; b) en présence d'un champ électrique continu ; c) en présence d'un champ électrique alternatif

### II.1.2.2 Paramètres diélectriques

Certains matériaux ne sont pas sensibles aux rayonnements microondes. C'est pourquoi avant de soumettre un corps à un chauffage microondes, il est important de connaître ses propriétés diélectriques afin d'identifier son comportement vis-à-vis des microondes. Ces propriétés sont :

**Facteur de perte diélectrique  $\epsilon''$**  : représente l'aptitude d'un matériau à s'échauffer sous l'action d'un champ d'ondes microondes. En réalité, c'est la capacité d'un matériau à dégrader l'énergie électromagnétique en énergie thermique,  $\epsilon'' > 1$  signifie que le corps s'échauffe facilement par microondes. Parmi ces produits, les solvants polaires, l'eau liquide et les substances contenant de l'eau. En pratique, on estime qu'un produit naturel peut être chauffé par microondes si sa teneur en eau est supérieure à 20% (Anzion & al, 2003).

En réalité, la perte diélectrique traduit un comportement global d'une soumission au rayonnement microonde. C'est une association de deux phénomènes, la polarisation et la friction représentées respectivement par la constante diélectrique et l'angle de pertes respectivement.

**Constante diélectrique  $\epsilon'$**  : traduit la possibilité du corps à s'orienter dans le sens du champ électrique.

**Angle de pertes  $\delta$**  : représente le déphasage entre l'application du champ électrique et la rotation des molécules.

$$\epsilon'' = \epsilon' \tan \delta$$

**Puissance absorbée par un matériau à pertes diélectriques :** la quantité d'énergie microonde transformée en chaleur à l'intérieur de ce matériau.

**Propagation de l'onde et profondeur de pénétration :** l'onde qui se propage dans un matériau se transforme en partie en énergie thermique alors que le reste s'atténue de façon exponentielle. La profondeur de pénétration  $d$  par rapport à la surface est définie comme étant la distance sur laquelle l'onde cède deux tiers de son énergie initiale au matériau.

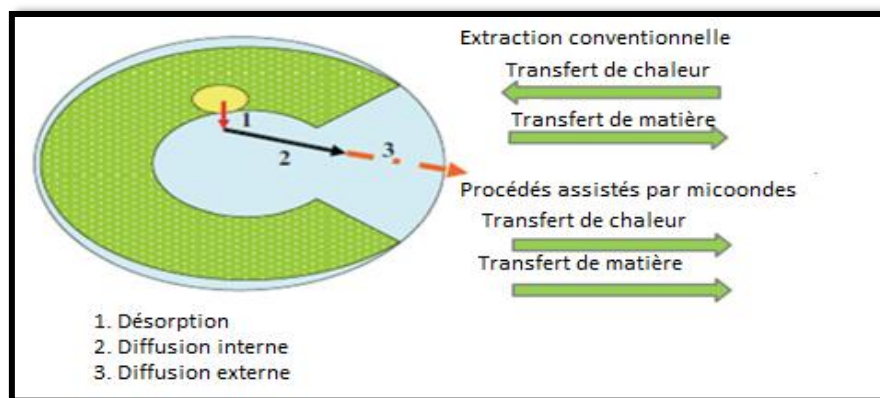
### **II.1.3 Les microondes : technique d'intensification de l'extraction des huiles essentielles**

L'extraction des huiles essentielles repose sur le gradient de concentration entre la phase aqueuse et la matrice végétale ce qui provoque le transfert de matière et donc la diffusion du soluté du solide vers le solvant. L'étape limitant la vitesse d'extraction est le processus diffusif qu'il soit externe (au-delà de la surface du solide) ou interne (à l'intérieur du solide).

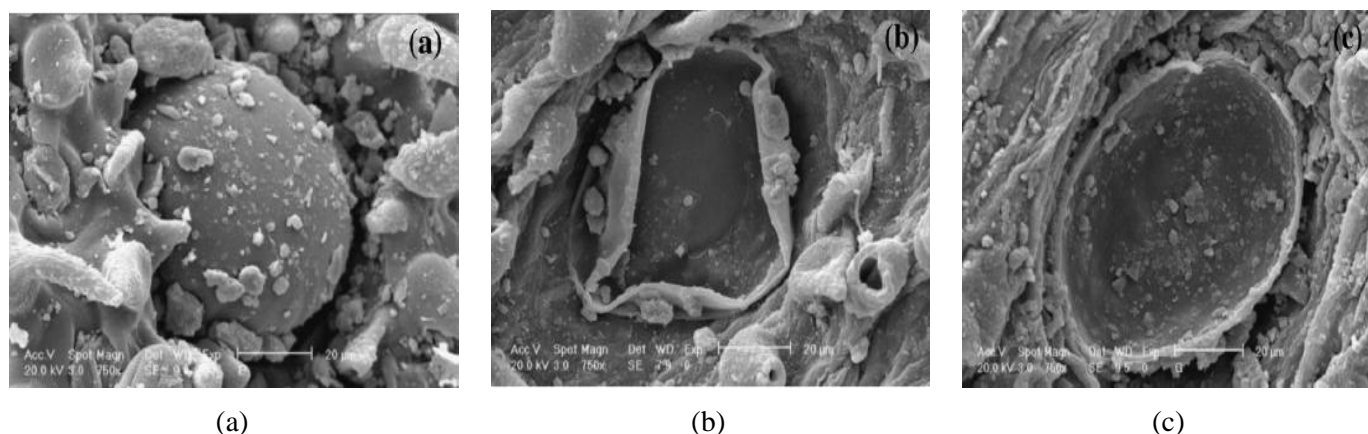
Partant du principe d'intensification vu dans le chapitre précédent, améliorer l'extraction des huiles essentielles revient à intensifier les processus de transfert de matière puisqu'ils constituent les étapes limitantes. Intensifier le transfert est possible en utilisant les microondes comme source de chauffage (Farhat, 2010).

Lors du chauffage par microondes, de la chaleur est transmise du cœur du solide vers sa surface qui est à une température inférieure. Ce gradient de température implique un gradient de pressions partielles des composés volatils évoluant dans le même sens, favorisant ainsi leur diffusion vers le solvant.

Le chauffage par microondes permet donc, d'initier et de générer le transfert de matière et de chaleur de l'intérieur des matrices végétales vers l'extérieur. En outre, il cause la rupture des structures cellulaires contenant l'huile essentielle ce qui facilite leur entraînement par le solvant et par conséquent, la vitesse d'extraction y est fortement améliorée. Pour un même rendement et une même qualité de l'huile essentielle obtenue, les procédés utilisant les microondes ont montré une réduction importante des temps d'extraction.



**Figure II. 2** Mécanisme de transfert de chaleur et de matière lors d'une extraction classique et par microondes des produits naturels. (Veggi & al, 2008)



**Figure II. 3** Micrographies des feuilles de thym : (a) sans traitement, (b) après hydrodistillation d'une durée de 60 min et (c) après hydrodistillation assistée par microondes pendant 30 min. (Golmakan & Rezaei, 2008)

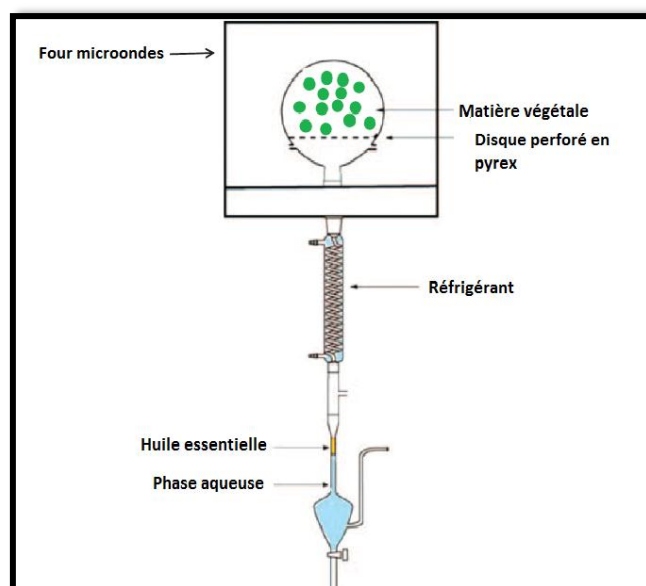
### II.1.3.1 Extraction sans solvant assistée par microondes

Cette technique n'utilise ni eau ni solvant, la matière végétale qui contient de l'eau est placée dans un réacteur microondes. Les molécules d'eau absorbent les microondes et les transforment en chaleur provoquant une augmentation de température et son ébullition. La pression due à la formation de vapeur d'eau provoque l'éclatement de la structure cellulaire. Cette vapeur entraîne avec elle l'huile libérée puis le mélange est condensé afin de rendre l'état liquide aux substances. Pour une meilleure performance, la phase aqueuse peut être recyclée afin d'assurer une certaine humidité à la substance végétale. Chemat et son équipe ont conçu ce procédé (Chemat & al, 2004) et l'ont appliqué pour l'extraction des huiles

essentiels des plantes aromatiques et d'épices. Ils ont réalisé une importante diminution du temps d'extraction (Lucchesie, 2005).

### II.1.3.2 Hydrodiffusion assistée par microondes et gravité

La matrice végétale est placée, cette fois aussi, dans un réacteur microondes sans ajout d'eau ni de solvant. Sous l'action des microondes, l'eau contenue dans la matière végétale s'échauffe provoquant la destruction des cellules riches en huile essentielle. Un phénomène d'hydrodiffusion s'en suit puis le mélange traverse un système de refroidissement permettant sa condensation. Après séparation, l'huile essentielle est obtenue.

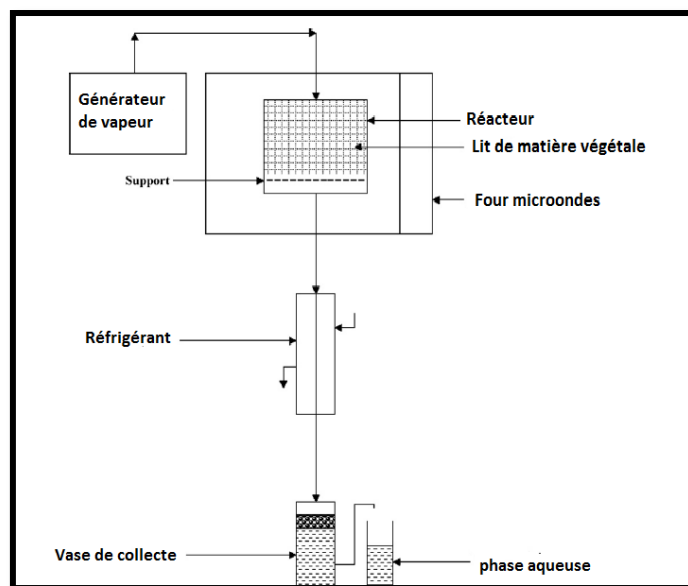


**Figure II. 4** Schéma de l'hydrodiffusion assistée par microondes et gravité (Rostagno & Prado, 2013)

### II.1.3.3 Vapodiffusion assistée par microondes

Ce procédé a été conçu, mis au point, optimisé, appliqué et validé par Farhat et ses collaborateurs (Farhat & al, 2009) pour l'extraction des huiles essentielles à partir d'écorces d'oranges. La vapodiffusion assistée par microondes consiste à faire passer de la vapeur d'eau descendante à travers la matrice végétale se trouvant dans un réacteur placé dans un four à microondes. De la même manière que les procédés vu précédemment, l'huile est extraite par la vapeur puis véhiculée vers un système de refroidissement.



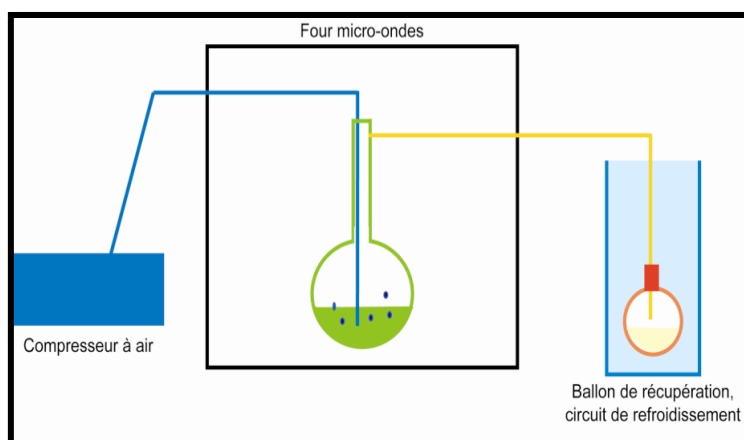


**Figure II. 5** Schéma de la vapo-diffusion assistée par microondes (Farhat & al, 2009)

#### II.1.3.4 Entrainement à l'air assisté par microondes

Cette technique est l'une des premières techniques d'extraction assistées par microondes développées. Elle s'inspire de l'entraînement à la vapeur d'eau classique. La matière végétale est chauffée par microondes dans un ballon alimenté en air provenant d'un compresseur. La vapeur d'eau enrichie en huile essentielle, est ensuite entraînée vers un collecteur plongé dans de la glace pour le refroidissement et la condensation. L'huile est ensuite extraite en utilisant du dichlorométhane (Lucchesie, 2005).

Le dispositif utilisé contient donc 3 parties un compresseur, un four à microondes domestique, et un collecteur équipé d'un système de refroidissement à glace.



**Figure II. 6** Schéma du dispositif d'entraînement à l'air assisté par Microondes (Lucchesie M., 2005)

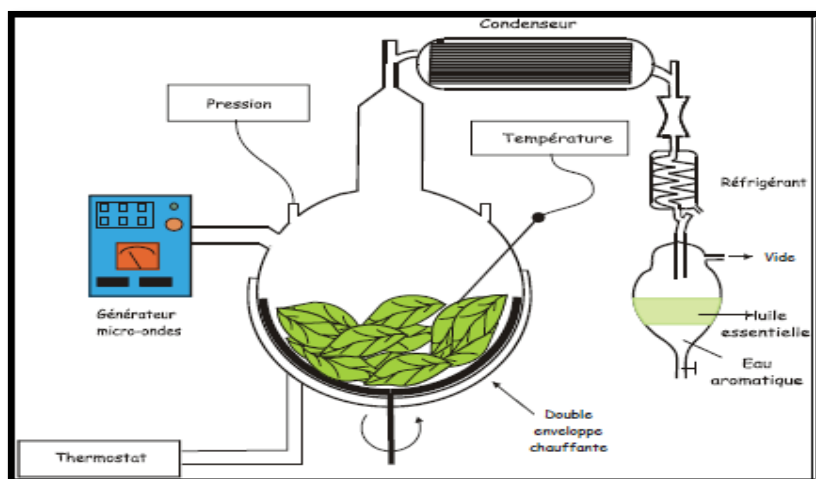
### II.1.3.5 Hydrodistillation assistée par microondes sous pression réduite

Cette technique a été brevetée en 1994 par la société Archimex. Elle met en jeu les radiations par microondes couplées à un vide pulsé. (Lucchesie, 2005).

La matière végétale fraîche ou humide est introduite dans un réacteur sans solvant ni eau, où elle subit des radiations par microondes. Comme vu précédemment, les microondes permettent la libération de l'huile essentielle et la production de vapeur d'eau qui entraînera les composés libérés, l'extrait est ensuite décanté et une partie de l'eau résultante est réinjectée dans le réacteur pour extraire les quantités résiduelles d'huile.

L'application par intermittence d'une pression réduite au sein du réacteur aide à améliorer la destruction de la structure cellulaire causée par les microondes. Ces opérations appliquées à la matière végétale permettent l'hydrodistillation de l'huile moyennant l'eau contenue dans sa matrice et ce grâce à l'entraînement azéotropique des substances volatiles (Lucchesie, 2005). L'utilisation d'une pression réduite permet également de travailler à des températures inférieures à 100 °C.

Le réacteur est placé dans une enveloppe chauffante qui servira à le chauffer durant une partie des radiations afin de compenser la chute de température induite par l'évaporation de l'eau contenue dans la matrice végétale. D'après les concepteurs de cette technique, l'extraction serait dix fois plus rapide que l'hydrodistillation classique à iso-rendement et iso-composition (Lucchesie, 2005).

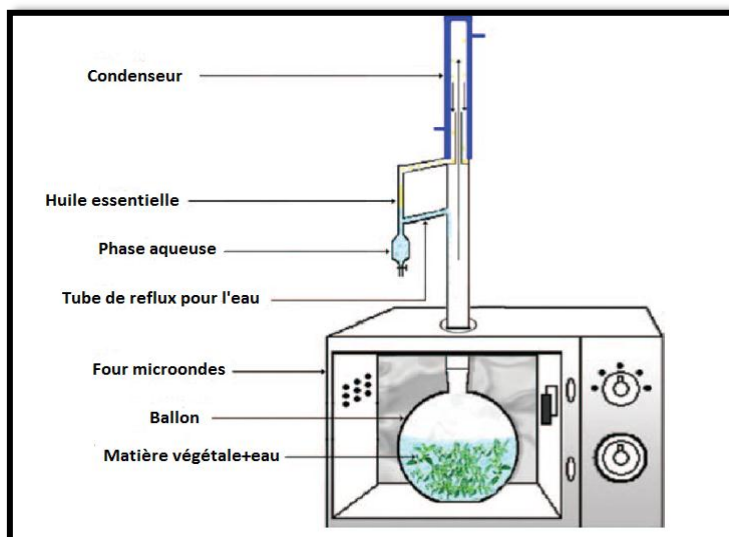


**Figure II. 7** Schéma du dispositif d'hydrodistillation assistée par microondes sous pression réduite (Lucchesie, 2005)

### II.1.3.6 Hydrodistillation assistée par microondes

Cette technique utilise le même dispositif que l'hydrodistillation classique à la différence que le ballon contenant l'eau ainsi que la matière végétale est placé au sein d'un four à microondes (Figure II.8) pour assurer le chauffage.

Les microondes assurent ainsi un chauffage rapide de l'eau et par conséquent un temps d'extraction moins important que celui d'une opération classique (Chemat & al, 2005).

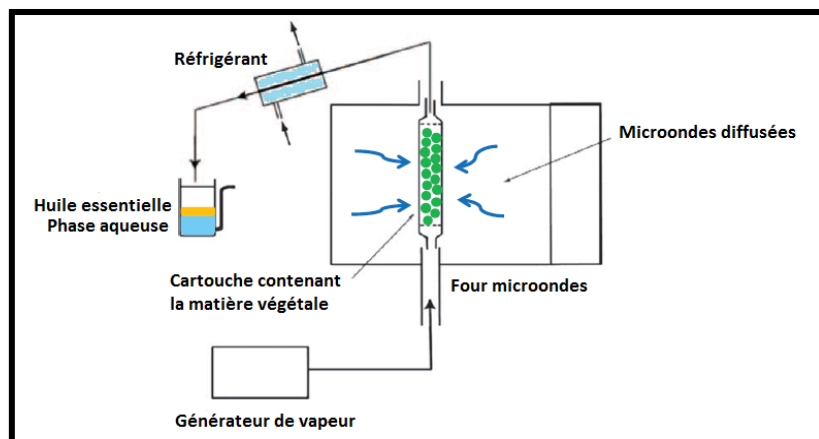


**Figure II. 8** Schéma du dispositif d'hydrodistillation assistée par microondes (Rostagno & Prado, 2013)

### II.1.3.7 Entraînement à la vapeur assisté par microondes

Cette technique a été développée par Sahraoui et ses Collaborateurs (Sahraoui & al, 2008) pour l'extraction des composés volatiles des fleurs de lavande. Elle est basée sur le principe de l'entraînement à la vapeur à la seule différence que le ballon contenant la matière végétale est placé dans un four à microondes.

Les résultats de l'étude de Sahraoui et ses collaborateurs (Sahraoui & al, 2008) ont montré une nette amélioration du temps d'extraction, et une ouverture plus rapide des cellules dans le cas du traitement par microondes.



**Figure II. 9** Schéma du dispositif d'entraînement à la vapeur assisté par microondes (Rostagno & M.Prado, 2013)

## II.2 Autres procédés d'extraction intensifiés

### II.2.1 Extraction par fluide supercritique

Un fluide supercritique est un fluide dont la pression et la température sont supérieures aux valeurs critiques. Dans cette zone de température et de pression, l'état gazeux et l'état liquide ne sont plus distinguables, ceci confère à ces fluides des propriétés moléculaires particulières, intermédiaires entre celle du liquide et du gaz, qui justifie leur utilisation comme solvant (Camel, 2001).

Le CO<sub>2</sub> est l'un des fluides supercritiques les plus utilisés comme solvant, et ce à cause de son abondance, son point critique pouvant être atteint facilement sans grandes dépenses énergétiques ( $T_c = 31^\circ\text{C}$ ,  $P_c = 7,38 \text{ MPa}$ ). De plus son utilisation en tant que solvant permet de valoriser ce gaz à effet de serre.

Une unité typique d'extraction par fluide supercritique contient une pompe haute pression qui délivre le fluide, et une cellule d'extraction contenant l'échantillon où une pression et une température correctes doivent être maintenues. Après détente, le fluide sortant de l'extracteur passe par un dispositif contenant une phase organique ou un solide, dans lesquels les composés extraits sont piégés et plus tard récupérés. Cette technique présente l'inconvénient de ne pouvoir être utilisée que pour les composés très peu voire non polaires.

### II.2.2 Extraction par fluide pressurisé

Cette technique, plus récente que l'extraction par fluide supercritique, dérive partiellement de celle-ci. La différence réside dans le fait que pour cette technique, le solvant est maintenu à l'état liquide. Une forte pression est appliquée au niveau des extracteurs afin d'atteindre des températures élevées. Les fortes températures atteintes offrent des extractions meilleures et plus rapides (Camel, 2001).

### II.2.3 Extraction assistée par ultrasons

Comme son nom l'indique, cette technique utilise les ultrasons qui sont des ondes vibratoires mécaniques dont la fréquence varie de 16 kHz à 1 Ghz, pouvant se propager dans tous types de milieux : gaz, liquide ou solide.

Lors de la propagation dans un milieu liquide, ces ondes créent des cycles successifs de compression et d'expansion (basse pression), induisant une différence de pression qui va générer des mouvements moléculaires au sein du fluide (Michel, 2011).

Pendant le cycle d'expansion, la distance entre les molécules devient importante, au-delà d'une certaine distance, propre au milieu, des bulles de cavitation vont se former. Un nombre important de bulles est formé pendant l'expansion et diminue pendant le cycle de compression. Les cycles successifs de compression – expansion vont causer l'implosion de ces bulles libérant une grande quantité d'énergie. Si les bulles de cavitation se trouvent à proximité d'une paroi solide, elles deviennent asymétriques (Figure II.10) et leur implosion provoque la formation de jets de liquide projetés à grande vitesse vers la paroi solide.



**Figure II. 10** Implosion des bulles de cavitation près d'une paroi solide (Michel T., 2011)

Pour l'extraction des huiles essentielles, cette technique peut être utilisée pour l'hydrodistillation où de l'eau liquide est utilisée comme solvant.

Dans le cas d'une matrice végétale, ces jets vont toucher les parois cellulaires causant ainsi leur rupture et la libération des composés contenus. Cette rupture va contribuer à l'amélioration de l'extraction et permet une meilleure pénétration du solvant et donc un meilleur contact entre phases. Ceci n'est pas le seul avantage de l'utilisation des ultrasons, ils permettent également une agitation mécanique du liquide en contact avec la matière végétale. Ceci améliore le transfert (Mason & al, 2011) et empêche la formation d'un film autour de la matrice végétale où une résistance est localisée. Cependant, une mauvaise dispersion de la phase solide peut atténuer les ondes, diminuant ainsi la zone qui subit les ultrasons et donc le rendement de l'extraction.

Les ultrasons sont beaucoup utilisés à l'échelle laboratoire (extraction des caroténoïdes, huiles essentielles, antioxydants, arômes, etc..) comme à l'échelle industrielle (Rostagno & Prado, 2013).

#### **II.2.4 Extraction par pervaporation**

Par définition, la pervaporation est une technique de séparation assez récente d'un mélange liquide. Elle consiste en la vaporisation partielle à travers une membrane dense présentant une affinité pour l'un des constituants.

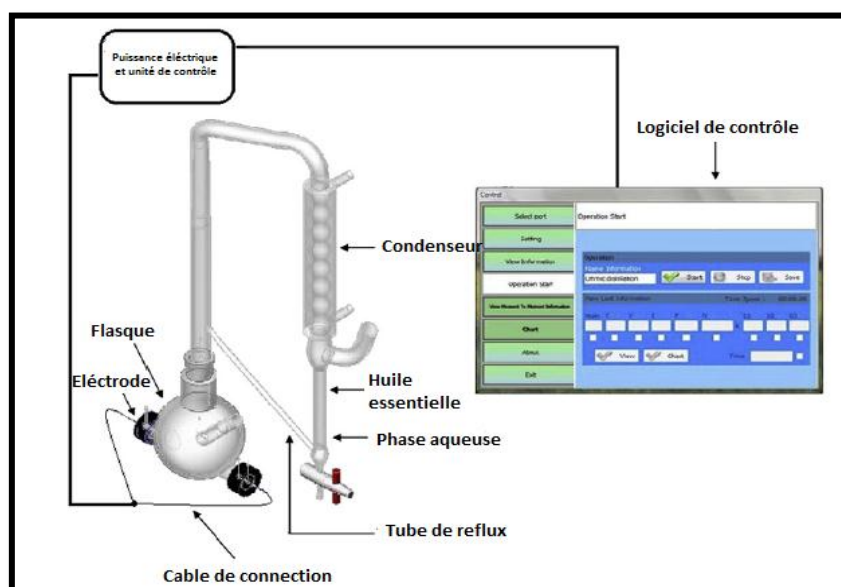
En plus de ses applications dans le domaine de déshydratation des solvants organiques et en tant que procédé d'épuration des alcools, la pervaporation peut également être utilisée comme technique d'extraction des huiles essentielles. Ce procédé a été appliqué pour l'extraction de l'huile essentielle de bergamote (Figoli & al, 2006). Généralement, l'huile obtenue par procédés traditionnels contient certaines substances indésirables connues pour être photoactives, ce qui réduit sa qualité et impose certaines limitations dans son utilisation. Afin de retirer la substance photoactive, le bergaptène dans ce cas, un post-traitement chimique est effectué moyennant une solution alcaline. Grâce à l'extraction par pervaporation, une huile de bergamote sans bergaptène a été produite en une seule étape permettant ainsi l'obtention d'une huile essentielle commercialisable de qualité et ce, à un moindre coût.

Cette étude a prouvé que l'extraction par pervaporation est une technique alternative aux procédés d'extraction traditionnels de par sa sélectivité et sa faible consommation énergétique. La pervaporation est une technique prometteuse qui a déjà fait ses preuves à

l'échelle industrielle dans les domaines cités précédemment pourquoi ne pas l'introduire dans la production industrielle des huiles essentielles ?

### II.2.5 Extraction par chauffage ohmique

A la différence des méthodes conventionnelles utilisant un chauffage classique, celle-ci utilise un courant électrique, généralement alternatif, appliqué directement à la matière végétale pour la chauffer. Le courant électrique est transmis au milieu moyennant des électrodes plongées dans le ballon d'extraction (Figure II.11). Comme l'huile essentielle n'est pas un matériau conducteur d'électricité, il est nécessaire d'amener des ions dans le milieu, ceci est assuré par l'utilisation d'une eau salée qui n'a aucune influence sur la qualité de l'huile essentielle obtenue (Gavahina & al, 2012).



**Figure II. 11** Schéma de l'extraction par chauffage ohmique (Gavahina M., 2012)

Le chauffage qui se fait à l'intérieur du milieu lui-même, est assuré par l'agitation des ions transformant ainsi l'énergie électrique en énergie thermique (Ramaswamy & al, 2014). Le principal avantage de cette technique est le chauffage uniforme. Cette nouvelle méthode, énergétiquement efficace, est plus facilement transposable à l'échelle industrielle que l'extraction assistée par microondes par exemple.

### II.2.6 Extraction utilisant l'énergie solaire

Munir et ses collaborateurs (Munir & al, 2010) ont conçu une installation d'extraction fonctionnant à l'énergie solaire et pouvant être directement installée et utilisée au niveau des terrains de récolte. L'intégration de l'énergie solaire pour le chauffage dans les procédés d'extraction est tout à fait réalisable car les températures à atteindre lors de l'extraction ne sont pas très élevées (températures inférieures à 180°C), l'énergie nécessaire pour cela peut donc être fournie par un dispositif de concentration solaire.

Cette installation utilise un réflecteur Scheffler comprenant un réflecteur primaire, un autre secondaire et un axe de rotation. Le réflecteur primaire d'une surface de 8 m<sup>2</sup> suit les mouvements du soleil grâce à l'axe tout au long de la journée. Il réfléchit tous les rayons solaires incidents vers le second réflecteur de surface beaucoup moins importante, 0,434 m<sup>2</sup>. Le faisceau concentré est ensuite redirigé vers la cible à chauffer. Ce système est utilisé pour la fabrication d'une unité de distillation solaire (Figure II.12), comprenant :

- Un réservoir cylindrique en acier d'une capacité de 40 L utilisé comme bouilleur
- Un vase Florentin de 200 mL
- Un système de condensation

Les résultats des extractions menées utilisant ce dispositif étaient satisfaisants. Cependant, le dispositif a montré une consommation énergétique assez importante, due à des facteurs inconnus comme le temps, le vent, etc....

Les expériences ont montré qu'il était tout à fait possible d'avoir une installation d'extraction 100 % solaire et 100 % autonome. Cela dit, le dispositif proposé peut encore être amélioré surtout du point de vue consommation énergétique.



**Figure II. 12** Photo de l'installation d'hydrodistillation solaire (Munir & al, 2010)



### II.2.7 Unité d'extraction mobile

Benyoussef et ses collaborateurs (Benyoussef & al, 2009) (Benyoussef & al, 2014) ont dimensionné une unité d'extraction mobile d'entraînement à la vapeur d'eau, pouvant être placée dans un container classique de petite, moyenne ou grande taille, le MOBILAB.

L'objectif principal de la création de cette unité mobile était de diminuer les consommations énergétiques, très importantes pour les procédés classiques. En effet, le MOBILAB a été conçu de manière à répondre aux exigences suivantes :

- Moins consommateur d'eau puisque la condensation se fait moyennant un aérocondenseur.
- Énergétiquement autonome et ce en utilisant des sources d'énergies renouvelables : utilisation de panneaux solaires photovoltaïques pour le fonctionnement des aérocondenseurs et de la biomasse restante provenant de la matière végétale de fin d'extraction.
- Mobile, afin de diminuer la consommation énergétique due au transport. Ceci est assuré par le fait que les containers utilisés sont facilement tractables, ils sont donc directement emmenés vers les lieux de récolte. Ceci permet également d'assurer un meilleur rendement puisque la matière végétale utilisée provient directement de la récolte et ne subit aucune altération.

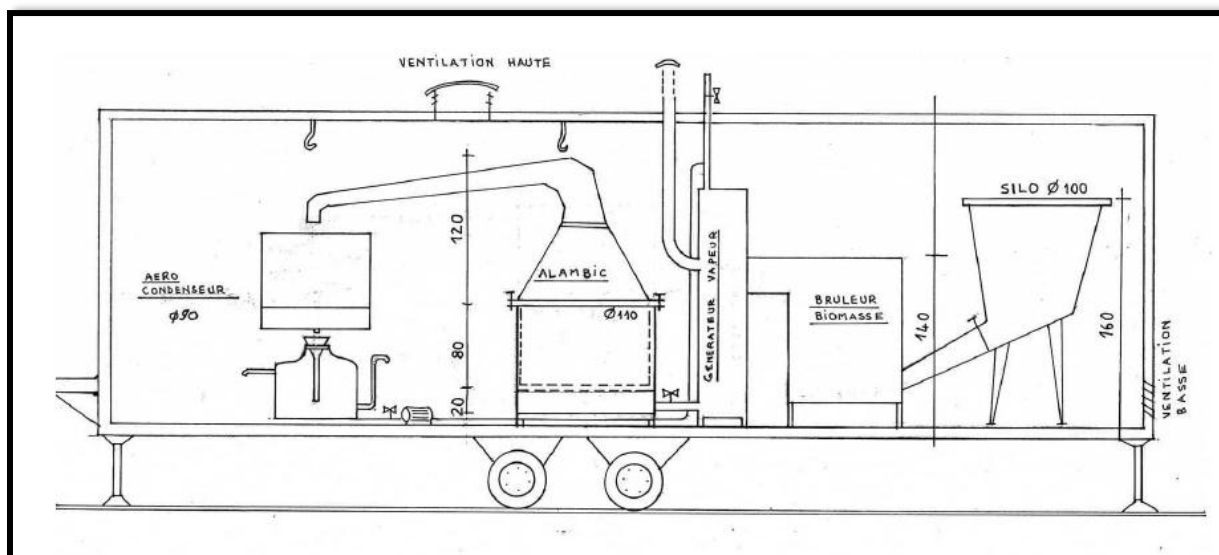
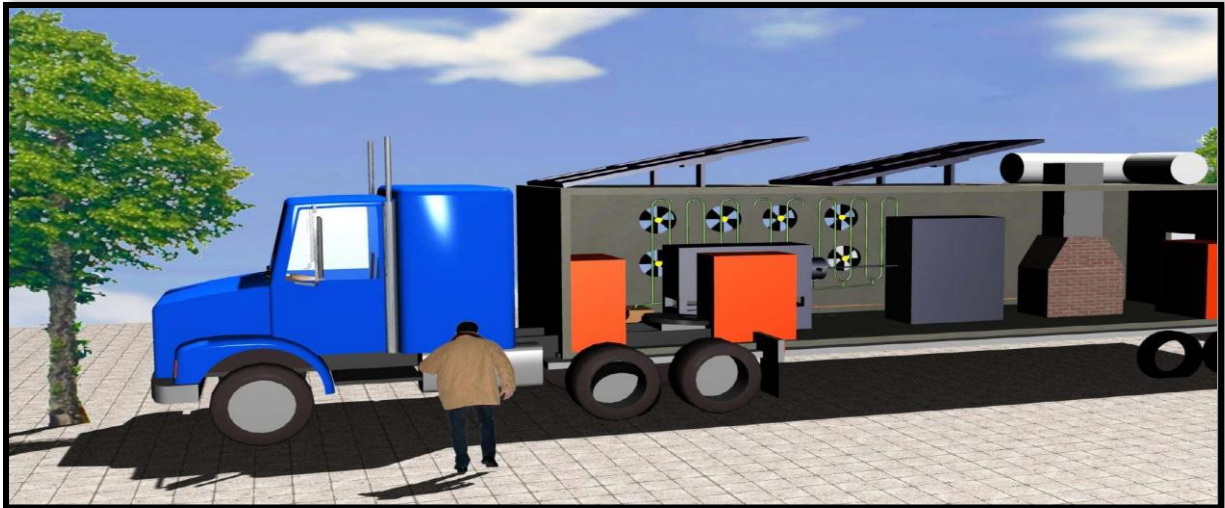


Figure II. 13 Schéma du MOBILAB (Basta & Amrani, 2008)



**Figure II. 14** Vue d'ensemble de l'intérieur du MOBILAB (Bacha & Tchekikène, 2010)

Les études technico-économiques ont montré que ces installations étaient technologiquement réalisables et économiquement viables (Bacha & Tchekikène, 2010).

### II.3 Conclusion

Les procédés d'extraction assistés par microondes permettent une diminution considérable du temps d'extraction ainsi qu'une économie d'eau et d'énergie, cependant son extrapolation à l'échelle industrielle est un problème d'actualité encore non résolue. En attendant, d'autres techniques ont été extrapolées avec succès à l'échelle industrielle comme l'utilisation des ultrasons.

**Chapitre III :**

**Intensification d'une  
unité d'extraction des  
huiles essentielles**

## SYMBOLES ET NOTATIONS

$A$	Surface d'échange de l'aérocondenseur [ $m^2$ ]
$A_1$	Surface d'échange zone de désurchauffe [ $m^2$ ]
$A_2$	Surface d'échange zone de condensation [ $m^2$ ]
$A_3$	Surface d'échange zone de refroidissement [ $m^2$ ]
$C_{pl}$	Capacité calorifique de l'eau liquide [ $kcal/kg \cdot ^\circ C$ ]
$C_{pv}$	Capacité calorifique de l'eau vapeur [ $kcal/kg \cdot ^\circ C$ ]
$D$	Diamètre du tube externe [ $mm$ ]
$D_v$	Diamètre du ventilateur [ $m$ ]
$L$	Longueur de du tube [ $m$ ]
$M$	Débit de vapeur dans un mini condenseur [ $kg/h$ ]
$M_0$	Débit de vapeur à condenser [ $kg/h$ ]
$Nu$	Nombre de Nusselt
$Pr_f$	Nombre de Prandlt du l'eau liquide saturée
$Q_1$	Chaleur échangée dans la zone de désurchauffe [ $kcal/h$ ]
$Q_2$	Chaleur échangée dans la zone de condensation [ $kcal/h$ ]
$Q_3$	Chaleur échangée dans la zone de refroidissement [ $kcal/h$ ]
$Re$	Nombre de Reynolds
$T_e$	Température d'entrée des vapeurs [ $^\circ C$ ]
$T_s$	Température de sortie après condensation des vapeurs [ $^\circ C$ ]
$U_1$	Coefficient d'échange de chaleur global dans la zone de désurchauffe [ $kcal/h \cdot m^2 \cdot ^\circ C$ ]
$U_2$	Coefficient d'échange de chaleur global dans la zone de condensation [ $kcal/h \cdot m^2 \cdot ^\circ C$ ]
$U_3$	Coefficient d'échange de chaleur global dans la zone de refroidissement [ $kcal/h \cdot m^2 \cdot ^\circ C$ ]
$d$	Diamètre du tube interne [ $mm$ ]
$d_h$	Diamètre hydraulique [ $mm$ ]
$h_e$	Coefficient d'échange de chaleur côté eau de refroidissement [ $W/m^2 \cdot K$ ]
$h_1$	Coefficient d'échange de chaleur par convection dans la zone de condensation [ $W/m^2 \cdot K$ ]

$h_2$	Coefficient d'échange de chaleur par convection dans la zone de désurchauffe [ $W/m^2.K$ ]
$h_3$	Coefficient d'échange de chaleur par convection dans la zone de refroidissement [ $W/m^2.K$ ]
$m$	Débit d'eau de refroidissement dans un mini tube [ $kg/h$ ]
$q$	Débit volumique dans un mini tube [ $m^3/h$ ]
$r_a$	la résistance de film extérieur [ $h m^2°C / kcal$ ]
$r_d$	la résistance de l'encrassement [ $h m^2°C / kcal$ ]
$r_i$	la résistance de film interne [ $h m^2°C / kcal$ ]
$r_m$	la résistance du métal [ $h m^2°C / kcal$ ]
$t_e$	Température d'entrée de l'eau de refroidissement [ $°C$ ]
$t_s$	Température de sortie de l'eau de refroidissement [ $°C$ ]
$v_{fair}$	Vitesse faciale de l'air [ $m/s$ ]
$x$	Titre massique de vapeur
$\lambda$	Conductivité thermique [ $W/m.K$ ]
$\mu_g$	Viscosité dynamique de la vapeur saturée [Pa.s]
$\mu_f$	Viscosité dynamique de l'eau saturée [Pa.s]
$\Delta h_{vap}$	Enthalpie de vaporisation [ $Kcal/kg$ ]
$\rho_g$	Densité de l'eau vapeur saturée [ $kg/m^3$ ]
$\rho_f$	Densité de l'eau liquide saturée [ $kg/m^3$ ]
$\tau_i$	Coefficient de cisaillement
$\Delta P$	Perte de charge [Pa]

Les microondes en tant que solution d'intensification des procédés d'extraction des huiles essentielles ont fait leurs preuves, néanmoins la question relative à leur application à l'échelle industrielle reste posée. En attendant, des études antérieures ont été effectuées dans le but d'améliorer l'efficacité des industries des huiles essentielles. En 2009, Benyoussef, Nait Sidi Ahmed & Allouache (Benyoussef & al, 2009), (Nait Sidi Ahmed & Allouache, 2009) ont proposé une unité d'extraction mobile appelée «MOBILAB» entrant parfaitement dans le cadre des procédés verts.

Notre objectif, à travers ce chapitre sera de reprendre cette unité « MOBILAB » dans le but de l'améliorer davantage par intensification en appliquant le concept de miniaturisation au système de condensation. Ainsi, tenter d'augmenter l'efficacité de cette unité et les économies d'énergie.

### III.1. Présentation de l'unité

Trois types d'unités pouvant être incluses dans trois container de différentes tailles ont été développées. Pour notre étude, nous avons choisi l'unité pouvant être contenue dans un container de taille moyenne (Figure II.13, II.14) dont les spécificités sont données dans le tableau III.1. Telle que conçue, cette unité contient :

- Une chaudière pour produire de la vapeur d'eau
- Des caissons mobiles d'extraction
- Un aérocondenseur
- Un décanteur
- Une installation photovoltaïque
- Deux pompes (dont une de secours)
- Une citerne d'eau

**Tableau III. 1** Dimensions du container moyen utilisé pour le Mobilab

Dimension	Container moyen
Longueur	9,00 m
Largeur	2,30 m
Hauteur	2,40 m
Poids du Tare	2492 kg
Capacité en Volume	49,68 m <sup>3</sup>
Capacité de chargement	24 749 kg

Un dimensionnement détaillé de l'ensemble de l'unité est donné dans divers travaux (Amrani & Basta, 2008), (Nait Sidi Ahmed & Allouache, 2009) et (Bacha & Tchekiken, 2010). Dans ce qui suit, nous nous intéresserons uniquement au dimensionnement de l'aérocondenseur ainsi que l'installation photovoltaïque utilisés par Nait Sidi Ahmed & Allouache (Nait Sidi Ahmed & Allouache, 2009) car ce sont ces équipements qui feront l'objet d'intensification.

### III.1.1. Caractéristiques de la charge à traiter

Les caractéristiques de la charge à traiter, ainsi que les conditions de fonctionnement de l'unité sont résumées ci-dessous :

**Tableau III. 2** Caractéristiques de la charge à traiter

Débit de vapeur	800 <i>kg/jr</i>
Matière végétale	800 <i>kg/jr</i>
Biomasse nécessaire	400 <i>kg/jr</i>
Nombre d'heures de travail/jour	8

L'unité travaille en deux sessions de 4h chacune. A la fin de chaque extraction, la matière végétale, épuisée et séchée, est utilisée comme biomasse.

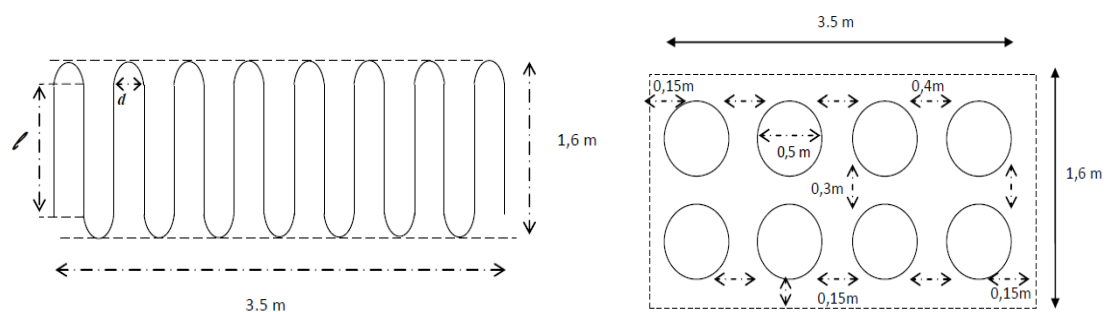
### III.1.2. Dimensionnement de l'aérocondenseur

Une étude préliminaire de dimensionnement d'un condenseur à air en convection naturelle a été menée et a montré qu'une longueur d'échange très importante était nécessaire pour condenser les vapeurs. Ceci a favorisé le choix d'un aérocondenseur en convection forcée comme alternative. Un serpentin de 32mm de diamètre a été choisi et simulé pour la condensation de 100 *kg/h* de vapeur de 110°C à 25°C. Les résultats sont résumés dans le tableau III.3.

**Tableau III. 3** Dimensions de l'aérocondenseur du MOBILAB

Serpentin		Ventilateur	
Diamètre (m)	0,0032	Diamètre (m)	0,5
Longueur total (m)	28,26	Nombre de ventilateurs	8
Surface d'échange (m <sup>2</sup> )	2,84	Débit d'air total à brasser (m <sup>3</sup> /h)	20000
Longueur d'un tube l (m)	1,4	Vitesse de rotation <i>tr/min</i>	100
Diamètre des courbures internes du tube, d (m)	0,2		
Nombre de rangées N	16		
UA (kJ/h. °C)	11081,83		

Ci-dessous se trouve un schéma du serpentin utilisé ainsi que l'arrangement des ventilateurs.



**Figure III. 1** Schéma du serpentin (gauche) et de la disposition des ventilateurs (droite)

### III.1.3. Dimensionnement de l'installation photovoltaïque

L'énergie solaire prend en charge toute la consommation électrique du MOBILAB durant les 8 heures de travail/jour, soit :

- La consommation d'une pompe de 50 W
- La consommation de huit ventilateurs de 60 W
- La consommation d'un ventilateur de plafond pour aérer le container côté cheminée, de 40W

La consommation énergétique journalière a été résumée dans le tableau suivant :



**Tableau III. 4** Consommation énergétique du MOBILAB

Quantité d'électricité nécessaire par jour pour le ventilateur de plafond ( <i>Wh/jr</i> )	320
Quantité d'électricité nécessaire par jour pour l'aérocondenseur ( <i>Wh/jr</i> )	3840
Quantité d'électricité nécessaire par jour pour la pompe ( <i>Wh/jr</i> )	400
Quantité d'électricité totale nécessaire par jour ( <i>Wh/jr</i> )	4560

Le dimensionnement des panneaux solaires s'est fait grâce à un logiciel Tecsol, et les résultats sont récapitulés dans le tableau suivant :

**Tableau III. 5** Caractéristiques de l'installation photovoltaïque du MOBILAB

Production électrique ( <i>Wh</i> )	4760
Nombre de modules (panneaux photovoltaïques)	30
Surface approximative des modules ( <i>m<sup>2</sup></i> )	15
Intensité maximale de charge ( <i>A</i> )	43,75

Cette étude a montré la possibilité de concevoir une unité d'extraction ne consommant ni énergie fossile ni eau, totalement autonome, ce qui réduit son impact sur l'environnement. L'étude de l'intensification par miniaturisation et ses avantages dans le chapitre I, nous a encouragés à se demander s'il n'était pas possible d'améliorer l'efficacité de cette unité. C'est dans ce sens que nous proposons, une intensification du système de condensation par miniaturisation, principalement pour réduire la consommation énergétique et par la même occasion les coûts de l'installation.

### III.2. Intensification du système de condensation

Deux voies d'intensification seront proposées :

- Intensification en utilisant un réseau de mini condenseurs à eau, à double-tube, en parallèles.
- Miniaturisation de l'aéroréfrigérant.

L'objectif est de dimensionner un système de refroidissement ayant de meilleures performances que celui déjà proposé du point de vue consommation énergétique. Cependant, nous proposons un calcul sommaire qui nous aiderait à avoir une idée des améliorations que

pourrait nous apporter l'intensification du condenseur, voir si celle-ci est faisable mais surtout si notre approche d'intensification est intéressante. C'est une étape préliminaire et importante avant un dimensionnement plus rigoureux et plus minutieux.

### III.2.1. Intensification par miniaturisation du condenseur à eau

Afin de répondre aux besoins de condensation et de refroidissement de la vapeur obtenue après extraction, nous proposons l'utilisation de condenseurs à double-tube miniatures avec les caractéristiques suivantes :

- Diamètre du tube intérieur où circule la vapeur à condenser :  $d = 1 \text{ mm}$
- Diamètre du tube extérieur où circule l'eau de refroidissement :  $D = 5 \text{ mm}$
- La longueur du double-tube n'excède pas  $2,5 \text{ m}$

#### II.2.2.1 Description de la configuration proposée

Le dispositif de condensation devra occuper au maximum l'espace qu'occupait les ventilateurs, pour cela nous avons choisi un réseau de mini canaux placés en parallèle d'une longueur maximale de  $2,5 \text{ m}$  disposés sur toute la hauteur du container soit,  $2,4 \text{ m}$  et sur une largeur d' $1 \text{ m}$ .

La configuration que nous proposons est constituée de 8 étages sur lesquels est disposée une série de mini condenseurs regroupés en deux mailles. Chaque maille contient 20 rangées de 6 double-tubes, ce qui correspond à un nombre total de 120 mini condenseurs par maille et donc 240 par étage. Finalement, notre système de refroidissement se compose de 1920 tubes d'un diamètre externe égal à  $5 \text{ mm}$ . Le flux d'alimentation sera ainsi subdivisé à trois reprises : d'abord en 8, puis le débit traversant chaque étage se verra subdivisé en deux avant de traverser les mailles, et enfin en 120 par maille. Cette structuration du système qui se présente sous forme d'une géométrie arborescente a été proposée afin de limiter l'impact de la maldistribution des flux à travers les mini canaux.

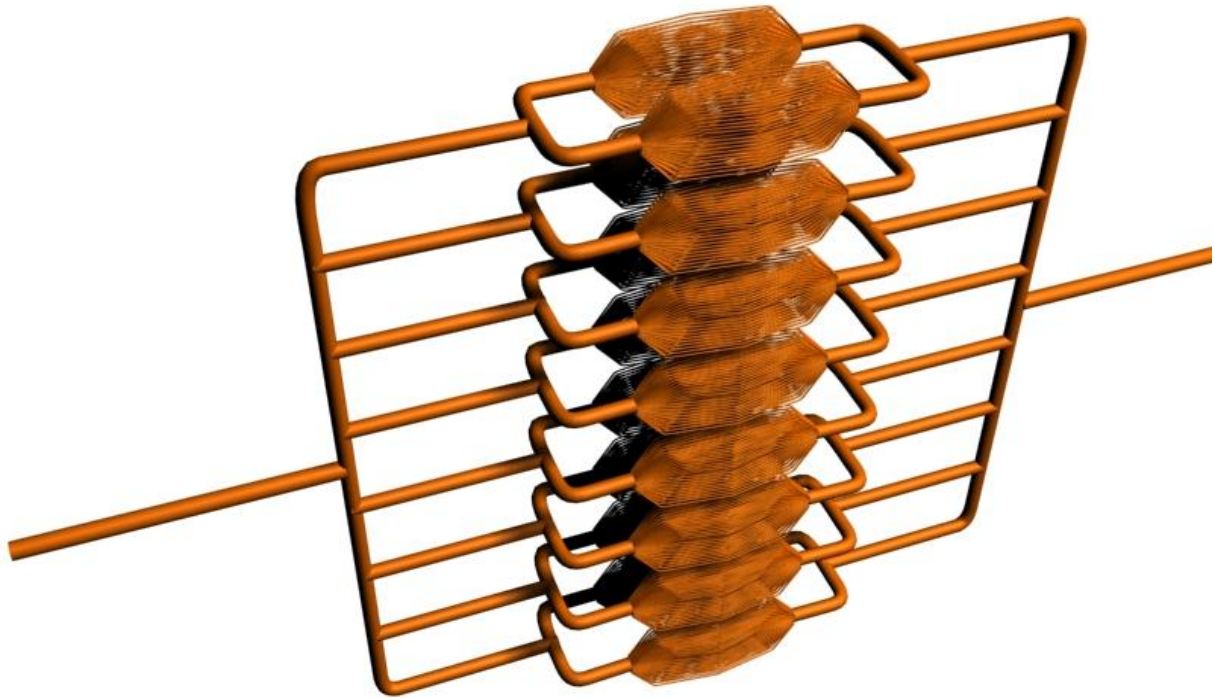


Figure III. 2 Réseau des mini condenseurs

### II.2.2.2 Dimensionnement du réseau de mini condenseurs

❖ **Données :**

- Débit de vapeur à condenser :  $M_0 = 100 \text{ kg/h}$ .

Puisque la vapeur est constituée essentiellement d'eau et d'une fraction très faible d'huile essentielle, nous considérerons que les propriétés moyennes de la vapeur sont celles de l'eau.

Tableau III. 6 Données thermodynamiques

	Vapeur d'eau	Eau liquide
$C_p$	0,45 kcal/kg.°C	1 kcal/kg.°C
$\lambda$	0,016 W/m.K	0,58 W/m.K
Densité de l'eau à 100 °C : 958,4 kg/m <sup>3</sup>		
Densité de l'eau à T < 100 °C : 1000 kg/m <sup>3</sup>		
Viscosité de l'eau à 100 °C : $\mu_f = 0,000282 \text{ Pa.s}$		
Enthalpie de vaporisation de l'eau : $\Delta h_{vap} = 540,4 \text{ Kcal/kg}$		

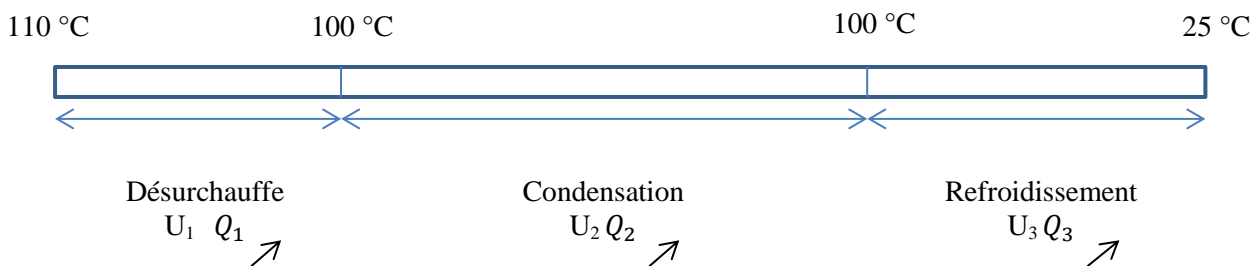
**Remarque :** la variation de  $C_p$  sur l'intervalle de température considéré est très faible, c'est pourquoi, nous prendrons une valeur constante dans le but de simplifier les calculs.

Tous nos calculs se feront sur un double-tube que nous extrapolerons sur tout le réseau.

Les données relatives à un seul mini condenseur sont :

- Température d'entrée des vapeurs :  $T_e = 110\text{ °C}$
- Température de sortie du liquide après condensation :  $T_s = 25\text{ °C}$
- Température d'entrée de l'eau de refroidissement :  $t_e = 15\text{ °C}$
- Débit de vapeur à condenser traversant le microtube de 1 mm de diamètre :  $M = 0,052\text{ kg/h}$
- Pour condenser cette quantité de vapeur, le débit d'eau de refroidissement utilisé est de  $m = 0,45\text{ kg/h}$  par mini condenseur

Le tube contient trois zones distinctes :



**Figure III. 3** Différentes zones d'un mini condenseur

### 1. Calcul de la chaleur totale échangée lors de la condensation dans un mini condenseur

Les quantités de chaleur échangées dans un mini condenseur constitué d'un microtube se calculent selon les équations suivantes (III.1) (III.2)

$$Q_{\text{échangée}} = Q_1 + Q_2 + Q_3 \quad (\text{III.1})$$

$$Q_{\text{échangée}} = MC_{pv}\Delta T_1 + M\Delta h_{vap} + MC_{pl}\Delta T_2 \quad (\text{III.2})$$

$$Q_1 = 0,234\text{ kcal/h} ; \quad Q_2 = 28,106\text{ kcal/h} ; \quad Q_3 = 3,9\text{ kcal/h}$$

$$\rightarrow Q_{\text{échangée}} = 32,24 \text{ kcal/h}$$

## 2. Estimation des températures de sortie de l'eau de refroidissement au niveau de chaque zone

❖ Température de sortie, après la désurchauffe  $t_s$  :

La chaleur récupérée par l'eau de refroidissement après la condensation est donnée par l'équation suivante :

$$Q_{\text{échangée}} = mC_{pl}(t_s - t_e) \quad (\text{III.3})$$

Ainsi, la température de sortie est donnée par :

$$t_s = \frac{Q_{\text{échangée}}}{mC_{pl}} + t_e \quad (\text{III.4})$$

$$\rightarrow \boxed{t_s = 86,64 \text{ } ^\circ\text{C}}$$

Le calcul des autres températures se fait de la même façon que le calcul précédent, en prenant les paramètres adéquats à chaque zone. On trouve :

❖ Température après la condensation  $t_2$ :

$$t_2 = t_s - \frac{Q_1}{mC_{pl}} \quad (\text{III.5})$$

$$\rightarrow \boxed{t_2 = 86,12 \text{ } ^\circ\text{C}}$$

❖ Température après le refroidissement  $t_1$  :

$$t_1 = t_2 - \frac{Q_2}{mC_{pl}} \quad (\text{III.6})$$

$$\rightarrow \boxed{t_1 = 23,66 \text{ } ^\circ\text{C}}$$

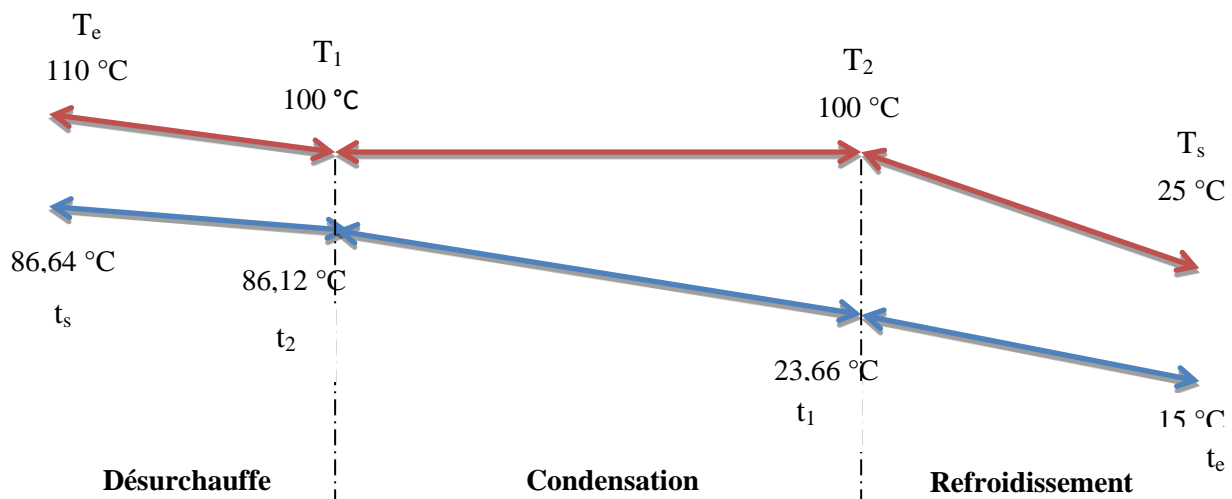


Figure III. 4 Profil des températures tout au long de la condensation du mélange vapeur

### 3. Détermination des coefficients d'échange de chaleur

Du fait des faibles dimensions des condenseurs, nous négligeons la résistance du transfert thermique par conduction à travers l'épaisseur du tube interne. Ainsi, l'expression du coefficient de transfert de chaleur global de chaque zone se simplifie en l'équation suivante :

$$\frac{1}{U_i} = \frac{1}{h_i} + \frac{1}{h_e} \quad (\text{III.7})$$

Partant des hypothèses suivantes :

- les diamètres étant très faibles, le régime tout au long du tube est supposé être laminaire,
- température de paroi constante,

nous pouvons prendre un nombre de Nusselt constant et égale à 3,657 et ainsi estimer les coefficients de transfert de chaleur côté vapeur  $h_i$  et côté eau de refroidissement  $h_e$  utilisant l'équation (III.8)

$$h = \frac{Nu}{d_h} \lambda \quad (\text{III.8})$$

### 3.1.Zone de désurchauffe

- Détermination de  $h_1$

La vapeur circule dans un tube de 1 mm de diamètre donc  $d_{h1} = 0,001 \text{ m}$

$$h_1 = \frac{Nu}{d_{h1}} \lambda_1 = \frac{3,657}{0,001} 0,016 \quad (\text{III.9})$$

$$h_1 = 58,51 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$$

- Détermination de  $h_e$

L'eau de condensation circule dans l'espace annulaire entre le tube de diamètre 1 mm et le tube extérieur de 5mm. Donc  $d_{h2} = D - d = 0,004 \text{ m}$

$$h_e = \frac{Nu}{d_{h2}} \lambda_2 = \frac{3,657}{0,004} 0,58 \quad (\text{III.10})$$

$$h_e = 530,27 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$$

- Détermination de  $U_1$  :

En remplaçant dans l'équation (III.7) :

$$\rightarrow U_1 = 45,39 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot \text{°C}$$

### 3.2.Zone de condensation

- Détermination de  $h_2$

Pour la détermination du coefficient de transfert de chaleur de condensation  $h_2$  nous utiliserons la corrélation de Bandhauer & al (Bandhauer & al, 2006) donnée par l'équation (III.11). Ces chercheurs ont développé ce modèle spécialement pour la condensation dans les mini canaux.

$$h_2 = \frac{\rho_f C_{pl} u^*}{T^+} \quad (\text{III.11})$$

Avec :

Pour  $Re \leq 2100$  :

$$T^+ = 5Pr_f + 5 \ln \left[ Pr_f \left( \frac{\delta^+}{5} - 1 \right) + 1 \right] \quad (\text{III.12})$$

$$Pr_f = \frac{c_{pl}\mu_f}{\lambda} ; \quad u^* = \sqrt{\frac{\tau_i}{\rho_f}} ; \quad \tau_i = \left( \frac{\Delta P}{L} \right) \frac{d_h}{4} ; \quad \delta^+ = \frac{\delta \rho_f u^*}{\mu_f} \text{ et } \delta = (1 - \sqrt{\varepsilon}) \frac{d}{2} \quad (\text{III.13})$$

$$\varepsilon = \left[ 1 + \left( \frac{1-x}{x} \right)^{0,74} \left( \frac{\rho_g}{\rho_f} \right)^{0,65} \left( \frac{\mu_f}{\mu_g} \right)^{0,13} \right]^{-1} \quad (\text{III.14})$$

Les pertes de charge linéaires au sein des mini canaux sont estimées par la relation de Poiseuille :

$$\Delta P = \frac{128\mu L}{\pi d^4} q \quad (\text{III.15})$$

N'ayant pas la longueur des canaux (c'est ce que nous allons déterminer), nous nous plaçons dans le cas le plus défavorable, ce qui signifie que nous estimerons la perte de charge maximale qu'il pourrait y avoir, ce qui correspond à une longueur de tube égale au maximum possible, c'est-à-dire 2,5 m.

Concernant l'équation (III.14), afin de simplifier les calculs, là aussi nous considérerons le cas le plus défavorable qui correspond à  $x = 1$ . En prenant cette valeur, nous supposons que le mélange qui subit la condensation est un liquide saturé et non une vapeur, ainsi, le film de condensation qui se formera au niveau des parois de la conduite aura une épaisseur plus élevée et donc la résistance au transfert de chaleur sera plus importante. Par conséquent, le coefficient d'échange thermique sera moins élevé, ce qui devrait nécessiter des dimensions plus importantes des tubes. En prenant ces deux cas défavorables, notre système sera en réalité surdimensionné.



**Tableau III. 7** Résultats de calcul des différents paramètres

Grandeur physique	Valeur numérique
$\Delta P$	430,86 Pa
$\tau_i$	0,0347
$u^*$	0,00602
$\varepsilon$	0
$\delta$	0,0005
$\delta^+$	10,23
$Pr_f$	2,032
$T^+$	15,86

$$h_2 = 1520,605 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$$

- Détermination de  $U_2$  :

$$h_e = 530,27 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K} \text{ (Calculé précédemment)}$$

Comme précédemment on détermine  $U_2$  et on trouve :  $U_2 = 338,61 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot \text{°C}$

### 3.3.Zone de refroidissement

Le calcul est similaire que pour l'étape 3.1 du même chapitre :

$$h_3 = 2121,06 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$$

$$h_e = 530,27 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$$

On trouve :  $U_3 = 365,35 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot \text{°C}$

### 4. Détermination des surfaces d'échanges :

La chaleur échangée en fonction de la surface d'échange de chaque zone :

$$Q_i = A_i U_i \Delta T L M_i \quad (\text{III.16})$$

$$A_i = \frac{Q_i}{U_i \Delta TLM_i} \quad (\text{III.17})$$

#### 4.1. Zone de désurchauffe

Calcul de la  $\Delta TLM$  :

$$\Delta TLM_1 = \frac{(T_e - t_e) - (T_1 - t_2)}{\ln \frac{(T_e - t_e)}{(T_1 - t_2)}} \quad (\text{III.18})$$

$$\rightarrow \Delta TLM_1 = 18,21 \text{ } ^\circ\text{C}$$

En remplaçant dans l'équation (III.17) on obtient :

$$A_1 = 0,000283 \text{ m}^2$$

#### 4.2. Zone de condensation

Les étapes sont les mêmes que précédemment :

Calcul de la  $\Delta TLM$  :

$$\Delta TLM_2 = \frac{(T_1 - t_2) - (T_2 - t_2)}{\ln \frac{(T_1 - t_2)}{(T_2 - t_2)}} \quad (\text{III.19})$$

$$\rightarrow \Delta TLM_2 = 36,64 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\rightarrow A_2 = 0,00227 \text{ m}^2$$

#### 4.3. Zone de refroidissement

Calcul de la  $\Delta TLM$  :

$$\Delta TLM_3 = \frac{(T_2 - t_1) - (T_s - t_e)}{\ln \frac{(T_2 - t_1)}{(T_s - t_e)}} \quad (\text{III.20})$$

$$\rightarrow \Delta TLM_3 = 32,64 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\rightarrow A_3 = 0,000327 \text{ m}^2$$

#### 4.4. Surface d'échange globale

On en déduit la surface d'échange totale fournie par un mini condenseur:

$$A = A_1 + A_2 + A_3 = 0,00288 \text{ m}^2 \quad (\text{III.21})$$

La longueur de tube nécessaire serait :

$$L = \frac{A}{\Pi D} \quad (\text{III.22})$$

$$\rightarrow \boxed{L = 0,917 \text{ m}}$$

Ainsi, pour condenser 100 kg/h de vapeur, les 1920 mini condenseurs devraient avoir une longueur de 92 cm.

Ce système de refroidissement permet d'utiliser un réseau de mini condenseurs compacts occupant un espace très réduit comparé à la capacité thermique qu'ils offrent. Cependant, la quantité d'eau de refroidissement est aussi importante que celle utilisée avec des échangeurs classiques ( $1920 \times 0,45 = 864 \text{ kg/h}$ ). Donc cette configuration ne permet pas d'économiser de l'eau, or c'est l'objectif recherché. En outre, l'utilisation de telles microstructures présente certains inconvénients, comme l'encrassement, leur nettoyage risque de nécessiter un investissement supplémentaire. Le seul avantage à tirer de l'application de ce réseau de mini condenseurs est le gain remarquable d'espace. De ce fait, il n'est pas intéressant d'utiliser un tel dispositif de refroidissement.

#### III.2.2. Calcul d'un aérocondenseur miniaturisé

L'utilisation de mini condenseurs à eau n'ayant pas répondu à nos attentes, nous proposons d'intensifier l'aérocondenseur utilisé dans le but de diminuer de la consommation énergétique et donc la réduction des panneaux solaires dont l'utilisation nécessite un investissement assez important.

Cette fois aussi, le calcul suivant n'est qu'un calcul sommaire qui servira de base pour connaître la faisabilité et l'éventuel gain apporté par l'intensification. Il s'agira de proposer une certaine disposition, puis de simuler, moyennant le logiciel Hysys, l'aérocondenseur.

- **Choix de la structure**

La structure choisie est constituée de mailles de tubes de faible diamètre, mises en parallèle contre le mur du container. Le choix du diamètre, du nombre de tube ainsi que la longueur est, cette fois aussi, conditionné par les dimensions du container ainsi que de l'espace libre.

- Le diamètre choisi est de 3mm
- Nombre de tubes par maille 35. D'après une étude (Saber, 2009), le nombre maximal de tubes à mettre en parallèle afin de minimiser l'impact de la maldistribution sur les performances des mini tubes est d'environ 35. D'où un tel choix
- L'espacement entre les différents tubes d'une même maille est de : 2 mm, soit une longueur de maille de 173 mm.
- L'espacement entre les différentes mailles est de : 3 cm
- La hauteur totale ne doit pas excéder 2,40 m, hauteur du container

Ces conditions nous permettent de mettre en parallèle 11 mailles de 35 tubes pour une hauteur totale de 2,2m.

- **Calcul des flux de chaleur**

Les calculs et différents résultats pour un débit de 100 kg/h de vapeur sont résumés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau III. 8** Calculs des flux de chaleur lors de la condensation

<b>Etape</b>	<b>désurchauffe</b>	<b>condensation</b>	<b>refroidissement</b>
Température d'entrée du fluide (°C)	110	100	100
Température de sortie du fluide (°C)	100	100	25
Flux de chaleur échangé (kcal/h)	450	54040	7500

Soit, un flux total à échanger

$$Q = 61990 \text{ kcal/h}$$

- **Calcul de l'aérocondenseur**

Le calcul de l'aérocondenseur se fait selon les étapes suivantes :

- Le choix d'un diamètre, d'un débit volumique et d'une vitesse du ventilateur
- Fixer une température de sortie d'air acceptable pour les conditions de travail autour de 35–37°C.
- Calcul de la surface du ventilateur et de la surface à refroidir.
- Vérifier la condition : Surface totale des ventilateurs / surface à refroidir  $\geq 40\%$  (Serth, 2014).

Pour le dimensionnement, nous avons subdivisé le réseau de tubes en 3 cellules contenant 4 mailles chacune, sauf pour la dernière qui en contiendrait 3. Les ventilateurs seront placés de telle sorte à recouvrir une cellule. Ainsi nous envisageons d'en utiliser seulement trois.

Rappelons que le MOBILAB utilise 8 ventilateurs de 0,5 m de diamètre fournissant un débit d'air de 2500m<sup>3</sup>/h chacun, pour assurer une condensation de 100 kg/h. Comme nous voulons diminuer le nombre de ventilateurs, notre choix s'est porté sur des ventilateurs de diamètre légèrement plus élevé débitant une quantité d'air plus importante afin d'assurer la condensation des 100 kg/h de vapeur.

D'après un travail effectué par Boumahammed (Boumahammed, 2012) un ventilateur de 0,68 m de diamètre fournirait 4500 m<sup>3</sup>/h d'air pour une vitesse de 100 tr/min. Nous avons choisi d'utiliser un tel ventilateur pour recouvrir une cellule.

Les spécificités du ventilateur sont :

**Tableau III. 9** Caractéristiques du ventilateur choisi

Diamètre (m)	0,68
Débit d'air (m <sup>3</sup> /h)	4500
Vitesse du ventilateur (tr/mn)	100

- **Simulation par Hysys**

La simulation va nous permettre de déterminer la surface d'échange nécessaire pour la condensation dans une cellule, ainsi que la température de sortie de l'air. Concernant le

dernier ventilateur, il sera surdimensionné puisque celui-ci recouvrirait trois mailles au lieu de quatre.

### 1. Définition des courants d'entrée et de sortie

Le débit d'entrée dans la cellule représente 1/3 du débit total à traiter, soit : 33,33 kg/h.

La perte de charge est calculée au sein d'un tube par la formule de Poiseuille donnée par l'équation (III.15) pour une longueur de 2m. Le résultat pour 4 mailles est : 2,876kPa, nous prendrons 3kPa par précaution.

Stream Name	vapeur	Va	Stream Name	Liquide	
Vapour / Phase Fraction	1.0000		Vapour / Phase Fraction	0.0000	
Temperature [C]	110.0		Temperature [C]	25.00	
Pressure [kPa]	100.0		Pressure [kPa]	97.00	
Molar Flow [kgmole/h]	1.832		Molar Flow [kgmole/h]	1.832	
Mass Flow [kg/h]	33.00		Mass Flow [kg/h]	33.00	
Std Ideal Liq Vol Flow [m3/h]	3.307e-002		Std Ideal Liq Vol Flow [m3/h]	3.307e-002	
Molar Enthalpy [kJ/kgmole]	-2.382e+005	-2	Molar Enthalpy [kJ/kgmole]	-2.849e+005	
Molar Entropy [kJ/kgmole-C]	133.5		Molar Entropy [kJ/kgmole-C]	6.559	
Heat Flow [kJ/h]	-4.363e+005	-4	Heat Flow [kJ/h]	-5.219e+005	
Liq Vol Flow @Std Cond [m3/h]	3.305e-002		Liq Vol Flow @Std Cond [m3/h]	3.305e-002	
Fluid Package	Basis-1		Fluid Package	Basis-1	
Utility Type			Utility Type		

Figure III. 5 Courants d'entrée (droite) et de sortie (gauche) pour la simulation de l'aérocondenseur

### 2. Caractéristiques du ventilateur

Air cooler: AC-100

Design Rating Worksheet Performance Dynamics Rigorous Air Cooler

Rating

Sizing

Nozzles

Number of Fans 1

Fan	Fan 0
Speed [rpm]	100.0
Demanded speed [rpm]	100.0
Max Acceleration per sec [rpm]	<no limit>
Design speed [rpm]	100.0
Design air flow [ACT_m3/h]	4500
Current air flow [ACT_m3/h]	4500
Fan Is On	<input checked="" type="checkbox"/>

Delete OK

Figure III. 6 Caractéristiques du ventilateur sur le simulateur hysys

### 3. Résultats de la simulation

Après introduction des données nécessaires, la simulation a donné les résultats suivants :

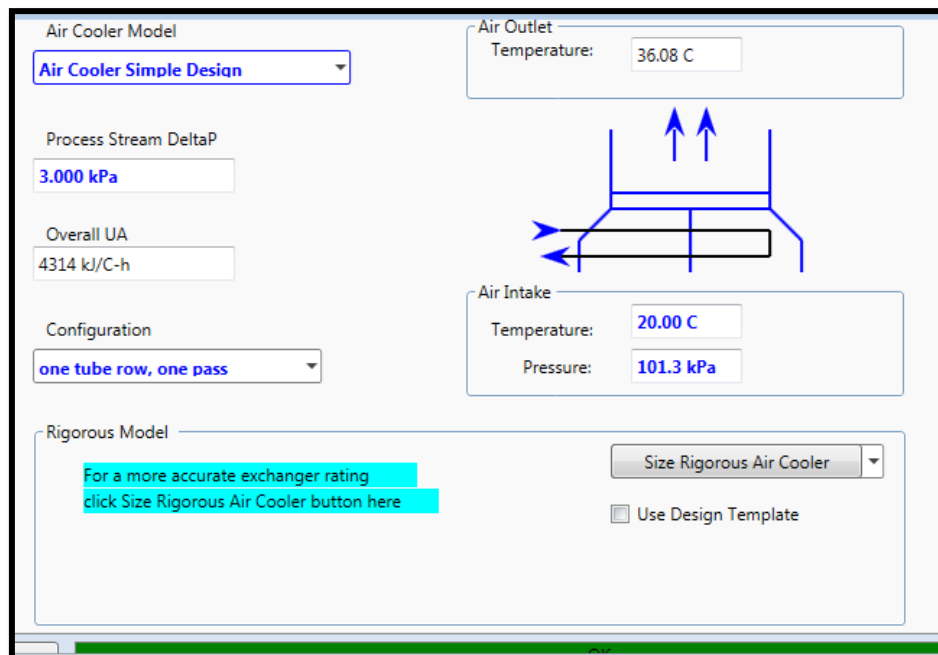


Figure III. 7 Résultats de la simulation

La température de sortie est de 36°C, elle reste acceptable comme température de travail

- **Estimation de la surface d'échange**

En se basant sur les résultats trouvés, nous pouvons calculer la surface d'échange.

$$UA = 1030,63 \text{ kcal/h.}^\circ\text{C}$$

Le calcul du coefficient global d'échange se fait selon la formule,

$$\frac{1}{U} = r_i + r_a + r_m + r_d \quad (\text{III.23})$$

$r_a$  : la résistance du film extérieur [ $h \cdot m^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{Kcal}$ ]

$r_d$  : la résistance de l'encrassement =  $0,0001 \text{ h} \cdot m^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{Kcal}$

$r_i$  : la résistance du film interne =  $0,0002 \text{ h} \cdot m^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{Kcal}$

$r_m$  : la résistance du métal =  $0,00015 \text{ h} \cdot m^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{Kcal}$

La résistance du film extérieur,  $r_a$ , se calcule grâce à une corrélation reliant ses variations à celles de la vitesse faciale de l'air (Naït Sidi Ahmed & Allouache, 2009) et de la forme :

$$v_{\text{air}} = -2871 \times r_a + 5,953 \quad (\text{III.24})$$

Avec :

$$v_{\text{air}} = \frac{\text{débit d'air}}{\text{surface du ventilateur}} = \frac{4500}{\pi \frac{D_v^2}{4}} = 3,44 \text{ m/s} \quad (\text{III.25})$$

Donc :  $r_a = 0,000875 \text{ h.m}^2 \cdot \text{°C/Kcal}$

En remplaçant dans l'équation (III.23), nous obtenons :  $U = 754,72 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot \text{°C}$

Ce qui donne une surface d'échange de :  $A = 1,37 \text{ m}^2$ . La longueur des tubes nécessaire peut donc être déterminée comme suit :

$$L = \frac{1,37}{35 \times 4 \times \pi \times 3 \times 10^{-3}} = 1,04 \text{ m} \quad (\text{III.26})$$

Cette longueur est raisonnable et peut être installée dans le MOBILAB.

#### • Vérification des calculs

Pour pouvoir utiliser le ventilateur, il faut vérifier que la surface recouverte par un ventilateur soit égale, au minimum, à 40% de la surface de la baie qu'il doit refroidir. La baie étant le rectangle contenant les 4 mailles de 35 tubes.

La surface à refroidir est donc :

$$(0,173 \times 4 + 0,03 \times 3) \times 1,04 = 0,81 \text{ m}^2 \quad (\text{III.27})$$

Le rapport entre la surface du ventilateur et celle de la baie est alors :

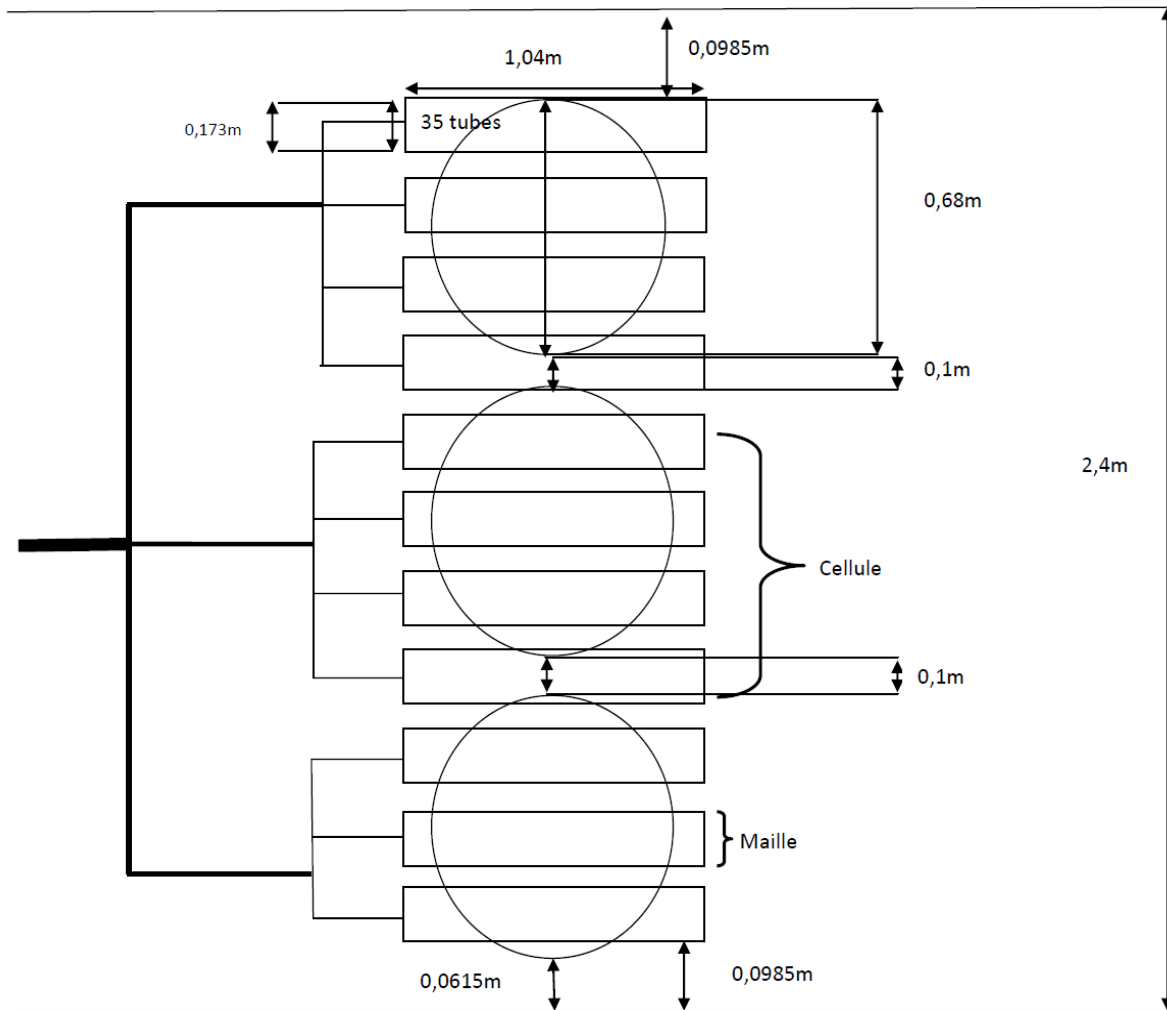
$$\frac{\pi 0,68^2 / 4}{0,81} = 0,4484 \quad (\text{III.28})$$

Le ventilateur recouvre donc **44,84%** de la surface à refroidir ce qui représente une couverture convenable.

Pour la disposition des 3 ventilateurs sur le mur du container, nous imposons un espacement de 0,1 m entre chaque ventilateur. Le premier ventilateur est placé à la hauteur de la première maille.

Cette disposition nous permet de mettre les 3 ventilateurs en série, comme montré dans le schéma ci-après (Figure III.8).





**Figure III. 8** Schéma de l'aérocondenseur proposé

L'utilisation de ventilateurs de diamètre légèrement plus important que ceux utilisés initialement dans les MOBILAB, a permis de fournir une quantité d'air plus importante pour une même vitesse de rotation, ce qui revient à considérer une consommation énergétique par ventilateur similaire. Dans notre étude, le nombre de ventilateurs nécessaire à la condensation a été diminué de huit à trois, ce qui permet une réduction considérable de la consommation énergétique et du nombre de panneaux photovoltaïques utilisés et ainsi les coûts d'investissement.

### **III.3. Conclusion**

A la lumière de ces résultats, il ressort clairement qu'une connaissance plus approfondie concernant les microéchangeurs et échangeurs miniaturisés est nécessaire pour présenter des résultats satisfaisants. C'est peut-être la raison pour laquelle, nous n'avons pu réduire la consommation d'eau de refroidissement par l'utilisation des mini condenseurs alors que plusieurs fois, il a été rapporté que l'un des avantages majeurs de la miniaturisation est la réduction des fluides consommés.

Concernant l'aérocondenseur, la simulation ainsi que les calculs sommaires semblent donner de bons résultats puisque une diminution du nombre de ventilateurs utilisés est constatée. Toutefois, il faut tenir compte des problèmes d'encrassement et envisager des solutions lors du dimensionnement des mini tubes afin de ne pas diminuer des performances de l'aérocondenseur.

**Chapitre IV :**

**Modélisation du  
transfert de matière**

## SYMBOLES ET NOTATIONS

$C$	Concentration du soluté en phase aqueuse à l'instant $t$ (masse de soluté / volume de solution) [ $mg/l$ ]
$C_0$	Concentration initiale du soluté (masse de soluté / volume de solution) [ $mg/l$ ]
$C_e$	Concentration d'équilibre du soluté en phase aqueuse (masse de soluté / volume de solution) [ $mg/l$ ]
$D_s$	Coefficient de diffusion du soluté dans le solide [ $cm^2/min$ ]
$H$	Hauteur du lit [ $cm$ ]
$HE$	Huile essentielle
$J_j$	Flux de diffusion moléculaire du constituant $j$ [ $mol/cm^2.s$ ]
$K$	Constante d'équilibre pour une isotherme linéaire
$K_1$	Constante cinétique du pseudo-premier ordre [ $min^{-1}$ ]
$K_2$	Constante cinétique du pseudo-second ordre [ $g/mg.min$ ]
$K_{AB}$	Constante de d'Adams-Bohart [ $l/mg.min$ ]
$K_{ad}$	Constante cinétique du second ordre de la réaction de sorption sens 1 [ $l/mg.min$ ]
$K_{des}$	Constante cinétique du premier ordre de la réaction de sorption sens 2 [ $min^{-1}$ ]
$K_F$	Paramètre de l'isotherme de Freundlich [ $l^{1/\mu}/g.mg^{1/\mu-1}$ ]
$K_{Th}$	constante de Thomas [ $ml/min.mg$ ]
$K_{YN}$	constante de Yoon-Nelson [ $min^{-1}$ ]
$M$	Masse de l'adsorbant dans la colonne [ $g$ ]
$MV$	Matière végétale
$N_j$	Densité de flux de matière du constituant $j$ [ $mol/cm^2.s$ ]
$N_0$	Capacité d'adsorption d'ion maximale par unité de volume d'adsorbant [ $mg/l$ ]
$Q$	Débit volumique d'écoulement de la solution [ $ml/min$ ]
$S_0$	Surface spécifique de la particule d'adsorbant [ $cm^{-1}$ ]
$T_j$	Flux de transport de matière du constituant $j$ [ $mol/cm^2.s$ ]
$U_0$	Vitesse linéaire de la solution traversant le lit [ $cm/min$ ]

$V_s$	Volume de la phase aqueuse [ $ml$ ]
$d$	Constante de Langmuir [ $l/mg$ ]
$k_f$	Coefficient de transfert de matière dans le film [ $cm/min$ ]
$q$	Masse d'huile essentielle extraite [ $g$ ]
$q_\infty$	Masse d'huile extraite à la fin d'extraction [ $g$ ]
$r$	Rayon des particules [ $cm$ ]
$r_j$	Terme de réaction chimique dans le bilan de matière
$t$	Temps d'opération [ $min$ ]
$w$	Concentration moyenne de soluté dans le solide à l'instant $t$ (masse de soluté / masse de solide) [ $mg/g$ ]
$w_c$	capacité d'adsorption prédite [ $mg/g$ ]
$w_e$	Concentration d'équilibre du soluté dans l'adsorbant [ $mg/g$ ]
$w_m$	Capacité maximale d'adsorption de Langmuir [ $mg/g$ ]
$w'$	Concentration du soluté dans l'adsorbant à un rayon $r$ du centre du solide [ $mg/g$ ]
$w_\infty$	Concentration à un temps infini [ $mg/g$ ]
$y$	Rendement en huile essentielle (masse d'HE récoltée / masse de MV) [ $g/g$ ]
$z$	Distance axiale, positive dans le sens de l'écoulement [ $cm$ ]
$\varepsilon$	Fraction de vide dans la colonne
$\rho$	Densité de l'adsorbant [ $g/ml$ ]
$\tau$	temps nécessaire pour que 50% du soluté soit adsorbé [ $min$ ]
$\mu$	Exposant de l'isotherme de Freundlich

Dans cette partie, nous étudions le transfert de matière dans le cas des procédés classiques, hydrodistillation et innovants, hydrodistillation et vapo-diffusion assistées par microondes.

Un modèle général décrivant la cinétique d'extraction en considérant la résistance au transfert de matière dans la phase vapeur est développé et une nouvelle approche basée sur des phénomènes de surface est proposée afin de décrire les procédés assistés par microondes.

## IV.1. Rappel sur le transfert de matière

Le transfert de matière est le déplacement de molécules d'un mélange au sein d'un milieu donné ou entre phases. Le transfert peut se faire selon deux mécanismes : la diffusion et le transport (Crank, 1975).

### IV.1.1. Densité de flux de matière

La densité de flux de matière est le débit de matière transférée par unité de surface. Cette grandeur est donnée par l'équation (IV.1) :

$$\vec{N}_j = \vec{J}_j + \vec{T}_j \quad (\text{IV.1})$$

Où :

- $N_j$  : Densité de flux de matière
- $J_j$  : Flux propre à la diffusion
- $T_j$  : Flux de transport

Le plus souvent, le transfert par transport est négligeable et le transfert de matière est essentiellement décrit par une diffusion moléculaire.

### IV.1.2. Diffusion moléculaire

La diffusion est un phénomène microscopique résultant du mouvement aléatoire des molécules d'une substance diffusante dans un milieu (Crank, 1975). Généralement, le déplacement se fait des zones les plus concentrées vers les moins concentrées (Baehr & Stephan, 2006).

### IV.1.3. Première loi de Fick

La première loi de Fick donne l'expression du flux de matière due à la diffusion appelé « flux de diffusion ».

Fick (1855) a étudié la diffusion moléculaire en faisant l'analogie avec la conduction thermique qui elle-même est due au mouvement aléatoire des molécules. En se basant sur ce principe, il a quantifié la diffusion par une équation analogue à celle de la conduction développée auparavant par Fourier (1822). Partant de l'hypothèse que le transfert est proportionnel au gradient de concentration, il propose l'équation suivante (IV.2) pour décrire le flux de diffusion de molécules isotropiques à travers une section donnée :

$$J = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (\text{IV.2})$$

Où :

- $J$  : Flux de diffusion par unité de surface
- $D$  : Coefficient de diffusion
- $C$  : concentration de la substance diffusante
- $x$  : coordonnée spatiale normale à la section

L'équation générale de la première loi de Fick est :

$$\vec{J}_j = -D_{jk} \overrightarrow{\text{grad}} C_j \quad (\text{IV.3})$$

Où  $D_{jk}$  est le coefficient de diffusion de  $j$  dans  $k$ .

### IV.1.4. Equation de continuité relative à un constituant

Considérons un système comportant  $m$  espèces dans lequel la vitesse de déplacement d'une espèce  $j$  est notée  $\vec{v}_j$ . Le bilan de matière sur un volume  $V$  est :

$$\text{Entrée} - \text{Sortie} \pm \text{Création} = \text{Accumulation}$$

Ce bilan permet d'obtenir l'équation générale de continuité qui est :

$$-\text{div} \vec{N}_j \pm r_j = \frac{\partial C}{\partial t} \quad (\text{IV.4})$$

où  $r_j$  représente le terme de création qui est une vitesse de réaction chimique.

Cette dernière équation est également connue comme étant la seconde loi de Fick.

Dans le cas où le transport est négligeable et en absence de réaction chimique l'équation (IV.4) devient :

$$-div(-D_{jk} \overrightarrow{grad} C_j) = \frac{\partial C}{\partial t} \quad (IV.5)$$

Les lois de Fick ont été résolues pour plusieurs cas et différentes conditions initiales. Ainsi, plusieurs modèles traduisant la diffusion dans une matrice solide, pour différentes géométries, ont été développés et rassemblés par Cranck (1975). Parmi les nombreux cas traités, les solutions dans le cas d'une diffusion, suivie d'une évaporation du soluté à la surface du solide dans un fluide où une résistance au transfert de matière existe sont :

### 1. Diffusion dans une plaque plane avec évaporation à la surface

En considérant que :

- Condition initiale : La plaque est initialement à une concentration uniforme moyenne :  $C_s(x, 0) = C_s(0)$
- Condition aux limites : Au niveau des deux surfaces de la plaque, à  $x = \pm l$ , un équilibre Solide – Fluide s'effectue et la substance diffusante s'évapore dans ce dernier :

$$-\frac{\partial C}{\partial x} = k_f(C_0 - C_s) \quad (IV.8)$$

Avec :

$C_0$  : Concentration du soluté dans la phase entourant la plaque, maintenant l'équilibre entre les deux phases (solide – fluide)

$C_s$  : Concentration du soluté à la surface de la plaque

$k_f$  : Coefficient de transfert de matière côté fluide

$D$  : Coefficient de diffusion

$l$  : Demi-épaisseur de la plaque

Le rendement est donné par l'expression suivante :

$$\frac{q(t)}{q_\infty} = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2L^2}{\beta_n^2(\beta_n^2 + L^2 + L)} e^{-\beta_n^2 Dt/l^2} \quad (IV.9)$$

Où :



- $q$  : masse de soluté diffusé à l'instant  $t$
- $q_\infty$  : masse totale de soluté diffusé
- $\beta_n$  sont des paramètres adimensionnels, et solutions de l'équation :

$$\beta \tan \beta = L. \quad (\text{IV.10})$$

$$L = k_f l / D. \quad (\text{IV.11})$$

Des tableaux donnant  $\beta_n$  en fonction des valeurs de  $L$  existent et sont données en Annexe (Annexe 1).

## 2. Diffusion dans un cylindre avec évaporation à la surface

La solution s'écrit :

$$\frac{q(t)}{q_\infty} = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4L^2}{\beta_n^2(\beta_n^2 + L^2)} e^{-\beta_n^2 Dt/a^2} \quad (\text{IV.12})$$

Avec :

$$L = ak_f / D \quad (\text{IV.13})$$

où  $a$  représente le rayon du cylindre et  $\beta_n$  sont les racines de l'équation (IV.14) et sont tabulées pour plusieurs valeurs de  $L$  (Annexe 1).

$$qJ_1(\beta) - LJ_0(\beta) = 0 \quad (\text{IV.14})$$

## 3. Diffusion dans une sphère avec évaporation à la surface

$$\frac{q(t)}{q_\infty} = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6L^2}{\beta_n^2[\beta_n^2 + L(L-1)]} e^{-\beta_n^2 Dt/a^2} \quad (\text{IV.15})$$

$$L = ak_f / D \quad (\text{IV.16})$$

$$\beta \cot \beta + L - 1 = 0 \quad (\text{IV.17})$$

$a$  est le rayon de la sphère et  $\beta_n$ , qui sont solutions de l'équation (IV.17), existent dans des tables pour plusieurs valeurs de  $L$  (Annexe 1).

## IV.2. Rappel sur l'adsorption

### IV.2.1. Isothermes d'adsorption

Les isothermes d'adsorption décrivent l'adsorption de molécules sur une surface solide. L'équation générale d'une isotherme est :  $w_e = f(C_e)$  où  $w_e$  représente la quantité adsorbée et  $C_e$  la concentration en équilibre.

Plusieurs isothermes existent (Chatterjee & Schiewer, 2014):

- Isotherme de Langmuir :  $w_e = \frac{w_m d C_e}{1 + d C_e}$
- Isotherme de Freundlich :  $w_e = K_F C_e^{1/\mu}$
- Isotherme linéaire :  $w_e = K C_e$

### IV.2.2. Les équations de bilan de matière

a) Pour les opérations en batch :

$$V_s \frac{dC}{dt} + M \frac{dw}{dt} = 0 \quad (\text{IV.18})$$

Après intégration de l'équation précédente :  $V_s(C - C_0) = Mw$  (IV.19)

b) Pour les opérations continues, cas d'adsorption en lit fixe :

$$\left(\frac{\partial C}{\partial t}\right)_z + v \left(\frac{\partial C}{\partial z}\right)_t + \rho \frac{(1 - \varepsilon)}{\varepsilon} \left(\frac{\partial w}{\partial t}\right)_z = 0 \quad (\text{IV.20})$$

### IV.2.3. Modèles des cinétiques d'adsorption

Les cinétiques d'adsorption sont souvent décrites par deux types de modèles, le premier consiste en des modèles de transfert de matière (basés sur la résistance externe, résistance intra-particules et l'existence des deux résistances) et le second, part du principe que le phénomène d'adsorption est en réalité une réaction de surface sur l'adsorbant (cinétiques du pseudo-premier ordre, pseudo-second ordre et de Langmuir) (Chatterjee & Schiewer, 2014).

Modélisation : Transfert de matière

- Diffusion à travers le film formé à l'interface liquide – solide
- Diffusion dans les pores du solide

Modélisation : Réaction de surface

- 1<sup>er</sup> ordre
- 2<sup>ème</sup> ordre
- Langmuir

- Dans la modélisation « transfert de matière » : la réaction de sorption est rapide et un ou les deux processus de diffusion cités plus haut représentent l'étape limitante.
- Dans la modélisation « réaction de surface » : c'est le transfert de matière qui est rapide et la réaction de sorption constitue l'étape limitante du phénomène.

### IV.2.4. Modèles de l'adsorption en batch

L'adsorption en batch peut être décrite par les phénomènes cités précédemment. Le choix des modèles dépend de l'étape limitante considérée. Les solutions théoriques sont obtenues par résolution simultanée des équations de bilan de matière, de vitesse d'adsorption et d'équilibre correspondantes avec les conditions aux limites appropriées.

#### a) Modélisation « transfert de matière »

- Résistance externe – diffusion à travers un film :

Un film se forme à l'interface adsorbant – solution aqueuse.

$$\rho \frac{\partial w}{\partial t} = k_f S_0 (C - C_0) \quad (\text{IV.21})$$

- Diffusion intra-particules :

Le soluté diffuse à travers les particules solides de forme sphérique constituant l'adsorbant avec un coefficient de diffusivité  $D_s$  constant suivant la loi de Fick :

$$\frac{\partial w}{\partial t} = D_s \frac{\partial}{\partial r} \left( r^2 \frac{\partial w'}{\partial r} \right) \quad (\text{IV.22})$$

### b) Modélisation « réaction de surface »

Plusieurs modèles peuvent être utilisés pour analyser les cinétiques de sorption, l'un des plus utilisés est l'équation du pseudo-premier ordre (Lagergen, 1989), (Aksu, 2001).

$$\frac{dw}{dt} = K_1(w_\infty - w) \quad (\text{IV.23})$$

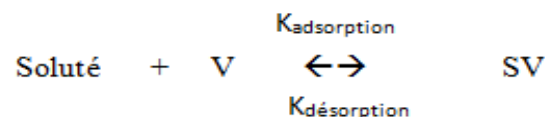
$$w(t) = w_\infty(1 - e^{-K_1 t}) \quad (\text{IV.24})$$

Une autre équation souvent utilisée est l'équation du pseudo-second ordre (Ho & Mackay, 1999) (Yakup & al, 2001) :

$$\frac{dw}{dt} = K_2(w_\infty - w)^2 \quad (\text{IV.25})$$

$$w(t) = \frac{K_2 w_\infty^2 t}{1 + K_2 w_\infty t} \quad (\text{IV.26})$$

Azizian (Azizian, 2004) a proposé la réaction de sorption ci-dessous pour décrire l'adsorption d'une substance S:



où V représente le site vacant.

C'est une réaction réversible, le premier sens est la réaction d'adsorption et le second, celle de désorption :

$$\frac{\partial w}{\partial t} = K_{ad}C(w_m - w) - K_{des}w \quad (IV.27)$$

Cette équation est appelé « cinétique de Langmuir » (Chatterjee & Schiewer, 2014).

#### IV.2.5. Modèles de l'adsorption en lit fixe

L'adsorption en lit fixe est généralement décrite par une courbe dite « courbe de Percée ». Plusieurs solutions de la courbe de Percée existent, la plupart étant complexes, certains chercheurs ont proposé des solutions analytiques dans le cas d'une faible résistance au transfert de matière, autrement pour les cas où c'est la réaction de sorption qui est l'étape limitante.

##### a) Modèle de Thomas

Pour aboutir à ce modèle, Thomas et ses collaborateurs (Thomas, 1944) ont supposé qu'il n'y avait pas de dispersion axiale ce qui simplifie l'équation de bilan de matière. Afin de trouver une solution théorique de la courbe de Percée, ils ont résolu simultanément les équations, de bilan de matière simplifiée, d'équilibre d'adsorption « isotherme de Langmuir » et la cinétique d'adsorption réversible de second ordre « cinétique de Langmuir ».

$$C(t) = \frac{C_0}{1 + e^{\frac{K_{Th}w_c M}{Q} - K_{Th}C_0 t}} \quad (IV.28)$$

Avec :

- $K_{Th}$  : est la constante de Thomas (mL/min.mg)
- $w_c$  : capacité d'adsorption prédite (mg/g)
- $M$  : masse d'adsorbant (g)
- $Q$  : débit d'écoulement de la solution (mL/min)
- $C_0$  : concentration initiale dans la solution (mg/L)
- $C$  : concentration de l'effluent (mg/L)

**b) Modèle de Yoon – Nelson** (Yoon & Nelson, 1984)

Ce modèle est relativement simple par rapport aux autres modèles existants car son application ne nécessite pas la connaissance de toutes les propriétés physiques du système. Il peut être exprimé comme suit :

$$\frac{C}{C_0} = \frac{1}{1 + e^{-K_{YN}(\tau-t)}} \quad (\text{IV.29})$$

Avec :

- $K_{YN}$  : est la constante de Yoon-Nelson ( $\text{min}^{-1}$ )
- $\tau$  : est le temps nécessaire pour que 50% du soluté soit adsorbé (min)

**c) Modèle d'Adams – Bohart** (Loderio& al, 2006)

Ce modèle est basé sur l'hypothèse que la vitesse d'adsorption est proportionnelle à la quantité de soluté se trouvant dans le fluide et la capacité d'adsorption résiduelle de l'adsorbant.

$$\frac{C(t)}{C_0} = e^{K_{AB}C_0t - K_{AB}N_0\frac{H}{U_0}} \quad (\text{IV.30})$$

Avec :

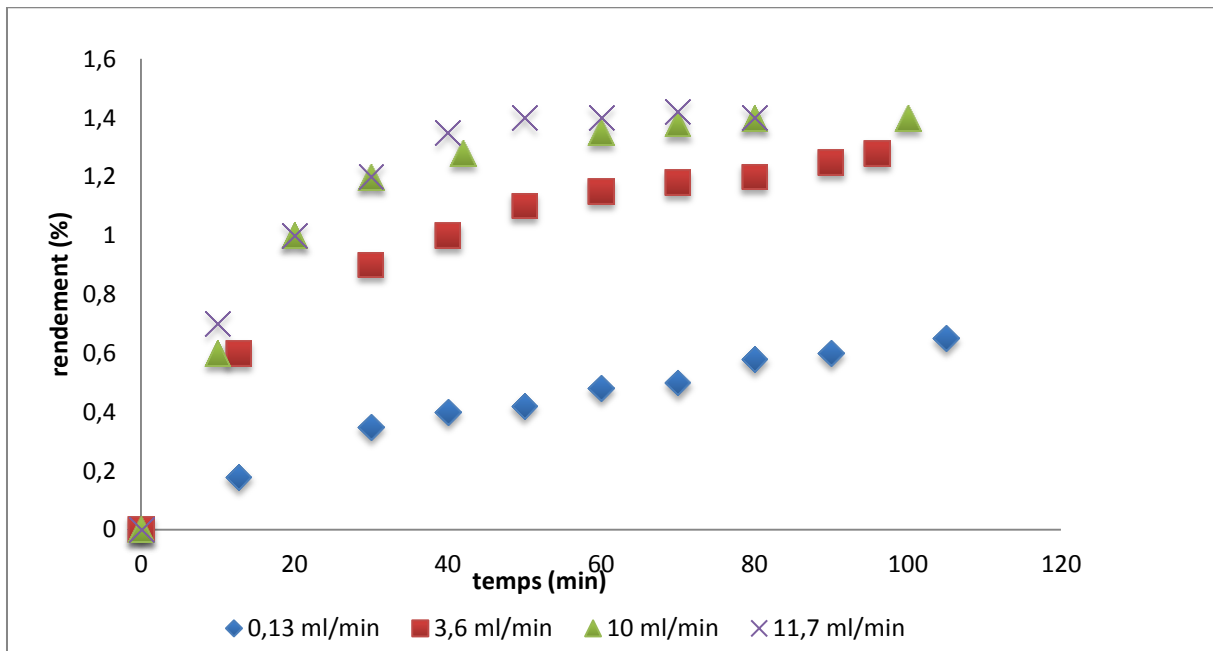
- $K_{AB}$  : Constante d'Adams-Bohart ( $\text{l/min.mg}$ )
- $H$  : Hauteur du lit (cm)
- $N_0$  : Capacité d'adsorption d'ion maximale par unité de volume d'adsorbant ( $\text{mg/L}$ )
- $U_0$  : Vitesse linéaire de la solution traversant le lit ( $\text{cm/min}$ )

### IV.3. Modèle avec résistance au transfert de matière en phase vapeur

#### IV.3.1. Influence du débit de vapeur sur l'extraction

Jusqu'à présent, la majorité des modèles existants ont été développés sur la base que la résistance au transfert de matière n'est localisée que dans le solide, et qu'un équilibre entre phase solide et liquide se produit à l'interface des deux phases (Benyoussef & al, 2002), (Milojević & al, 2008) et (Sovová & Aleksovski, 2006).

En analysant les travaux antérieurs, des études, comme celle de Milojevic (Milojević & al, 2008), ont montré que la cinétique d'extraction variait en fonction du débit de vapeur envoyée : plus le débit est élevé, plus le processus était rapide. Mais cette augmentation n'était pas indéfinie, la cinétique ne changeait plus à partir d'un certain seuil.



**Figure IV. 1** Cinétiques d'extraction de l'huile essentielle à partir du genévrier par hydrodistillation (Milojević & al, 2008)

Cette variation de la cinétique en fonction du débit pourrait témoigner de la présence d'une résistance au transfert de matière en phase fluide, une résistance qui diminuerait avec augmentation du débit jusqu'à s'annuler. De ce constat, nous avons proposé un modèle qui tient compte de la résistance au transfert de matière après évaporation de l'huile.

### IV.3.2. Développement du modèle

Le développement est basé sur le mécanisme de diffusion dans un solide avec transfert de matière après évaporation à la surface, décrit par les équations (IV.9), (IV.12) et (IV.15) qu'on écrira sous la forme suivante :

$$\frac{q(t)}{q_{\infty}} = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} T_n e^{-K_n t} \quad (\text{IV.31})$$

Où  $T_n$  et  $K_n$  varient selon la géométrie considérée.

Les tables données par Crank (Annexe 1) ont permis la détermination des six premiers termes de la série numérique uniquement, pour les trois géométries (plaque, sphère et cylindre).

#### ❖ Plaque plane

Dans le cas où la matrice végétale est constituée de feuilles, celles-ci peuvent être assimilées à des plaques planes.

L'équation du rendement dans le cas d'une plaque plane est donnée par l'équation (IV.9) :

En posant :

$$T_n = \frac{2L^2}{\beta_n^2(\beta_n^2 + L^2 + L)} \quad (\text{IV.32})$$

$$F_n = \beta_n^2 \quad (\text{IV.33})$$

On obtient :

$$\frac{q(t)}{q_{\infty}} = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} T_n e^{-F_n D t / l^2} \quad (\text{IV.34})$$

Les valeurs de chaque terme ont été déterminées pour différentes valeur de L



**Tableau IV. 1** Valeurs numériques des facteurs pré-exponentiels des six premiers termes de la série pour une plaque plane

L	T1	T2	T3	T4	T5	T6
0	-	0	0	0	0	0
0,01	1,001	2,0433E-06	1,282E-07	2,533E-08	8,018E-09	3,284E-09
0,1	0,999	0,000195	1,267E-05	2,520E-06	7,995E-07	3,278E-07
0,2	0,999	0,000742	5,001E-05	1,002E-05	3,187E-06	1,309E-06
0,5	0,996	0,00398	0,000300	6,146E-05	1,971E-05	8,122E-06
1	0,986	0,0124	0,00111	0,000237	7,725E-05	3,207E-05
2	0,963	0,0313	0,00375	0,000874	0,000294	0,000124
5	0,913	0,0664	0,01347	0,00400	0,00151	0,000681
10	0,874	0,0839	0,02359	0,00898	0,00402	0,00202
100	0,819	0,0908	0,03255	0,0165	0,00991	0,00657

**Tableau IV.2** Valeurs numériques des facteurs dans l'exponentiel des six premiers termes de la série pour une plaque plane

L	F1	F2	F3	F4	F5	F6
0	-	-	-	-	-	-
0,01	99,600	98885,092	394987,110	888457,056	1579345,158	2467601,140
0,1	9,678	1006,856	3967,866	8902,677	15811,302	24693,922
0,2	4,683	256,624	996,917	2230,626	3957,857	6178,510
0,5	1,707	43,357	161,880	359,292	635,645	990,953
1	0,740	11,735	41,439	90,808	159,904	248,734
2	0,290	3,319	10,819	23,182	40,464	62,676
5	0,069	0,651	1,910	3,915	6,693	10,254
10	0,020	0,185	0,522	1,040	1,746	2,644
100	0,000	0,002	0,006	0,012	0,020	0,029

**Remarque :** Ces résultats montrent qu'il n'est pas nécessaire de poursuivre le calcul au-delà du sixième terme puisque tous les termes tendent vers zéro. Ainsi, les six premiers termes peuvent être pris comme première approximation de la série globale.

Nous avons calculé les rapports  $\frac{T_n}{T_1}$  et  $\frac{F_n}{F_1}$  pour estimer l'écart existant entre le premier et les cinq autres termes afin de voir la possibilité de les négliger devant celui-ci.

**Tableau IV.3** Les valeurs de  $T_n/T_1$  pour différentes valeurs de L dans le cas d'une plaque plane

L	T2/T1 (%)	T3/T1 (%)	T4/T1 (%)	T5/T1 (%)	T6/T1 (%)
0	-	-	-	-	-
0,01	0,000204	0,0000128	0,00000253	0,00000080	0,0000003
0,1	0,0195	0,00127	0,000252	0,0000800	0,0000328
0,2	0,0742	0,00500	0,00100	0,000319	0,000131
0,5	0,400	0,0301	0,00617	0,00198	0,000816
1	1,26	0,113	0,0241	0,00783	0,00325
2	3,24	0,389	0,0907	0,0306	0,0129
5	7,27	1,48	0,438	0,166	0,0746
10	9,60	2,70	1,03	0,460	0,231
100	11,1	3,98	2,02	1,21	0,803

On peut remarquer que plus on avance dans la série, plus les termes deviennent petits voir négligeables devant le premier, notamment pour les valeurs de  $L \leq 1$ . Dans cet intervalle,  $T_n \leq 0,002T_1$ . Au-delà de cet intervalle, la contribution des deux premiers termes est légèrement plus élevée mais reste faible puisqu'elle ne dépasse pas 12 %,  $T_n \leq 0,111T_1$ . Mais en général, les termes postérieurs au premier sont négligeables devant ce dernier et ne représentent en moyenne pas plus de 4%.

Ainsi, nous pouvons considérer que quel que soit t, la série peut être réduite à son premier terme.

Pour appuyer encore plus cette idée d'approximer l'équation à son premier terme, nous avons déterminé le rapport  $\frac{F_n}{F_1}$ , et nous avons obtenu les résultats suivants :

**Tableau IV.4** Les valeurs de  $F_n/F_1$  pour différentes valeurs de L dans le cas d'une plaque plane

L	F2/F1	F3/F1	F4/F1	F5/F1	F6/F1
0	-	-	-	-	-
0,01	992,818	3965,718	8920,216	15856,815	24775,012
0,1	104,032	409,975	919,858	1633,682	2551,468
0,2	54,800	212,885	476,335	845,173	1319,378
0,5	25,396	94,822	210,456	372,331	580,454
1	15,855	55,990	122,694	216,052	336,074
2	11,447	37,314	79,959	139,566	216,177
5	9,426	27,660	56,700	96,937	148,512
10	9,080	25,588	50,959	85,522	129,481
100	9,001	25,003	49,006	81,015	121,030

Le rapport  $\frac{F_n}{F_1}$  augmente considérablement au fur et à mesure que n augmente. Sachant que  $F_n$  est précédé d'un signe (-) dans l'exponentielle, cela signifie que les termes exponentiels deviennent de plus en plus petits et tendent vers zéro.

Ainsi, en plus des facteurs pré-exponentiels  $T_n$  qui se sont avérés être négligeables devant le premier terme, les parties exponentielles le sont également,  $F_n$  est au moins neuf fois plus élevé que  $F_1$  dans le cas d'une plaque plane. Ceci implique que la série est pratiquement égale à son premier terme.

Nous pouvons donc conclure de tous ces résultats, que le rendement qui était donné par une série infinie peut être assimilé à son premier terme uniquement et être simplifié sous la forme suivante :

$$\frac{q(t)}{q_\infty} = 1 - be^{-kt} \quad (\text{IV.35})$$

Où b est le facteur pré-exponentiel du premier terme de la série et est fonction de plusieurs paramètres dont le coefficient de transfert de matière en phase fluide et k est fonction des coefficients de diffusion et de transfert de matière.

En divisant par la masse de la matière végétale, on obtient l'expression du rendement en huile essentielle :

$$\frac{y(t)}{y_\infty} = 1 - be^{-kt} \quad (\text{IV.36})$$

Nous avons traité le cas d'une sphère et d'un cylindre et les résultats obtenus sont :

#### ❖ Cylindre

Le rendement est donné par l'équation (IV.12). En posant :

$$T_n = \frac{4L^2}{\beta_n^2(\beta_n^2 + L^2)} \quad (\text{IV.37})$$

Et en remplaçant (IV.37) et (IV.33) dans (IV.12) on obtient l'expression suivante :

$$\frac{q(t)}{q_\infty} = 1 - \sum_{n=0}^{\infty} T_n e^{-F_n Dt/a^2} \quad (\text{IV.38})$$

#### ❖ Sphère

En remplaçant l'équation (IV.33) et (IV.39) dans celle du rendement (IV.15) on obtient une équation identique à (IV.38) mais pour une sphère.

$$T_n = \frac{6L^2}{\beta_n^2[\beta_n^2 + L(L-1)]} \quad (\text{IV.39})$$

Les résultats pour les deux cas, cylindre et sphère sont regroupés dans les tableaux (Annexe 2).

Pour les trois géométries,  $T_n$  ne représente pas plus de 4% de  $T_1$  pour la majorité des valeurs de  $L$  et dans tous les cas  $F_n$  est au moins quatre fois supérieur à  $F_1$ . Ainsi, quel que soit la géométrie considérée, la série peut être assimilée à son premier terme et le rendement d'extraction en cas de présence d'une résistance au transfert de matière dans le fluide peut être décrit par l'équation (IV.40) :

$$y(t) = y_\infty(1 - be^{-kt}) \quad (\text{IV.40})$$

Où la contribution du transfert de matière en phase fluide est représentée par le coefficient  $b$ .

**Remarque :** Ce modèle est semblable à celui développé par (Milojević & al, 2008), sauf que ce dernier est parti d'une autre approche pour le développer et les paramètres obtenues ont des significations différentes.

### IV.3.3. Validation du modèle

Pour la validation du modèle, nous l'avons appliqué pour l'hydrodistillation du genévrier (Milojević & al, 2008) et la vapodiffusion de lavande (Farhat & al, 2009).

#### ❖ Le genévrier

Milojević et ses collaborateurs (Milojević & al, 2008) ont étudié l'extraction de l'huile du genévrier possédant une humidité de 14% et contenant un total d'1,43 g/100 g de matière végétale d'huile essentielle. Deux types d'expériences ont été faites, la première pour un ratio genévrier – eau de 1:3 et la seconde pour 1:10 w/w. Dans le premier cas, l'hydrodistillation a été conduite pour différents débits de vapeur : 0,13 – 3,6 – 10 et 11,7 ml/min.

La simulation des cinétiques d'extraction obtenues pour un ratio de 1:3 a été effectuée par le modèle développé dans le paragraphe précédent que nous noterons « modèle 2 » et celui du pseudo-premier ordre classique noté « modèle 1 ».

$$\text{Modèle 1 :} \quad y(t) = y_{\infty}(1 - e^{-kt}) \quad (\text{IV.41})$$

$$\text{Modèle 2 :} \quad y(t) = y_{\infty}(1 - be^{-kt}) \quad (\text{IV.40})$$

L'évolution du rendement en fonction du temps simulée par les deux modèles précédents est donnée par les courbes suivantes :

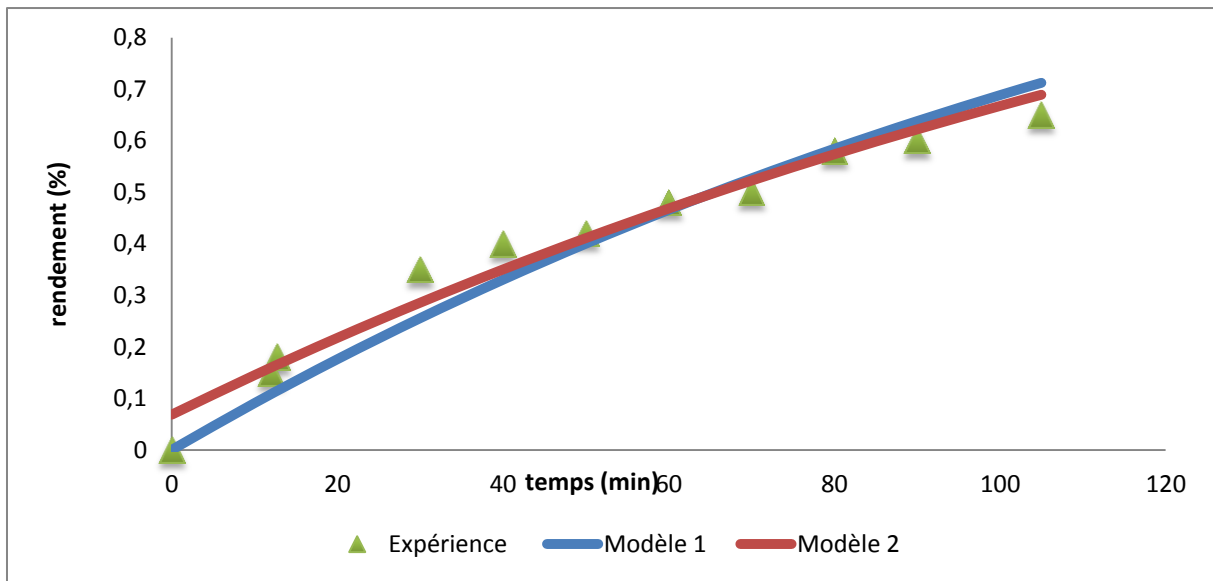


Figure IV. 2 Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 0,13 ml/min

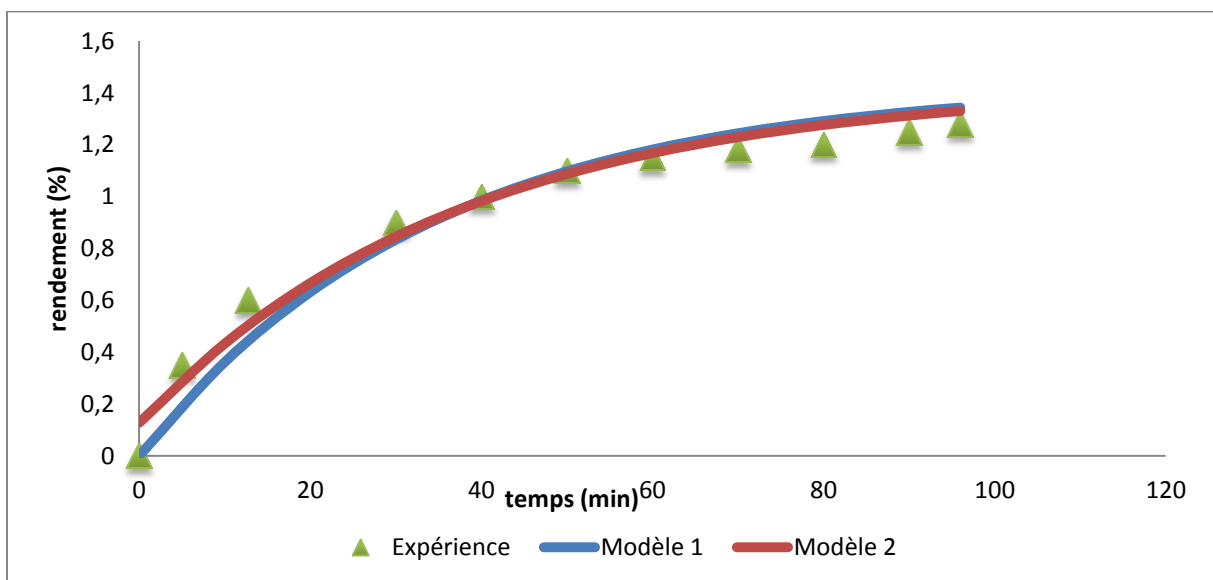
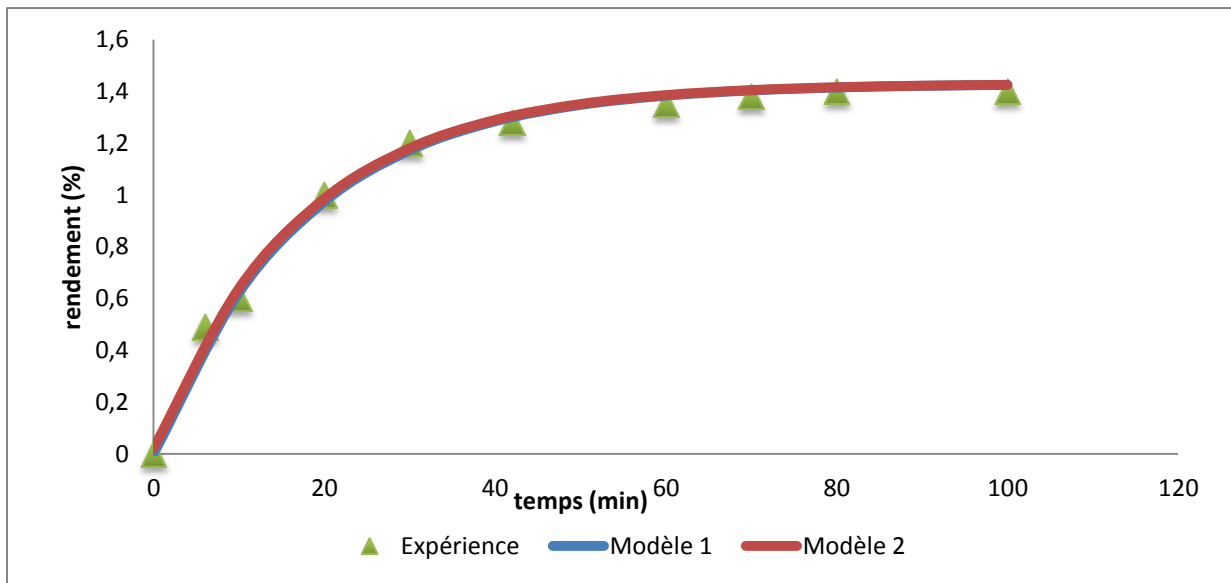
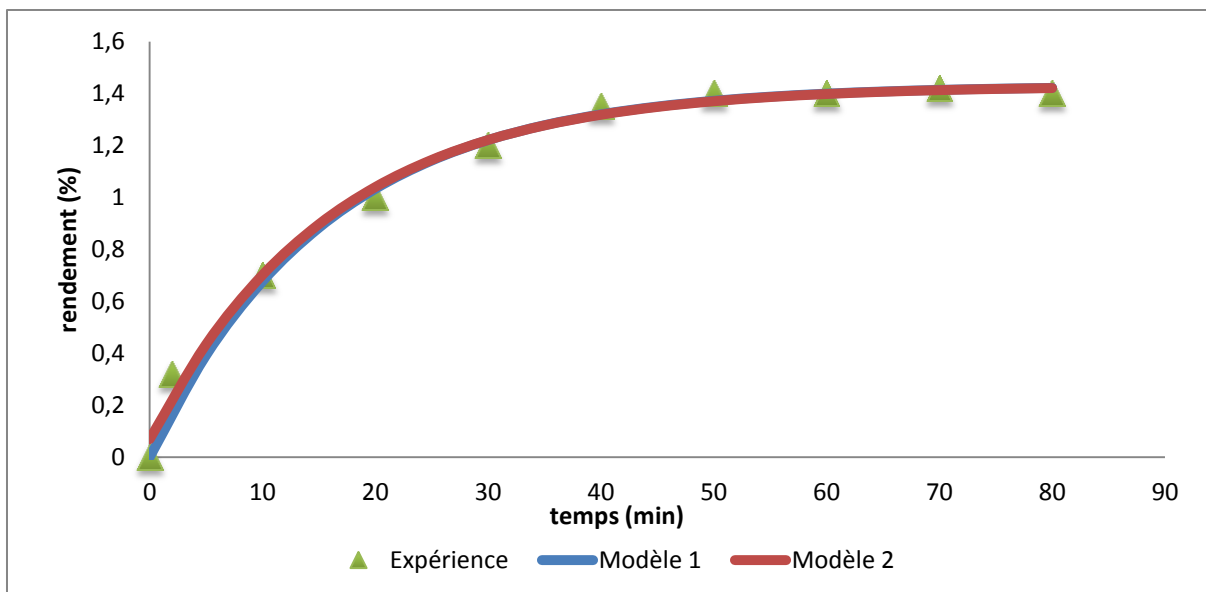


Figure IV. 3 Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 3,6 ml/min



**Figure IV. 4** Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 10 ml/min



**Figure IV. 5** Cinétique d'extraction de l'huile de genévrier simulée par les deux modèles pour un débit de 11,7 ml/min

Tableau IV.5 Paramètres des modèles 1 et 2 obtenus après simulation

Débit(ml/min)	Modèle 1			Modèle 2			
	$y(t) = y_{\infty}(1 - e^{-kt})$			$y(t) = y_{\infty}(1 - be^{-kt})$			
	<b>k</b>	<b>y<sub>∞</sub></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>b</b>	<b>k</b>	<b>y<sub>∞</sub></b>	<b>R<sup>2</sup></b>
0,13	0,006564	1,43	0,8527	0,9522	0,005795	1,43	0,9661
3,6	0,02911	1,43	0,8572	0,9109	0,02667	1,43	0,9728
10	0,05706	1,43	0,9968	0,9848	0,05769	1,43	0,9957
11,7	0,06403	1,43	0,9977	0,9516	0,06244	1,43	0,9926

Pour les débits les plus faibles, c'est-à-dire 0,13 et 3,6 ml/min, le modèle considérant une résistance au transfert de matière en phase vapeur (modèle 2) montre de meilleurs résultats qu'un modèle la négligeant (modèle 1), preuve qu'une résistance serait localisée au niveau de la vapeur et qui ne devrait pas être négligée. Cependant, ce n'est pas ce qui est observé pour les deux derniers débits, les deux modèles simulent bien les cinétiques d'extraction. Le modèle 2 semble converger vers le premier, qui a été établi sur la base d'une absence de résistance au transfert de matière en-dehors du solide.

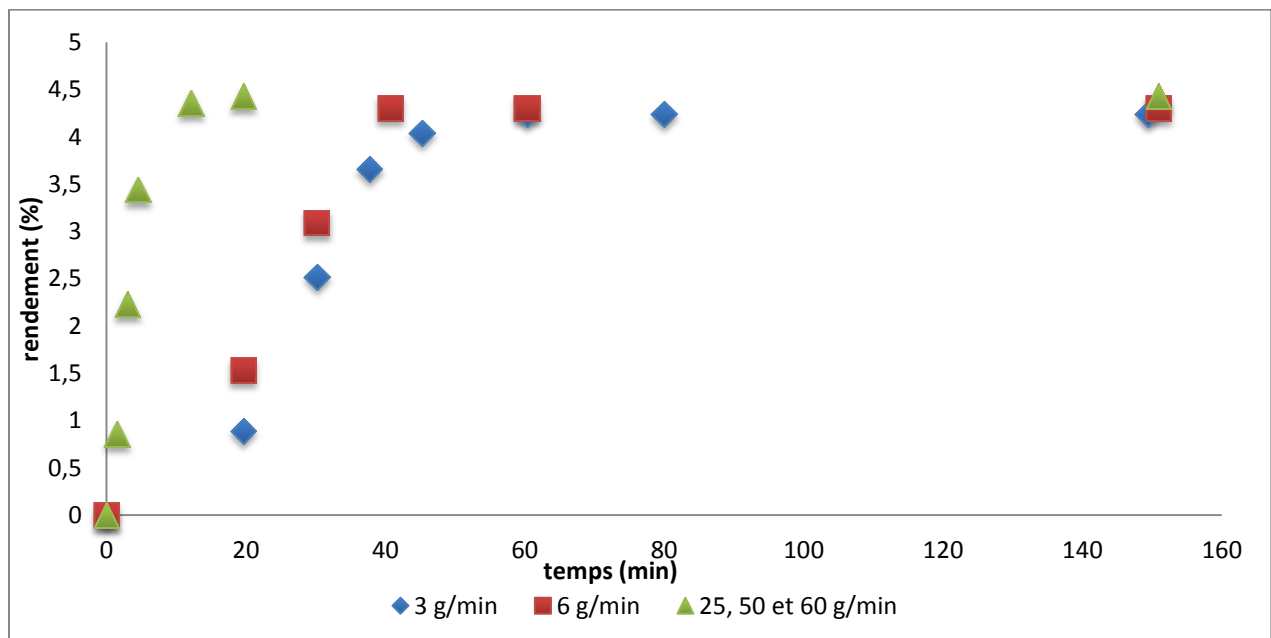
De ces simulations, nous pouvons déduire qu'il y aurait bien une résistance au transfert de matière en phase fluide qui influencerait sur les procédés d'extractions mais qui diminuerait plus le débit est élevé. Ceci pourrait être expliqué par la formation d'un film vapeur à l'interface solide – vapeur entourant la particule, au niveau duquel une autre résistance au transfert de matière serait localisée constituant un frein à la diffusion du soluté vers le courant de vapeur. Lorsque le débit augmente, le régime devient de plus en plus turbulent entraînant ainsi la réduction voir la disparition de ce film, ainsi, plus aucune résistance n'existe et le transfert de matière est en mesure de déplacer tout le soluté. C'est pourquoi plus aucune évolution dans la vitesse d'extraction n'est observée au-delà d'un certain seuil de débit de vapeur et l'équation décrivant ce phénomène converge vers une expression développée pour les processus négligeant le transfert de matière confortant ainsi notre hypothèse selon laquelle une résistance au transfert de matière est bien présente dans le fluide, pourtant très peu rapportée dans la littérature.



### ❖ La lavande

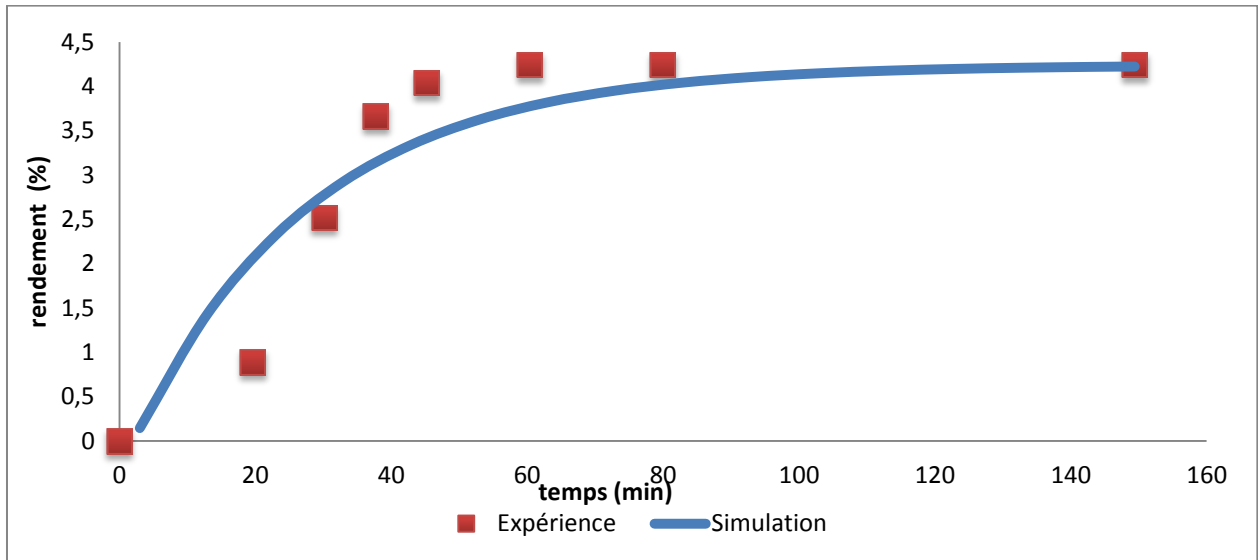
Farhat et ses collaborateurs (Farhat & al, 2009) ont publié les cinétiques d'extraction d'huile de lavande à partir de 30 g de matière végétale sèche. Deux types de procédés ont été utilisés, le premier, est l'hydrodiffusion classique, il a été effectué à plusieurs débits et le second, procédé innovant, est la vapodiffusion assistée par microondes, effectuée pour diverses puissances de chauffage du four à microondes.

Nous nous intéresserons dans cette partie qu'au procédé classique puisqu'il a été fait à plusieurs débits.

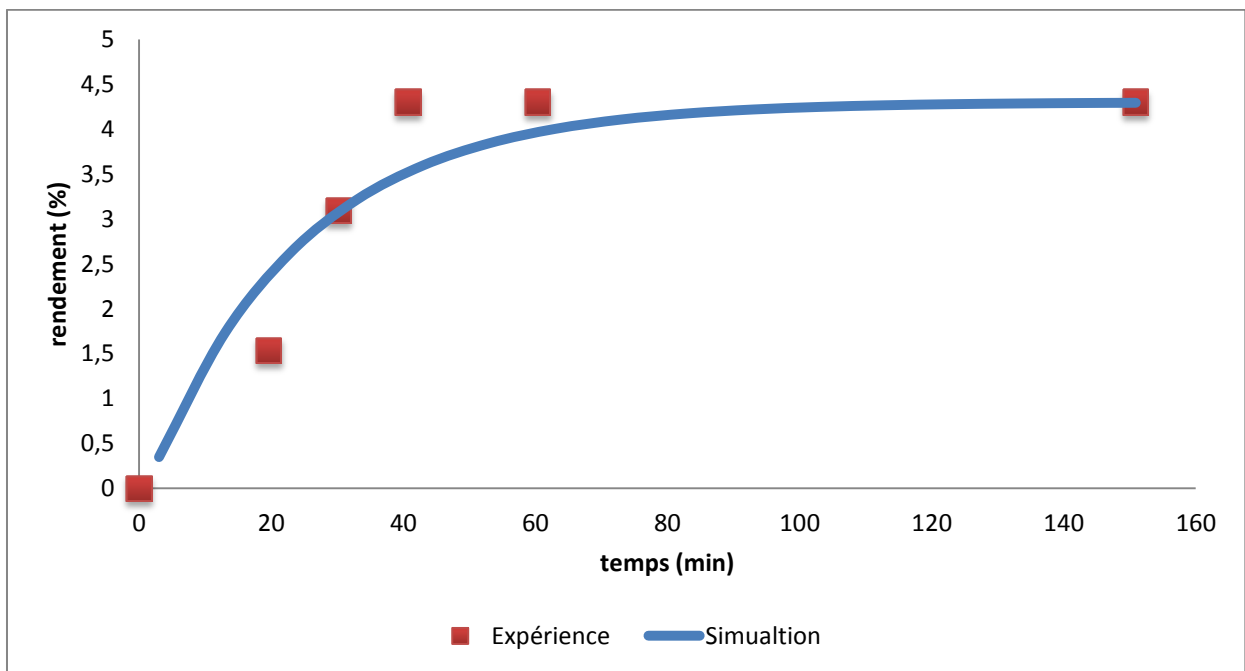


**Figure IV. 6** Cinétiques d'extraction de l'huile de lavande à différents débits

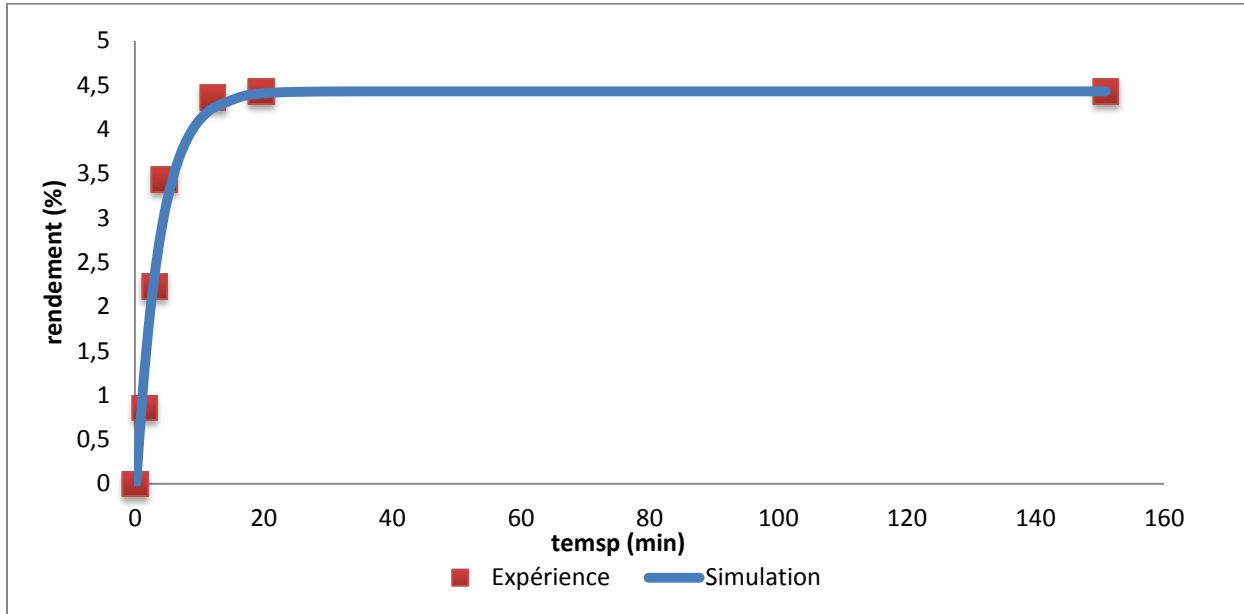
Ces cinétiques ont été simulées par le modèle 2.



**Figure IV. 7** Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée pour un débit de 3g/min



**Figure IV. 8** Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée pour un débit de 6g/min



**Figure IV. 9** Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée pour des débits de 25, 50 et 60 g/min

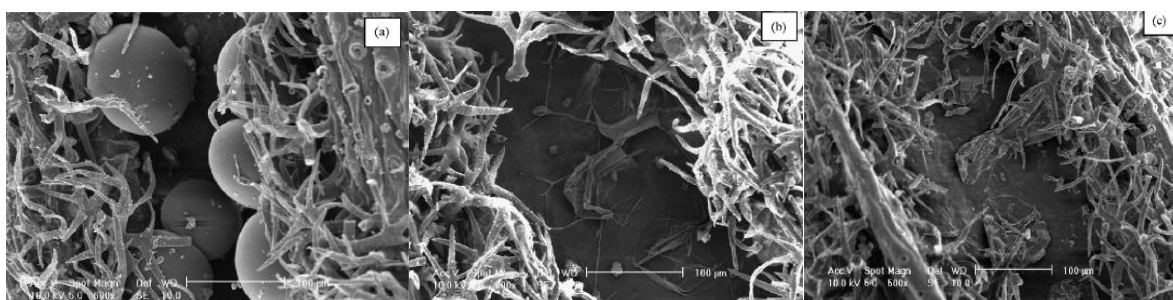
**Tableau IV. 6** Paramètres du modèle 2 obtenus après simulation de l'extraction de l'huile de lavande

Débit (g/min)	<b>b</b>	<b>k</b>	$y_{\infty}$	$R^2$
3	1,082	0,03793	4,24	0,8749
6	1,046	0,04311	4,3	0,91
25, 60 et 80	1,051	0,2659	4,43	0,9776

Le modèle semble simuler correctement les courbes. Cependant le coefficient  $b$  est pratiquement égal à 1 dans les trois cas. Ceci laisse supposer que la résistance au transfert de matière en phase fluide serait négligeable, pourtant la variation de la cinétique en fonction du débit prouverait le contraire. D'autre part, les débits utilisés lors des extractions sont élevés, par conséquent, nous pouvons dire qu'il existe une résistance au transfert de matière en phase fluide, d'où la variation des cinétiques jusqu'à 25 g/min, débit à partir duquel plus aucun changement n'est noté, mais que cette résistance serait faible au vu des débits élevés ce qui est d'ailleurs traduit par les valeurs de  $b$  pratiquement égales à 1.

#### IV.4. Modèle basé sur un phénomène de surface

Les courbes obtenues par Farhat et al (Farhat & al, 2009) lors de l'extraction par vapodiffusion assistée par microondes montrent des allures différentes de celles d'une cinétique d'ordre 1, mais plutôt proche de celle d'une sigmoïde. Cette allure fait penser aux cinétiques d'adsorption à travers un lit fixe, décrites par les courbes de Percée. A partir de ce constat, nous nous sommes posé la question suivante : « *Les phénomènes d'extraction par vapodiffusion assistée par microondes ne peuvent-ils pas être assimilés à des processus non pas d'adsorption mais de désorption en lit fixe ?* » Puisqu'on suppose qu'après un chauffage par microondes, la majorité des cellules aurait éclaté (Figure IV.2) et que l'huile qu'elles emprisonnaient serait libérée et se déposerait à la surface des particules sans avoir à traverser les parois cellulaires. Ainsi n'est-il pas approprié de décrire les procédés assistés par microondes par des phénomènes de surface au lieu de diffusion ? Et que la vapeur envoyée provoquerait en réalité la désorption de l'huile qui se situe à la surface.



**Figure IV. 10** Micrographies des cellules sécrétrices de lavande a) avant traitement, b) après extraction par vapordiffusion et c) assistée par microondes (Farhat & al, 2009)

Ainsi, pour décrire le procédé d'extraction par vapordiffusion, ce dernier a été assimilé à un procédé de séparation par adsorption sur lit fixe percolé par un fluide, sauf que dans notre cas, ce n'est pas une adsorption qui se produirait mais le processus inverse, une désorption de l'huile du solide vers le solvant (la vapeur dans notre cas). L'étape limitante ne serait pas la diffusion du soluté mais une réaction de surface qui est une réaction de sorption décrivant la libération de l'huile et les cinétiques d'extractions obtenues seront assimilées aux courbes de Percée.

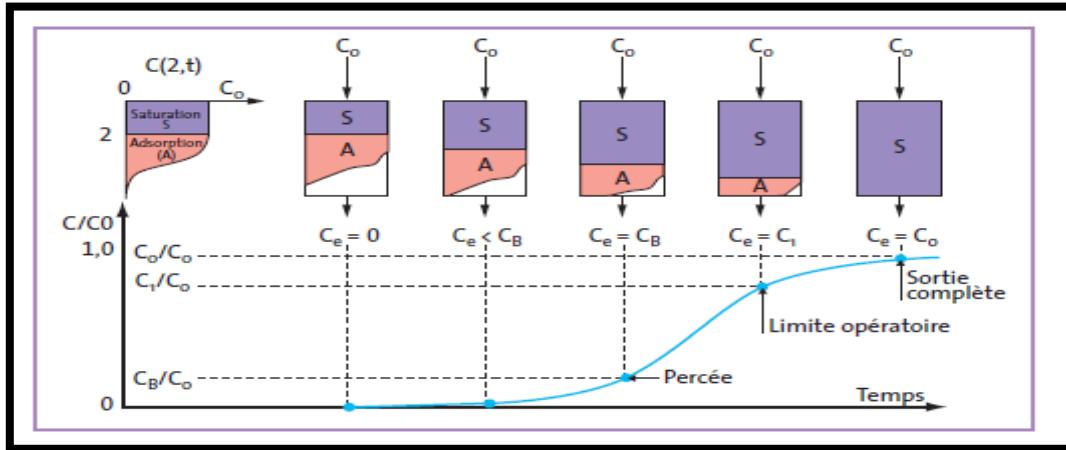


Figure IV.11 Courbe de Percée

S’inspirant du modèle de Thomas (IV.28) proposé pour l’adsorption en lit fixe, nous proposons l’équation (IV.42) pour décrire les cinétiques d’extraction dans le cas de la vapidiffusion assistée par microondes en supposant qu’il s’agisse d’une désorption sur lit fixe.

$$y(t) = \frac{Y_{\infty}}{1 + e^{(c(d-t))}} \tag{IV.42}$$

où y représente le rendement en huile essentielle.

Pour valider ce modèle, les cinétiques d’extractions de l’huile de la lavande par vapidiffusion assistée par microondes ont été simulées pour les différentes puissances.

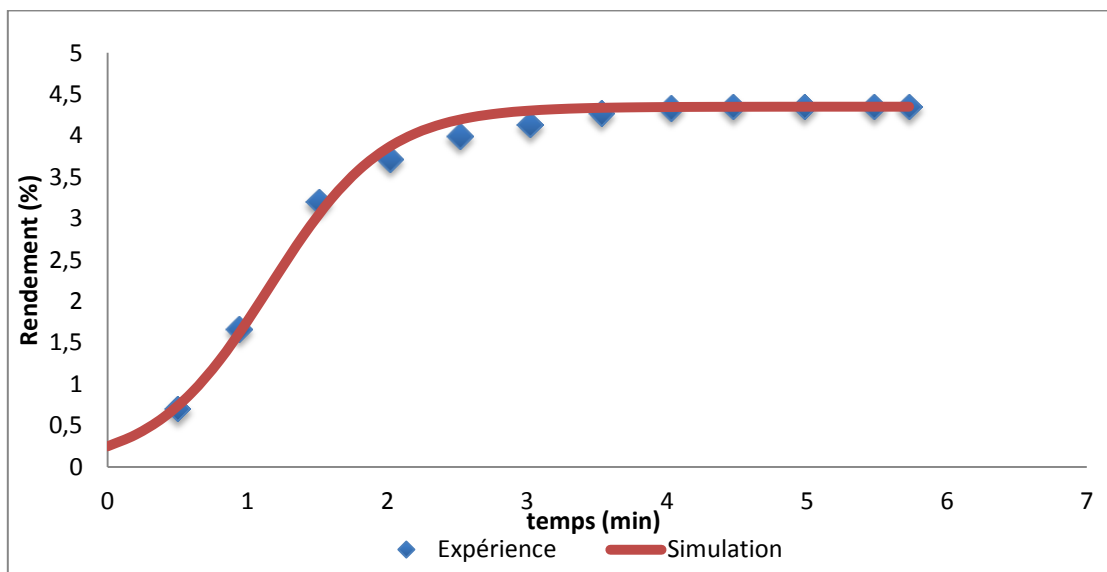
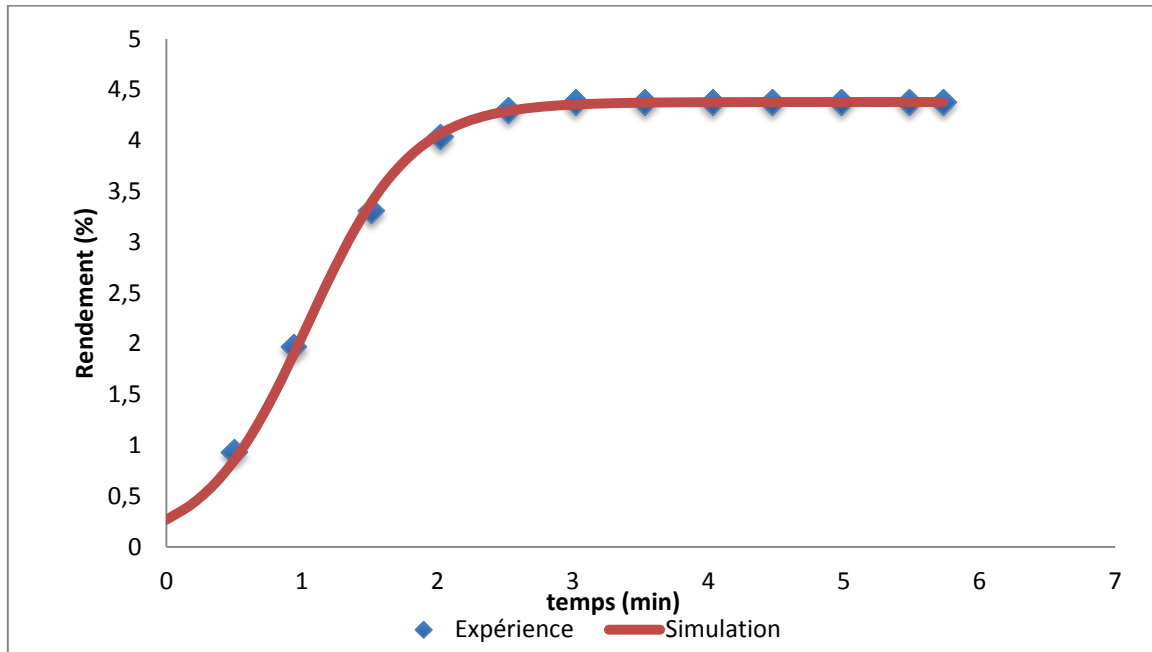
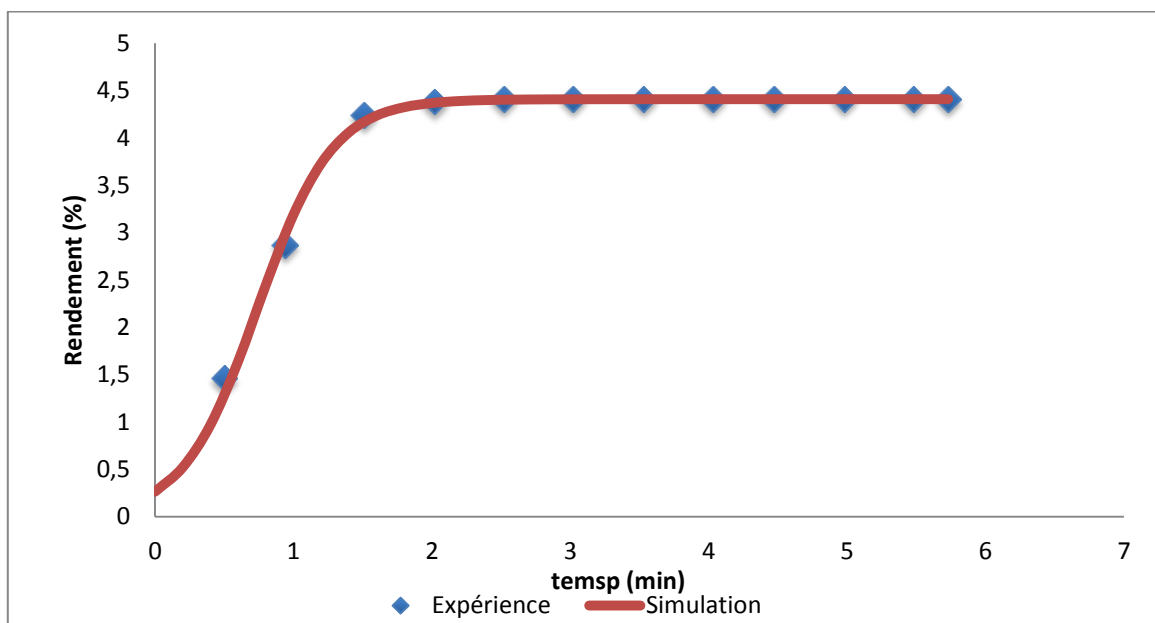


Figure IV. 12 Cinétique d’extraction de l’huile de lavande simulée par le modèle de désorption pour P=50 W



**Figure IV. 13** Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée par le modèle de désorption pour  $P = 100$  W



**Figure IV. 14** Cinétique d'extraction de l'huile de lavande simulée par le modèle de désorption pour  $P = 200, 300$  et  $400$  W

**Tableau IV.7** Paramètres du modèle de désorption après simulation

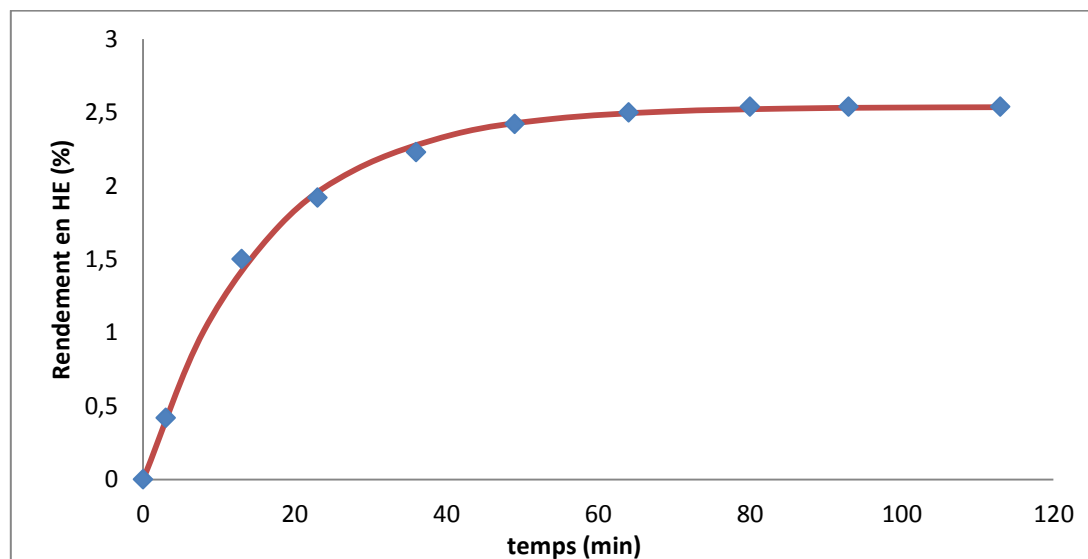
Puissance (W)	c	d	$Y_{\infty}$	$R^2$
50	2,424	1,159	4,35	0,9926
100	2,622	1,042	4,38	0,9964
200, 300 et 400	3,697	0,7423	4,41	0,995

De ces résultats, nous pouvons constater que le modèle basé sur la désorption simule bien la cinétique d'extraction signifiant ainsi que la désorption pourrait être le phénomène gouvernant le processus d'extraction dans le cas de la vapodiffusion assistée par microondes ainsi que pour tout autre procédé d'extraction sur lit fixe assisté par microondes.

#### ❖ Simulation d'un procédé en batch

Les procédés d'extraction en batch, comme l'hydrodistillation assistée par microondes, pourraient être décrits par des cinétiques du pseudo-premier ordre (IV.24) proposées dans le cas de l'adsorption en batch.

Nous avons utilisé une telle équation sur la cinétique d'extraction obtenue par Golmakani et Rezaei (Golmakani & Rezaei, 2008). Ces chercheurs ont étudié l'extraction par hydrodistillation par microondes de 60 g de thym séché à température ambiante (30°C – 40°C) et ayant une humidité de 7,3 % dans un volume de 1200 ml d'eau. La quantité d'huile essentielle (masse) obtenue a été rapportée à 100 g de matière végétale.



**Figure IV. 15** Simulation de la cinétique d'extraction de l'huile de thym par un modèle du pseudo-premier ordre

**Tableau IV. 8** Paramètres du modèle du premier ordre

$k$	$y_{\infty}$	$R^2$
0.03521	2.538	0.9844

Si les extractions par microonde étaient gouvernées par la diffusion comme souvent rapporté jusqu'à présent, comment expliquer la différence des allures des courbes obtenues pour les différents procédés, continus et discontinus (vapodiffusion et l'hydrodistillation) ? Le premier se rapprochait d'une sigmoïde alors que le second d'une cinétique du pseudo-premier ordre. S'il s'agissait de la diffusion pure, les allures devraient être les mêmes. En revanche, ceci pourrait être expliqué en considérant qu'il s'agisse d'un phénomène de surface, en effet lors de l'adsorption / désorption, les courbes sont différentes pour les procédés en batch et continus. D'ailleurs l'application des modèles basés sur des phénomènes de surface sur les cinétiques d'extraction des deux procédés : vapodiffusion et l'hydrodistillation, a montré de bon résultats dans la simulation et ceci vient conforter notre hypothèse, à savoir, les procédés assistés par microondes seraient régis par un phénomène de surface dû à l'éclatement des cellules.



#### **IV.5. Conclusion**

Dans cette étude, nous avons proposé deux modèles : le premier étant général puisqu'il met en évidence la contribution de la résistance au transfert de matière dans la phase fluide, le plus souvent négligée alors qu'elle est bien présente dans le cas des débits faibles et le second, est un modèle spécifique aux extractions assistées par microondes. Ce dernier, a été élaboré en partant du principe que le chauffage par microonde causerait la destruction des cellules contenant l'huile, ce qui conduit à sa libération et son accumulation à la surface du solide. Par conséquent, l'extraction de l'huile ne se ferait pas par diffusion mais par désorption de celle-ci dans la vapeur envoyée. C'est partant de cette idée que nous avons modélisé l'extraction par vapordiffusion, en l'assimilant aux procédés de désorption sur lit fixe. Les autres procédés en batch comme l'hydrodistillation peuvent également être considérés régis par des phénomènes de désorption lorsqu'ils sont assistés par microondes, sauf qu'ils seraient décrits par des cinétiques de pseudo – premier ordre, non pas de diffusion mais de sorption.

Jusqu'à aujourd'hui le seul mécanisme qui était considéré était la diffusion à travers le solide et les équilibres entre phase. Avec cette étude nous avons exploité une nouvelle approche pour décrire les cinétiques d'extraction dans le cas des procédés intensifiés par l'utilisation des microondes comme source de chauffage.

**Chapitre V :**  
**Modélisation de la**  
**consommation**  
**énergétique**

## Symboles et notations

$E$	Energie totale consommée [kJ]
$E_{elec}$	Energie électrique consommée [kWh /kg d'huile essentielle extraite]
$E_{SDF}$	Energie totale consommée lors de la vapodiffusion classique des fleurs de Lavande [kJ]
$E_{MSDF}$	Energie totale consommée lors de la vapodiffusion assistée par microondes des fleurs de Lavande [kJ]
$E_f$	Energie consommée par le four à microondes [kJ]
$E_{g.v}$	Energie consommée par le générateur de vapeur [kJ]
$M_{MV}$	Masse de la matière végétale [g]
$MSDF$	Vapodiffusion assistée par microondes
$P$	Puissance globale consommée [W ou kW]
$P_f$	Puissance consommée par le four à microondes [kW]
$P_{g.v}$	Puissance consommée par le générateur de vapeur [kW]
$P_d$	Puissance délivrée par le four à microondes [kW]
$SDF$	Vapodiffusion
$b$	Paramètre du modèle considérant la résistance dans le fluide (équation V.1)
$c$	Paramètre du modèle de désorption (équation (V.2))
$d$	Paramètre du modèle de désorption (équation (V.2))
$k$	Constante cinétique du modèle de (équation V.1) [ $mn^{-1}$ ]
$k'$	Constante cinétique du modèle du pseudo-premier ordre (V.11)
$t$	Temps [mn]
$t_{\infty}$	Temps pour lequel le rendement maximal est atteint dans les procédés assistés par microondes [mn]
$t_{\infty MSDF}$	Temps de fin d'extraction pour la vapodiffusion assistée par microondes [mn]
$t_{\infty SDF}$	Temps de fin d'extraction pour la vapodiffusion [mn]
$y$	Rendement en huile essentielle extraite (masse d'huile essentielle / masse de matière végétale) [g/g]
$y_{\infty}$	Rendement maximale en huile essentielle extraite (masse d'huile essentielle / masse de matière végétale) [g/g]

Le développement durable et la préservation de l'énergie sont aujourd'hui des enjeux plus que majeurs pour les industries et particulièrement les industries chimiques souvent pointées du doigt lorsqu'il s'agit d'économie d'énergie. Il est vrai que les procédés classiques, mis en place il y a quelques décennies, notamment les procédés d'extraction des huiles essentielles, sont des procédés énergivores qui, pour la plupart, ne répondent plus aux exigences actuelles en terme d'économie d'énergie.

Pour réaliser des économies d'énergie et adapter les procédés d'extraction à ces changements, de nouveaux procédés, dits intensifiés, utilisant d'autres sources d'énergie (microondes, ultrasons) ont vu le jour et ont montré une grande efficacité. Il est également possible de diminuer la consommation énergétique des procédés classiques et ce en optimisant la quantité d'énergie nécessaire.

Dans ce chapitre nous nous proposons de modéliser la consommation énergétique de deux procédés, une hydrodistillation classique et une vapodiffusion assistée par microondes qui sera comparée au procédé classique analogue. Le but de cette étude est d'une part de voir les possibilités d'optimisation de la quantité d'énergie consommée dans les procédés classiques et d'autre part de mieux apprécier les avantages de l'intensification par l'utilisation des microondes dans l'économie d'énergie.

Ainsi, les modèles développés dans le chapitre précédent, à savoir celui tenant compte de la résistance au transfert de matière dans la vapeur et celui basé sur la désorption ont été utilisés pour rendre compte de la consommation d'énergie, respectivement dans le cas de l'hydrodistillation et la vapodiffusion assistées par microondes.

### V.1. Rappel sur les cinétiques d'extraction

Modéliser la consommation énergétique nécessite la modélisation du transfert de matière afin de simuler les cinétiques d'extraction. Dans le chapitre précédent, nous avons développé deux modèles de transfert de matière se basant sur deux nouvelles approches, l'une considérant l'existence d'une résistance au transfert de matière lors des procédés classiques, résistance souvent négligée, l'autre considérant l'extraction de l'huile essentielle lors des procédés assistés par microondes comme un phénomène de désorption. Ces deux nouveaux modèles nous ont permis de simuler les cinétiques d'extraction pour les baies de genévrier (Milojevic & al, 2008), et les fleurs de lavande (Farhat & al, 2009).

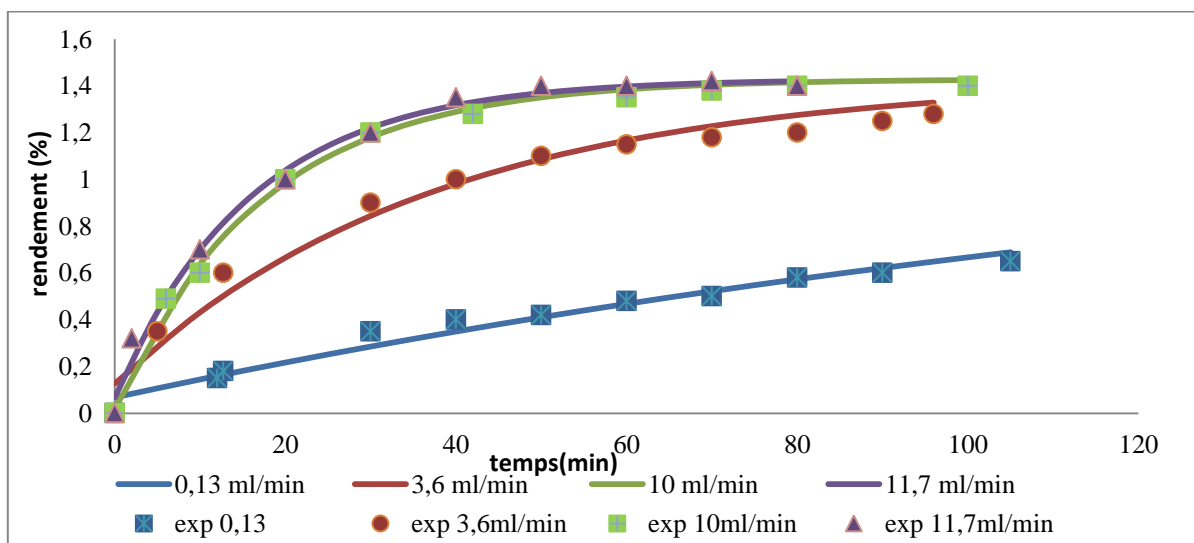
#### ❖ Genévrier

Rappelons que Milojevic a procédé à l'extraction des huiles essentielles du genévrier par hydrodistillation. Il a obtenu différentes cinétiques d'extraction pour plusieurs débits : 0,13, 3,6, 10 et 11,7 ml/min correspondant à des puissances de chauffe de 150, 340, 580 et 700 W.

Ces différentes cinétiques d'extraction ont été simulées par le modèle considérant la présence d'une résistance au transfert de matière dans la phase fluide. Nous rappelons que le modèle développé s'écrit selon l'équation (V.1) :

$$y(t) = y(1 - be^{-kt}) \quad (\text{V.1})$$

Le modèle ayant présenté une bonne simulation des points expérimentaux (Figure V.1), il sera utilisé pour la modélisation de la consommation énergétique lors de cette extraction.



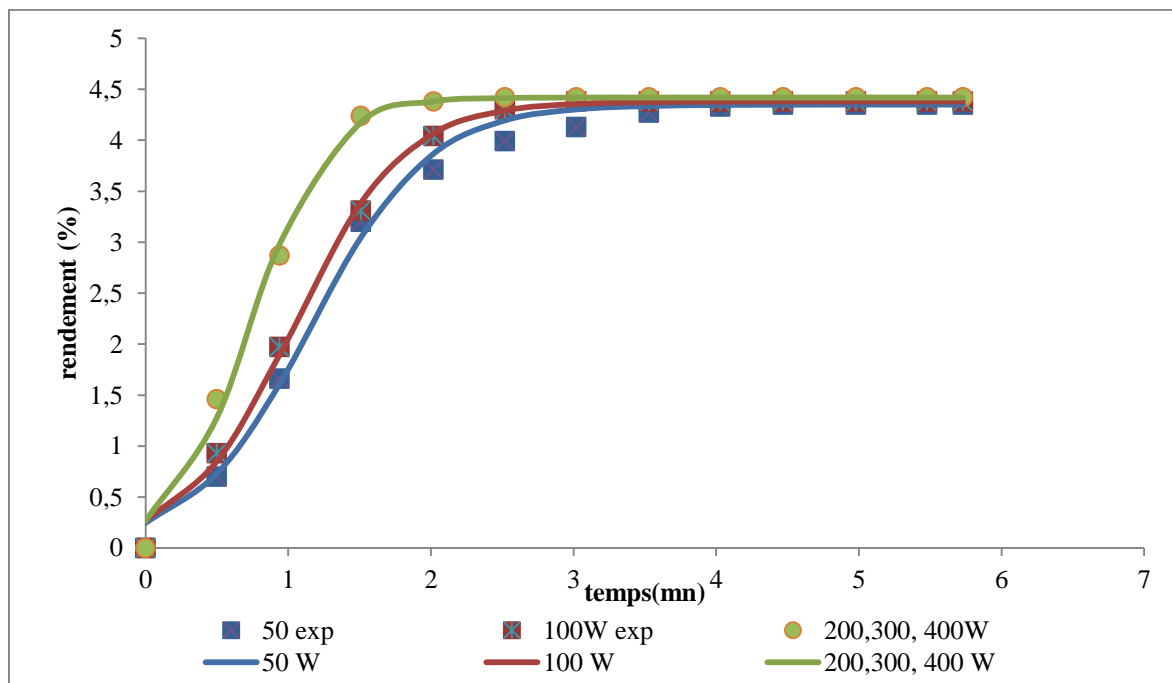
**Figure V. 1** Cinétiques d'extraction des baies de genévrier simulées par le modèle considérant la résistance au transfert de matière

### ❖ Lavande

Farhat et ses collaborateurs (Farhat & al, 2009) ont conduit la vapodiffusion des fleurs de lavande assistée par microondes pour différentes puissances à un même débit de vapeur de 25 g/mn pour trouver la puissance optimale. Les cinétiques obtenues ont été simulées par le modèle, proposé dans le chapitre précédent, considérant l'extraction gouvernée par un phénomène de désorption. Nous rappelons que le modèle était exprimé comme suit :

$$y(t) = \frac{y_{\infty}}{1 + e^{(c(d-t))}} \quad (\text{V.2})$$

Le modèle a donné de bons résultats de simulation et sera donc utilisé pour modéliser la consommation énergétique de ces expériences.



**Figure V. 2** Cinétiques d'extraction des fleurs de lavande par vapodiffusion assistée par microondes simulées par le modèle de désorption

## V.2. Modélisation de la consommation énergétique

Partant du fait que l'énergie consommée à tout instant lors d'un procédé est le produit de la puissance et le temps (V.3), nous avons imaginé une voie qui nous permettrait d'exprimer l'énergie consommée en fonction de la production en huile essentielle.

$$E = P \times t \quad (\text{V.3})$$

A partir des modèles développés, nous avons pu exprimer le temps en fonction du rendement d'extraction et ainsi aboutir à une relation entre l'énergie consommée et la quantité en huile produite pour les deux procédés.

#### ❖ Genévrier

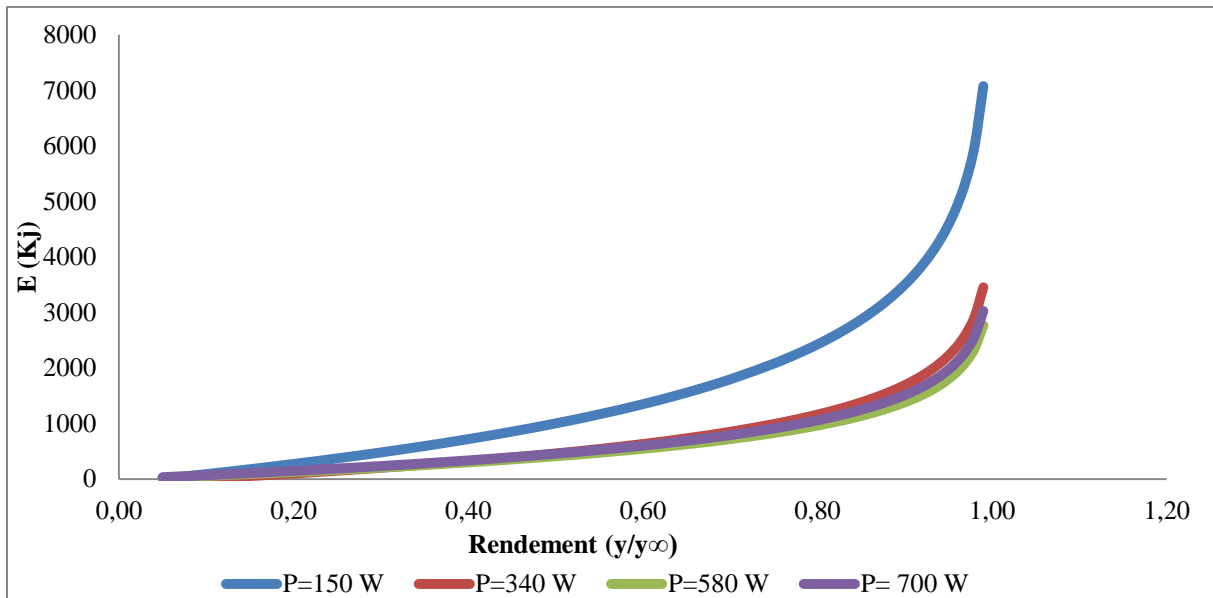
Le modèle développé dans le chapitre précédent exprimé par l'équation (V.1) nous a permis d'exprimer le temps en fonction du rendement (V.4).

$$t = -\frac{1}{k} \ln \left[ \frac{1}{b} \left( 1 - \frac{y}{y_{\infty}} \right) \right] \quad (\text{V.4})$$

En remplaçant le temps par son expression (V.4) dans l'équation (V.3) nous obtenons l'équation :

$$E = P \times \left[ -\frac{1}{k} \ln \left[ \frac{1}{b} \left( 1 - \frac{y}{y_{\infty}} \right) \right] \right] \quad (\text{V.5})$$

L'équation (V.5) représente l'énergie consommée en fonction du rendement à chaque instant par rapport au rendement finale tout au long de l'extraction. La simulation de cette énergie consommée pour différents rendements est présentée sur la figure (V.3).



**Figure V. 3** Courbes donnant l'énergie consommée simulée à différents rendement de l'extraction de l'huile de genévrier et pour différentes puissances de chauffe

De ces courbes, nous remarquons deux régions distinctes :

- La première, pour les rendements inférieurs à 0,6 environ, présente une allure linéaire pour les quatre puissances de chauffe.
- La deuxième, au-delà de 0,6, les courbes changent d'allures, et évoluent plus vite surtout pour les dernières quantités d'huile.

Le procédé semble consommer plus vers la fin d'extraction alors que plus de la moitié est déjà collectée. A partir de ces résultats, une question nous vint à l'esprit : Est-il intéressant de poursuivre l'extraction, jusqu'à obtenir les dernières gouttes d'huile essentielle ?

Pour répondre à cette question, nous avons calculé la quantité d'énergie consommée lors de l'extraction de 95% d'huile essentielle et l'énergie consommée en plus pour obtenir un rendement maximal 99% (Tableau V.1).

**Tableau V. 1** Energie consommée lorsque l'extraction atteint un rendement de 95% et 99%

Puissance (W)	E consommée pour un rendement de 0,95 (KJ)	E consommée pour un rendement de 0,99 (KJ)	Différence (KJ)
150	4576,5	7076,05	2499,6
340	2220,07	3451,1	1231,07
580	1797,9	2768,7	970,9
700	1967,7	3025,7	1058,01

Pour chaque puissance, l'énergie consommée entre 0,95 et 0,99 ne représente pas moins de 35% de l'énergie totale consommée pour obtenir un rendement maximal. Ainsi, il est possible d'économiser 35% de l'énergie en arrêtant l'extraction lorsque 95% de l'huile est extraite. En outre, poursuivre l'extraction jusqu'à sa fin ne permettrait la collecte que de quelques millilitres d'huile essentielle qui de plus n'est pas forcément d'aussi bonne qualité que celle obtenue en début d'extraction. Finalement, nous avons plus à perdre à produire les quatre derniers pourcents qu'à en gagner.

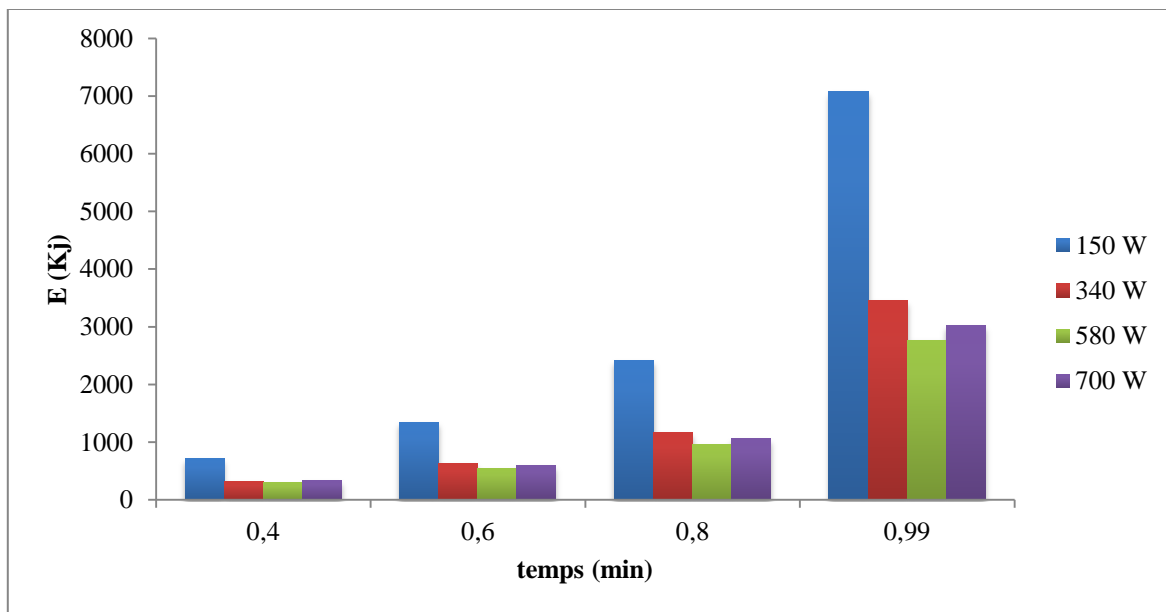
Deuxième information que nous procurent ces courbes, c'est les énergies consommées à iso-rendement pour différentes puissances de chauffe. Nous remarquons que la quantité



consommée durant l'extraction en utilisant une puissance de 150 W est largement au-dessus des autres qui présentent les mêmes ordres de grandeur vu les courbes très rapprochées.

Il est normale d'avoir une consommation d'énergie élevée pour une puissance de 150 W, rappelons que cette puissance de chauffe génère un débit très faible de vapeur d'eau, pas assez élevé pour empêcher la formation du film entourant les particules et délocaliser par conséquent, la résistance au transfert de matière au sein de ce film. Ainsi, l'extraction est extrêmement lente ce qui engendre une consommation d'énergie pendant un temps assez lent d'où les valeurs élevées.

Dans le diagramme suivant, la consommation énergétique de chaque puissance de chauffe est mieux perceptible :



**Figure V. 4** Diagramme représentant la consommation énergétique en fonction du rendement pour l'hydrodistillation des baies de genévrier

Pour une puissance de 340 W, la consommation est inférieure à celle de 150 W. Le débit est plus élevé, le régime devient turbulent ainsi la résistance diminue et l'extraction évolue plus rapidement.

Lorsque  $P = 580 \text{ W}$ , la consommation diminue légèrement, cette puissance est celle qui donne le débit à partir duquel plus aucune résistance au transfert de matière n'existe, l'extraction est plus rapide et l'énergie nécessaire pour l'opération diminue par la même occasion. Rappelons qu'au-delà de ce débit, plus aucun changement n'est observé dans la cinétique d'extraction signifiant qu'aucune amélioration dans le rendement n'aura lieu. Il n'est donc guère utile d'augmenter la puissance de chauffe ou le débit car cette augmentation engendrerait uniquement une croissance dans la consommation d'énergie, une consommation qui serait plus vue comme un gaspillage car elle n'aura aucun effet sur le rendement d'extraction.

Ainsi, toujours dans l'optique de réaliser des économies d'énergie, il faut travailler dans des conditions optimales qui seraient d'après notre étude, une puissance de  $580 \text{ W}$  puisque c'est la valeur à partir de laquelle plus aucune résistance au transfert de matière ne freine le processus d'extraction, de plus elle correspond à la consommation d'énergie minimale.

#### ❖ Lavande

Pour cette extraction, comme un générateur de vapeur et un four à microondes sont utilisés, la consommation énergétique englobe l'énergie fournie aux deux appareils.

Nous rappelons que pour l'extraction assistée par microondes, le modèle décrivant le transfert de matière adopté est celui développé sur la base d'un phénomène de surface.

D'après l'équation (V.2) :

$$t = d - \frac{1}{c} \ln \left( \frac{1}{y/y_\infty} - 1 \right) \quad (\text{V.6})$$

La consommation énergétique en fonction du rendement se calcule donc grâce à l'expression suivante :

$$E = P \times \left[ d - \frac{1}{c} \ln \left( \frac{1}{y/y_\infty} - 1 \right) \right] \quad (\text{V.7})$$

Où  $P(kW)$ : représente la puissance globale consommée, incluant le four à microondes ainsi que le générateur de vapeur.

### - Calcul de la puissance globale

Pour le calcul de la puissance globale, il nous faut calculer les puissances électriques consommées par chacun des appareils. Ceci se fera grâce à la consommation électrique du procédé classique (SDF) au débit optimal de 25 g/mn, et celui du procédé assisté par microondes (MSDF) au même débit et à la puissance optimale de 200W (Tableau V.3).

**Tableau V. 2** Données relatives à l'extraction assistée par microondes MSDF et le procédé classique SDF

	$E_{elec}$ (kWh/kg d'huile essentielle)	$y_{\infty}$	$M_{mv}$ (g)	$t_{\infty}$ (mn)
MSDF	86,42	4,42%	30	3
SDF	423,83	4,43%	30	20

Nous supposons que :

$$E = E_f + E_{g,v} \quad (V.8)$$

$$\text{Et } E(kJ) = E_{elec}(\text{kWh/kg d'huile essentielle}) \times 3600 \times y_{\infty} \times M_{mv}(kg) \quad (V.9)$$

- Pour le procédé classique, puisqu'il n'y a que le générateur de vapeur qui consomme de l'énergie, alors :

$$P_{g,v} = E_{SDF}(kJ) \times t_{\infty SDF} \quad (V.10)$$

Nous trouvons alors :

$$P_{g,v} = 1,7 \text{ kW}$$

Cette puissance est la même pour toutes les autres expériences menées à différentes puissances de microondes, puisque le débit de vapeur généré est le même (25 g/min).

- Concernant le procédé assisté par microondes, ayant l'énergie consommée par le générateur de vapeur et l'énergie globale consommée pour le procédé MSDF, nous

pouvons déduire l'énergie consommée par le four à microondes  $E_f$  à partir de l'équation (V.11) et donc la puissance absorbée pour délivrer une puissance de chauffe de 200W. Cette valeur nous permettra de trouver la puissance absorbée par le four pour délivrer toutes les autres puissances de l'expérience.

$$E_f = E_{MSDF} - E_{g.v} \quad (V.11)$$

L'énergie consommé par le générateur est se détermine comme suit :

$$E_{g.v} = P_{g.v} \times t_{\infty MSDF} = 306 \text{ kJ} \quad (V.12)$$

Et par simple conversion d'unité,  $E_{MSDF} = 412,2 \text{ kJ}$

En remplaçant dans l'équation (V.11),  $E_f = 106,2 \text{ kJ}$ . Ceci correspond à une puissance électrique consommée égale à :  $P_f = 590 \text{ W}$  pour délivrer une puissance de 200W.

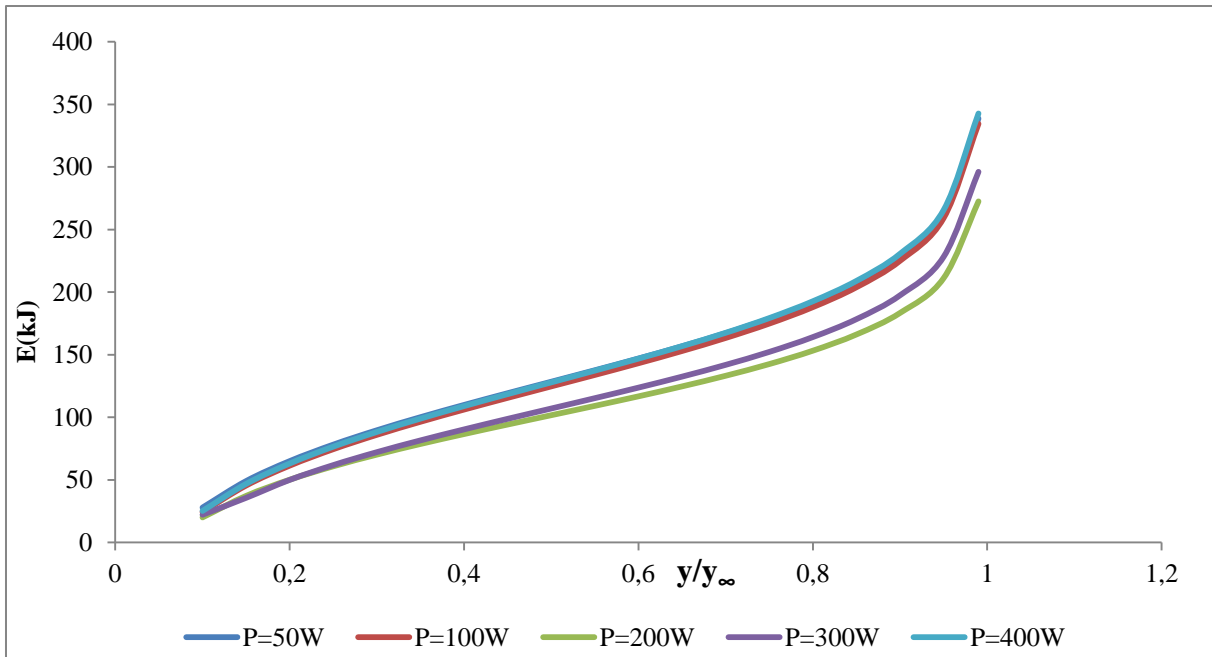
Nous en déduisons que le four à microondes consomme 2,95 W/ W délivré.

Ces résultats nous permettent de calculer la puissance consommée par le four à microondes pour chaque valeur de puissance délivrée (50, 100, 300 et 400W). Ceci nous a donné accès à la puissance globale consommée pour chaque expérience. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

**Tableau V. 3** Calculs de l'énergie globale consommée pour le procédé MSDF pour différentes puissances

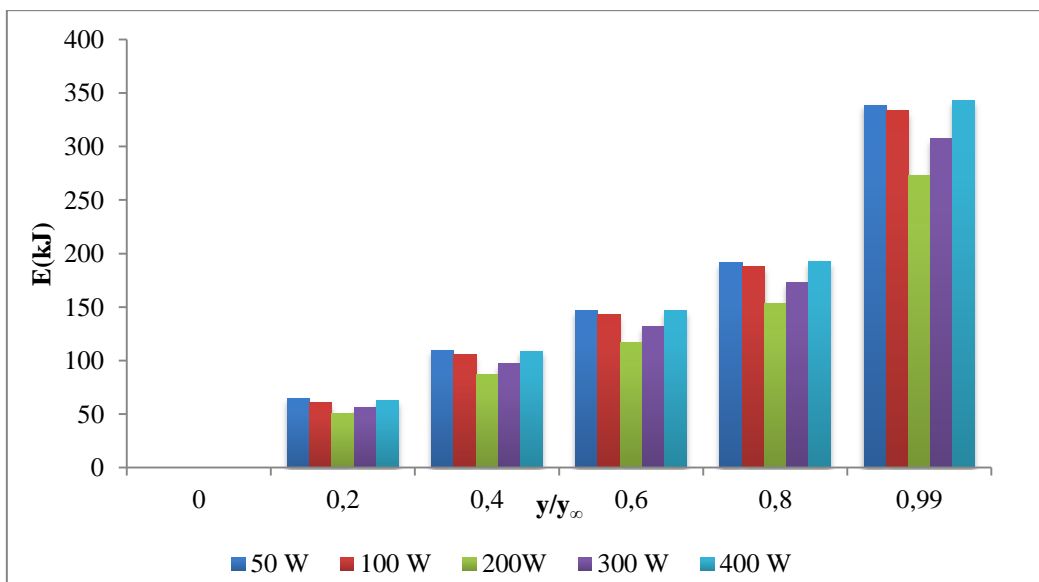
$P_{\text{délivrée}}(\text{W})$	$t_{\infty}(\text{mn})$	$P_f(\text{W})$	$E_f(\text{kJ})$	$E_{g.v}(\text{kJ})$	$E(\text{kJ})$	$P(\text{kW})$
P=50	4,47	147,5	39,5595	455,94	495,4995	1.8475
P=100	3,03	295	53,454	308,4	361,854	1,99
P=200	2,52	590	89,208	257,04	346,248	2.29
P=300	2,52	885	133,812	257,04	390,852	2,585
P=400	2,52	1180	178,416	257,04	435,456	2,88

Une fois ces puissances déterminées, nous pouvons simuler la consommation énergétique grâce à l'équation (V.7). Les résultats obtenus sont donnés par la figure (V.5).



**Figure V. 5** Consommation énergétique du procédé MSDF pour différentes puissances de microondes pour l'extraction de l'huile de lavande

Pour mieux percevoir les variations de la consommation énergétique, les résultats précédents ont été représentés sous forme d'histogramme (Figure V.6).

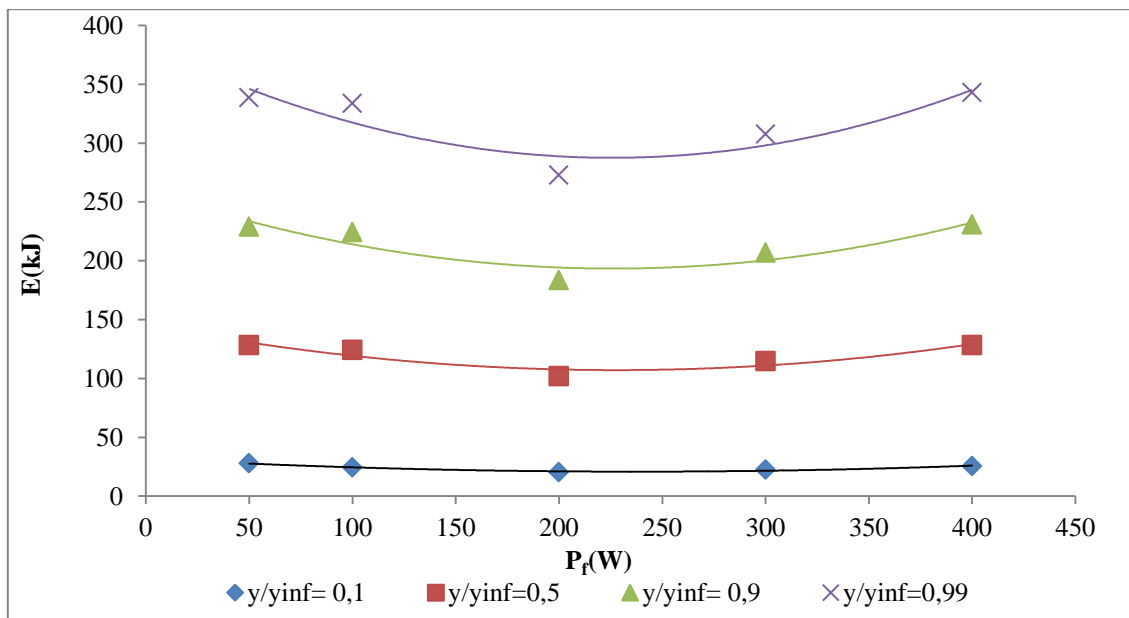


**Figure V. 6** Histogramme représentant la consommation énergétique pour différentes puissances de microondes pour l'extraction de l'huile de lavande

Les résultats montrent une augmentation rapide de la consommation énergétique avec l'augmentation du rendement, il n'est donc pas utile de poursuivre l'extraction à sa limite et atteindre un rendement de 99% puisque la consommation énergétique augmente et la qualité de l'huile essentielle diminue.

De plus, nous pouvons clairement remarquer que la consommation diminue, en premier lieu, avec la puissance délivrée puis augmente, elle passe donc par un minimum. Ce minimum correspond à une puissance optimale et qui se situerait d'après les graphiques entre 200 et 300 W.

Afin de situer l'optimum, nous avons représenté les variations de la consommation en fonction des puissances microondes pour plusieurs rendements (Figure V.7).



**Figure V. 7** Énergie consommée en fonction des puissances délivrées par le four à microondes

Ces variations montrent clairement que quel que soit le rendement, l'énergie consommée présente un minimum pour une puissance de four à microondes de 200W. L'optimum énergétique est donc atteint pour 200W.

Afin de voir l'avantage de l'utilisation des microondes, nous avons comparé la consommation énergétique du procédé classique et celui assisté par microondes ( $P = 200W$ ) réalisé au même débit de vapeur de 25 g/mn.

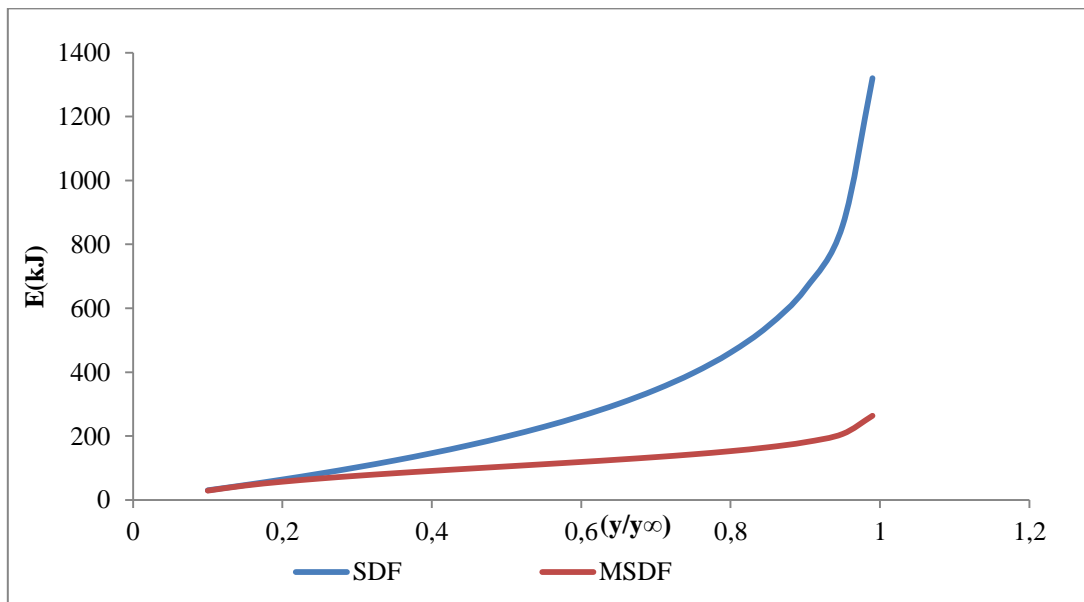
Le procédé assisté par microondes est toujours simulé par le modèle de désorption alors que le procédé classique est décrit par une cinétique du pseudo-premier ordre dont l'équation générale est :

$$y = y_{\infty} (1 - \exp(-k't)) \quad (\text{V.13})$$

Soit :

$$t = -\frac{1}{k'} \ln \left[ \left( 1 - \frac{y}{y_{\infty}} \right) \right] \quad (\text{V.14})$$

Le graphique (Figure V.8) montre la surconsommation énergétique d'un procédé classique en comparaison avec le procédé analogue assisté par microondes, pour un même rendement. Elle est en moyenne 2,3 fois plus élevée pour le procédé classique.



**Figure V. 8** Consommation énergétique du procédé classique SDF et du procédé analogue MSDF à 200W

Nous résumons dans le tableau (V.4), la différence entre la consommation énergétique du procédé classique et de celui assisté par microondes pour quelques valeur du rapport  $y/ y_{\infty}$ .

**Tableau V. 4** Différence entre la consommation énergétique de la vapodiffuion classique et assistée par microondes des fleurs de lavandes

Rapport $y/y_{\infty}$	E consommée SDF (kJ)	E consommée MSDF (kJ)	Différence entre SDF et MSDF (kJ)
0,1	30,21	29,14	1,06
0,2	63,97	57,13	6,85
0,4	146,44	90,97	55,47
0,6	262,68	118,95	143,73
0,8	461,39	152,79	308,6
0,9	660,1	180,76	479,32
0,95	858,81	206,56	652,24
0,99	1320,20	263,52	1056,68

Nous pouvons remarquer qu'au départ, pour de faibles rendements, valeurs du rapport  $y/y_{\infty}$  faibles, la différence entre les consommations n'est pas importante. Lorsque le rendement devient important, la différence de consommation augmente. Ceci peut être expliqué par le fait qu'au début de l'extraction l'effet des radiations des microondes n'est pas conséquent au vu du court temps d'exposition. La structure des cellules n'est donc pas modifiée et ainsi l'huile essentielle à ce stade ne se trouve pas libérée à la surface. Ce procédé devient donc semblable au procédé classique où l'étape limitante est celle de la diffusion de l'huile vers l'extérieur.

Pour des rendements supérieurs, le temps d'exposition aux radiations est plus important, de ce fait, la majorité des cellules aurait éclaté et l'huile serait libérée à la surface, l'extraction en devient plus rapide. Le temps mis en jeu pour atteindre des valeurs élevées du rendement est beaucoup moins important dans le cas des procédés assistés par microondes, l'énergie consommée est donc beaucoup plus inférieure que celle consommée lors de l'extraction classique dont l'étape limitante reste la diffusion jusqu'à la fin du processus.

Nous pouvons également déduire de ces calculs, que les rendements très élevés,  $y/y_{\infty} > 0,9$  s'accompagnent d'une forte consommation énergétique dans le cas du procédé classique. Il n'est donc pas nécessaire de chercher à atteindre l'épuisement total de la matière végétale puisque ceci implique une grande consommation d'énergie pour une faible augmentation du rendement et une diminution de la qualité de l'huile obtenue.



### **V.3. Conclusion**

Les calculs effectués dans ce chapitre nous ont montré l'efficacité énergétique de la vapodiffusion des fleurs de lavande assistée par microondes par rapport au procédé classique analogue, 2,3 fois plus consommateur en énergie pour un même rendement. Ils ont également mis en évidence la surconsommation énergétique résultante de l'augmentation du rendement de l'hydrodistillation du genévrier, où l'énergie consommée pour augmenter le rendement de 95 % à 99 % ne représente pas moins de 35 % de l'énergie totale consommée.

Ceci nous permet de constater qu'améliorer ces procédés peut se faire par différentes voies. Soit, par intensification, en incluant des énergies non classiques, microondes, ou tout simplement, en optimisant le procédé en fixant des rendements d'extraction raisonnables, souvent plus intéressant du point de vue qualité de l'huile essentielle obtenue.

Elle ne nécessite donc pas toujours de grands bouleversements du procédé pour donner de bons résultats.

# **Conclusion générale**

La surconsommation d'énergie ainsi que les problèmes environnementaux accompagnant l'industrie chimique la pousse aujourd'hui à un changement nécessaire permettant de l'orienter vers un développement durable et une économie d'énergie.

A l'issu de ce travail, nous avons pu conclure que l'industrie chimique est aujourd'hui plus que jamais face à une réelle mutation. Celle-ci passera inévitablement par la nouvelle approche qui touche le génie des procédés, l'intensification.

Dans ce contexte, ce mémoire avait pour but l'application de cette approche relativement novatrice à une unité mobile d'extraction des huiles essentielles, ainsi que la modélisation et l'étude de la consommation énergétique d'un procédé intensifié par microondes.

En premier lieu, la revue des méthodes classiques utilisées dans l'industrie des huiles essentielles ainsi que les différentes méthodes d'intensification et leurs avantages, a mis en exergue la nécessité d'un réel changement, appuyé par les différentes techniques d'intensification prometteuses développées.

En second lieu, l'étude de la modélisation énergétique des procédés classiques d'extraction et des procédés assistés par microondes, passant nécessairement par l'étude du transfert de matière, nous a permis de développer deux nouveaux modèles de transfert de matière se basant sur des approches novatrices dans le domaine. Le premier modèle établi pour décrire les procédés classiques a été développé suivant une démarche qui va à l'encontre de celle utilisée pour la majorité des modèles connus puisqu'elle considère la présence d'une résistance au transfert de matière dans la phase fluide, résistance qui est supposée négligeable par la plupart des auteurs. Le second modèle, établi pour décrire l'extraction assistée par microondes est totalement nouveau et se base sur une approche rarement utilisée puisqu'il considère l'extraction de l'huile comme un phénomène de désorption à la surface du solide. En effet, les études menées sur les extractions assistées par microondes ont montré une modification de la structure cellulaire à travers l'éclatement des parois. Lors de cette modification, l'huile essentielle est libérée et il n'y a plus lieu de parler de diffusion, l'extraction de l'huile ne serait donc plus limitée par cette étape comme pour les procédés classiques mais plutôt uniquement contrôlée par un phénomène de surface.

L'étude de la consommation énergétique des techniques d'extraction, traditionnelles et innovantes, a été effectuée suivant une approche de modélisation basée sur l'application des

modèles développés. Cette partie de l'étude a mis en évidence la forte consommation accompagnant les procédés classiques, hydrodistillation et vapodiffusion. L'analyse de la quantité d'énergie consommée lors de l'hydrodistillation des baies de genévrier a montré une augmentation exponentielle de la consommation avec le rendement, un simple calcul nous a permis de voir qu'arrêter l'extraction avant l'épuisement total de la matière végétale et collecter 95 % au lieu de la totalité de l'huile contenue dans la plante, permettrait une réduction de la consommation énergétique de 35 %. Pour les 5 % restants, il n'est pas intéressant de chercher une production maximale d'autant plus que l'huile de fin d'extraction peut être de qualité médiocre. La comparaison de la vapodiffusion classique des fleurs de lavande et du procédé analogue assisté par microondes a montré l'importante différence entre les consommations de ces deux procédés pour un même rendement, le procédé classique consomme en moyenne 2,3 fois plus que celui assisté par microondes.

Ces résultats confirment l'efficacité des procédés intensifiés, et soulignent le fait que la recherche d'un rendement maximal par épuisement de la matière végétale est loin de représenter un optimum économique ou écologique.

L'application du concept d'intensification s'est faite sur une unité d'extraction des huiles essentielles dont le condenseur a été miniaturisé. Les résultats obtenus montrent une diminution du nombre de ventilateurs nécessaires à l'aérocondensation de 8 à 3, ceci s'accompagne par une diminution de la demande énergétique de l'unité et par conséquent une amélioration de la consommation énergétique. Ces résultats sont donc très encourageants et confirment l'efficacité du concept.

Tout ceci nous a permis de conclure que même si les procédés intensifiés sont, pour la plupart, développés à l'échelle laboratoire et nécessitent des études plus approfondies afin d'assurer leur transposition à l'échelle industrielle, ils n'en restent pas moins un moyen prometteur, voire, inévitable à la mutation du génie des procédés et de l'industrie chimique. L'amélioration de l'unité étudiée à travers l'intensification des autres équipements une fois les théories nécessaires développées pourrait être envisagée. L'utilisation de l'intensification par miniaturisation accompagnée de la technologie du chauffage par microondes pour les procédés d'extraction des huiles essentielles pourrait faire l'objet d'un travail futur puisque cela permettrait l'utilisation de cette technologie très efficace à l'échelle industrielle et ainsi passer outre les barrières qui aujourd'hui empêchent sa transposition.

## Bibliographie

Adams, T., Abdel-khalik, S., Jeter, S., & Qurechi, Z. (1998). An experimental investigation of single-phase forced convection in microchannel. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 41 , 851-857.

Agence de l'eau (s.d.). *Traitement par pervaporation*. Récupéré sur [www.eaurmc.fr: http://www.eaurmc.fr/observatoire-des-couts/pollution-industrielle/couts-des-traitements-des-rejets-de-substances-toxiques/traitement-par-pervaporation.html](http://www.eaurmc.fr/observatoire-des-couts/pollution-industrielle/couts-des-traitements-des-rejets-de-substances-toxiques/traitement-par-pervaporation.html)

Aksu, Z. (2001). Equilibrium and kinetic modelling of cadmium (II) biosorption by *C. vulgaris* in batch system : effect of temperature. *Separation and Purification Technology* , 285 - 294.

Allouache, N., Nait Sidi Ahmed, A. (2009). *Potentiel d'intégration des énergies renouvelables dans une unité d'extraction d'huiles essentielles mobile*. PFE, Ecole Nationale Polytechnique, Département du Génie Chimique, Alger.

Amrani, F.-R., Basta, A. (2008). *Potentiel d'intégration des énergies renouvelables dans une unité d'extraction d'huiles essentielles*. PFE, Ecole Nationale Polytechnique, département du Génie Chimique, Alger.

Anxionnaza, Z., Cabassud, M., Gourdon, C., Tochon, P. (2008). Heat exchanger/reactors (HEX reactors): Concepts, technologies:State-of-the-art. *Chemical Engineering and Processing:Process Intensification* 47 , 2029–2050.

Anzion, J.Y., Lemaire, B., Subeld, M. (2003). Extraction assistée par microondes. *Techniques de l'ingénieur*, F3060.

Asadi, M., Xie, G., & Sunden, B. (2014). A review of heat transfer and pressure drop characteristics of single and two-phase microchannels. *International Journal of Heat and Mass transfer* 79 , 34–53.

Asselah, A. (2007/2008). Phénomènes de diffusion dans les solides d'origine végétale. *Mémoire de magister*. Département de Génie Chimique, Ecole Nationale Polytechnique, Alger.

Azizian, S. (2004). Kinetic models of sorption: a theoretical analysis. *Journal of Colloid and Interface Science* 276 , 47–52.

Bacha, K., Tchekikene, C. (2010). *Potentiel d'intégration des énergies renouvelables dans les unités mobiles d'extraction des huiles végétales*. PFE, Ecole Nationale Polytechnique, département du Génie Chimique, Alger.

Baehr, H.-D., & Stephan, K. (2006). *Heat and Mass Transfer 2*. Bochum and Stuttgart.

- Bandhauer, T., Agarwal, A., & Garimella, S. (2006). Measurement and modeling of condensation heat transfer coefficients in circular microchannels. *Journal of Heat Transfer* 128 , 1050–1059.
- Benyoussef E-H., Allouache L., Nait-Sidi-Ahmed, A. (2009). Unité d'extraction d'huiles essentielles, fonctionnant aux énergies renouvelables et ne générant pas de rejets. MOBILAB» Brevet d'invention N° 090352 INAPI Algérie
- Benyoussef, E.-H., Bessah, R. (2014). Potential of renewable energies integration in an essential oil extraction process. *Applied Mechanics and Materials Vol 492* , 561-567.
- Benyoussef, E.-H., Hasni, S., Belabbes, R., Bessiere, J.-M. (2002). Modélisation du transfert de matière lors de l'extraction. *Chemical Engineering Journal* 85 , 1-5.
- Boumahammed, A. (2012). *Conception, modélisation et optimisation d'un aérocondenseur pour l'extraction des huiles essentielles*. Mémoire de magistère, Ecole Nationale Polytechnique, département du Génie chimique, Alger.
- Camel, V. (2001). Recent extraction techniques for solid matrices—supercritical fluid extraction, pressurized fluid extraction and microwave-assisted extraction: their potential and pitfalls. *The analyst* , 1182–1193.
- Cavallini, A., Del Col, D., Doretti, L., Matkovic, M., Rossetto, L., & Zilio, C. (2005). Condensation heat transfer and pressure gradient inside multiport minichannels. *Heat Transfer Engineering* 26 (3) , 45–55.
- Chatterjee, A., & Schiewer, S. (2014). Multi-resistance kinetic models for biosorption of Cd by raw and immobilized citrus peels in batch and packed-bed columns. *Chemical Engineering Journal* 244 , 105–116.
- Chawki, A. M. (2010). *Etude d'une machine frigorifique à microcanaux*. Mémoire de magistère, Université Mentouri, département Génie Chimique, Costantine.
- Chemat, F., Lucchesie, M. (2005). Extraction assistée par micro-ondes des huiles essentielles et des extraits aromatiques. *Journal de la société ouest-africaine de chimie* 20, 77-99.
- Chemat, F., Lucchesi, M., Smadja, J. Solvent-free microwave extraction of volatile natural substances. European Patent, **2004**, EP.1.439.218 B1. United States Patent, **2004**, US 2004.0187340
- Commenge, J.-M., Falk, L., Corriou, J.-P., & Matlosz, M. (2004). Intensification des procédés par microstructuration. *Comptes Rendus Physique* 5, Volume 5, Issue 5 , 597–608.
- Crank, J. (1975). *The mathematics of diffusion* . 2ed Oxford.
- Falk, L., Commenge, J. (2010). Performance comparison of micromixers. *chemical engineering science* 65 , 405--411.

Farhat, A. (2010). *Vapo-Diffusion assistée par Micro-ondes : Conception, Optimisation et Application*. Thèse de l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse & L'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès.

Farhat, A., Ginies, C., Romdhane, M., & Chemat, F. (2009). Eco-friendly and cleaner process for isolation of essential oil using microwave energy Experimental and theoretical study. *Journal of Chromatography A* 1216 , 5077-5085.

Figoli, A., Donato, L., Carnevale, R., Tundis, R., Statti, G.A., Menichini, F., Drioli E. (2006). Bergamot essential oil extraction by pervaporation. *Desalination* 193 , 160-165.

Fustier C. (2012). *Développement d'un réacteur intensifié en Carbone de Silicium pour la transposition en continu de réactions d'hydrosilylation*. Thèse de l'Université de Toulouse, France.

Garcia-Cascales, J.R., Vera-Garcia, F., Gonzalvez-Macia, J., Corberan-Salvador, J.M., Johnson, M.W., Kohler, G.T. (2010). Compact heat exchangers modeling: Condensation. *International Journal of Refrigeration* 33 , 135 - 147.

Gavahina, M., Farahnaky, A., Javidnia, K., Majzoobi M, (2012). comparison of ohmic-assisted hydrodistillation with traditional hydrodistillation for the extraction of essential oil from *Thymus Vulgaris* L. *Innovative food science and engineering technologies* , 85-91.

Golmakani, M.-T., Rezaei, K. (2008). Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L. *Food Chemistry* 109 , 925-930.

GUERIN, C. (s.d.). Les procédés de désalcoolisation. Récupéré sur [www.web04.inplnancy.fr](http://web04.inplnancy.fr):  
<http://web04.inplnancy.fr/ENSAIA/marie/web/ntic/pages/2011/guerin.html>

Heo, J., Park, H., & Yun, R. (2013). Condensation heat transfer and pressure drop characteristics of CO<sub>2</sub> in a microchannel. *International Journal of Refrigeration* 36 , 1657 - 1668.

Hessel, V., Löwe, H., Schönfeld, F. (2005). Micromixers, a review on passive and active mixing principles. *Chemical Engineering Science* (60) , 2479 – 2501.

Ho, Y., & Mackay, G. (1999). Pseudo-second order model from sorption processes. *Process Biochemistry* 34 , 451-465.

Ikrda, K., Ohya, H., Kanemitsu, O., & Shimomura, K. (1973). La courbe de percée de l'adsorption en lit fixe pour une isotherme favorable. *Chemical Engineering Science* vol 28 , 227-239.

Kandlikar, S., Garimella, S., Li, D, Colin, S., & King, M. (2006). Heat transfer and fluid flow in minichannels and microchannels. *Elsevier*.

- Kashid, M.N., Renken, A., Kiwi-Minsker, L. (2011). Gas–liquid and liquid–liquid mass transfer in microstructured reactors. *Chemical Engineering Science* 66 , 3876–3897.
- Kiwi-Minsker L., Renken, A. (2005). Microstructured reactors for catalytic reactions. *Catalysis Today* , 2–14.
- Lagergen, S. (1989). Zur Theorie der sogenannten Adsorption geöster Stoffe. *Kunigliga Svenska Vetenskapsakademiens. Handlingar*, 24 (4) , 1-35.
- Loderio, P., Herreo, R., & Sastre de Vicentes, M. (2006). The use of protonated Sargassum muticum as biosorbent for cadmium removal in a fixed-bed column. *Journal of Hazardous Materials* 137 , 244–253.
- Lucchesi, M.-E. (2005). *Extraction Sans Solvant Assistée par microondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles*. Thèse de l'Université de de la Réunion, France.
- Mahmoud, M. A. (2015). Kinetics studies of uranium sorption by powdered corn cob in batch and fixed bed system. *Journal of Advanced Research* .
- Mason, T. J., Chemat, F., Vinatoru, M.. (2011). The Extraction of Natural Products using Ultrasound or Microwaves. *Current Organic Chemistry* , 237-247.
- Michel T. (2011). *Nouvelles méthodologies d'extraction de fractionnement et d'identification: Application aux molécules bioactives de l'Argousier*. Thèse de l'Université d'Orléans, France.
- Milojevic, S.Z., Stojanovic, T.D., Palic, R., Lazic, M.L., Veljkovic, V.B. (2008). Kinetics of distillation of essential oil from comminuted ripe juniper (*Juniperus communis* L.) berries. *Biochemical engineering Journal*, 547-553.
- Munir, A., Hensel, O. (2010). Investigation of optimal thermal parameters for essential oils extraction using laboratory and solar distillation systems. *Agric Eng Int: CIGR Journal* , Vol. 12, No.1, 107 – 114.
- Nwabanne, J. T., Igbokwe, P. K. (May 2012). Adsorption Performance of Packed Bed Column for the removal of Lead (ii) using oil Palm Fibre. *International Journal of Applied Science and Technology* Vol. 2 No. 5 , 106-115.
- Owhaib, W., Palm, B. (2004). Experimental investigation of single-phase convective heat transfer in circular microchannels. *Experimental Thermal and Fluid Science* 28 , 85-97.
- Partie I-A : La Pervaporation*. (s.d.). Récupéré sur <http://www.pervaporation.fr/download/ademe-pervaporation-1a.pdf>
- Pennemann, H, Hessel., V., Löwe, H.(2004). Chemical microprocess technology from laboratory-scale to production. *Chemical engineering Science- Elsevier* , 4789 – 4794.
- Poux, M., Cognet, P., Gourdon, C. (2010). *Génie des procédés durables : Du concept à la concrétisation industrielle*. Paris: L'usine nouvelle- Dunod.



- Ramaswamy, Marcotte M., Sastry S., Abdelrahim K.. (2014). *Ohmic heating in food processings*. CRC press.
- Rostagno, M.A., Prado, M. J. (2013). *Natural products, extraction principles and applications*. RCS publishing.
- Saber, M. (2009). *Conception et Caractérisation d'Echangeurs-Réacteurs à Structuration Multi-échelle*. Thèse de l'Institut Nationale Polytechnique de Lorraine, France.
- Sahraoui, N., Abert Vian, M., Bornard, I., Boutekedjiret, C., Chemat, F. (2008). Improved microwave steam distillation apparatus for isolation of essential oils. Comparison with conventional steam distillation. *Journal of Chromatography A* , 229-233.
- Serth, R.W., Lestina, L. (2014). *process heat transfer principles, applications and rules of thumb*. Elsevier.
- Sovová, H., Aleksovski, S. A. (2006). Mathematical model for hydrodistillation of essential oils. *Flavour and fragrance Journal* 21, 881-889.
- Stankiewicz A., Moulijn J.A. (2000). Process intensification : Transforming chemical engineering. *Chemical Engineering Progress*.
- Su, Q., Yu, G., Wang, H., & Rose, J. (2009). Microchannel condensation : Correlations and theory. *International Journal of Refrigeration* 32 , 1 1 4 9 – 1 1 5 2.
- Svilovic, S., Rusic, D., & Stipisic, R. (2009). Modeling batch kinetics of copper ions sorption using synthetic zeolite NaX. *Journal of Hazardous Materials* 170 , 941-947.
- Thomas, H. (1944). Heterogeneous ion exchange in a flowing system. *Journal of the American Chemical Society* 66 , 1466–1664.
- Tuckerman, D., Pease, R. (1981). High performance heat sinking for VLSI. *Electron Device Letters, IEEE* , 126-129.
- Veggi, P.C., Martinez, J., Angela, M., Meireles, A. (2013) Fundamentals of Microwave Extraction. In F.C Chemat, *Microwave assisted extraction for bioactive compounds*, 15 – 52, Springer.
- Völkel, N. (2009). *Design and characterization of gas-liquid microreactors*. Thèse de l'Université de Toulouse, France.
- Wang, H.S., Rose, J. (2010). Theory of heat transfer during condensation in microchannels. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 54 , 2525-2534.
- Wang, H., Rose, J. (2006). Film condensation in horizontal microchannels : Effect of channel shape. *International Journal of Thermal Sciences* 45 , 1205–1212.

Wang, W., Radcliff, T., & Christensen, R. (2002). A condensation heat transfer correlation for millimeter-scale tubing with flow regime transition. *Experimental Thermal and Fluid Science* 26 , 473–485.

Yang, C.Y., Lin, T.-Y. (2007). Heat transfer characteristics of water flow in microtubes. *Experimental Thermal and Fluid Science* 32 , 432–439.

Yakup Arica, M., Kaca, Y., & Genc, O. (2001). Entrapment of white-rot fungus tramets versicolor in Calginate beads : preparation and biosorption kinetic analysis for cadmium removal from aqueous solution. *Technology* 80 , 121-129.

Yu, D., Warrington, R., Barron, R., Ameel, T. (1995). An Experimental and Theoretical Investigation of Fluid Flow and Heat Transfer in Microtubes. *Proceedings of the ASME/JSME Thermal Engineering Conference, vol. 1* , 523–530.

Yoon, Y., & Nelson, J. (1984). Application of gas adsorption kinetics. I. A theoretical model for respirator cartridge service time. *American Industrial Hygiene Association Journal* 45 , 509–516.

Zill-E-Huma,H. (2010). *Microwave hydror-diffusion and gravity : a novel technique for antioxydants extraction*. Thèse de l'Université d'Avignon, France.

# Annexe 1

## Tables de Crank (1975)

### Plaque plane

Solutions de  $\beta \tan\beta = L$

$L$	$\beta_1$	$\beta_2$	$\beta_3$	$\beta_4$	$\beta_5$	$\beta_6$
0	0	3,1416	6,2832	9,4248	12,5664	15,708
0,01	0,0998	3,1446	6,2848	9,4258	12,5672	15,7086
0,1	0,3111	3,1731	6,2991	9,4354	12,5743	15,7143
0,2	0,4328	3,2039	6,3148	9,4459	12,5823	15,7207
0,5	0,6533	3,2923	6,3616	9,4775	12,606	15,7397
1	0,8603	3,4256	6,4373	9,5293	12,6453	15,7713
2	1,0769	3,6436	6,5783	9,6296	12,7223	15,8336
5	1,3138	4,0336	6,9096	9,8928	12,9352	16,0107
10	1,4289	4,3058	7,2281	10,2003	13,2142	16,2594
100	1,5552	4,6658	7,7764	10,8871	13,9981	17,1093
$\infty$	1,5708	4,7124	7,854	10,9956	14,1372	17,2788

### Cylindre

Solutions de  $qJ_1(\beta) - LJ_0(\beta) = 0$

$L$	$\beta_1$	$\beta_2$	$\beta_3$	$\beta_4$	$\beta_5$	$\beta_6$
0	0	3,8137	7,0156	10,1735	13,3237	16,4706
0,01	0,1412	3,8343	7,017	10,1745	13,3244	16,4712
0,1	0,4417	3,8577	7,0298	10,1833	13,3312	16,4767
0,2	0,617	3,8835	7,044	10,1931	13,3387	16,4828
0,5	0,9408	3,9594	7,0864	10,2225	13,3811	16,501
1	1,2558	4,0795	7,1558	10,271	13,3984	16,5312
2	1,5994	4,291	7,2884	10,3658	13,4719	16,591
5	1,9898	4,7131	7,6177	10,6223	13,6786	16,763
10	2,1795	5,0332	7,9569	10,9363	13,958	17,0099
100	2,3809	5,4652	8,5678	11,6747	14,7834	17,8931
$\infty$	2,4048	5,5201	8,6537	11,7915	14,9309	18,0711

## Sphère

$$\text{Solutions de } \beta \cot \beta + L - 1 = 0$$

$L$	$\beta_1$	$\beta_2$	$\beta_3$	$\beta_4$	$\beta_5$	$\beta_6$
0	0	4,4934	7,7253	10,9041	14,0662	17,2208
0,01	0,173	4,4956	7,7265	10,905	14,0669	17,2213
0,1	0,5423	4,5157	7,7382	10,9133	14,0733	17,2266
0,2	0,7593	4,5379	7,7511	10,9225	14,0804	17,2324
0,5	1,1656	4,0642	7,7899	10,9499	14,1017	17,2498
1	1,5708	4,7124	7,854	10,9956	14,1372	17,2788
2	2,0288	4,9132	7,9787	11,0856	14,2075	17,3364
5	2,5704	5,354	8,3029	11,3349	14,408	17,5034
10	2,8363	5,7172	8,6587	11,6532	14,687	17,7481
100	3,1102	6,2204	9,3309	12,4414	15,5522	18,6633
$\infty$	3,1416	6,2832	9,4248	12,5664	15,708	18,8496

## Annexe 2

### Cylindre

Valeurs numériques de  $T_n$  pour différentes valeurs de  $L$ , cas d'un cylindre

L	T1	T2	T3	T4	T5	T6
0	0	0	0	0	0	0
0,01	1,001	1,85E-06	8,25E-08	1,87E-08	6,35E-09	2,72E-09
0,1	0,9996	0,000180	8,19E-06	1,86E-06	6,33E-07	2,71E-07
0,2	0,999	0,000702	3,25E-05	7,41E-06	2,53E-06	1,08E-06
0,5	0,995	0,00401	0,000197	4,57E-05	1,56E-05	6,74E-06
1	0,984	0,0136	0,000748	0,000178	6,17E-05	2,67E-05
2	0,954	0,0388	0,00264	0,000668	0,000238	0,000104
5	0,872	0,0954	0,0104	0,00321	0,00126	0,000581
10	0,804	0,126	0,0193	0,00761	0,00348	0,00178
100	0,705	0,134	0,0270	0,0145	0,00896	0,00605

Valeurs numériques de  $F_n$  pour différentes valeurs de  $L$ , cas d'un cylindre

L	F1	F2	F3	F4	F5	F6
0	0	14,54	49,22	103,50	177,52	271,28
0,01	0,0199	14,70	49,24	103,52	177,54	271,30
0,1	0,195	14,88	49,42	103,70	177,72	271,48
0,2	0,381	15,08	49,62	103,90	177,92	271,68
0,5	0,885	15,68	50,22	104,50	179,05	272,28
1	1,58	16,64	51,21	105,49	179,52	273,28
2	2,56	18,41	53,12	107,45	181,49	275,26
5	3,96	22,21	58,03	112,83	187,10	281,00
10	4,75	25,33	63,31	119,60	194,83	289,34
100	5,67	29,868	73,41	136,30	218,55	320,16

Valeurs des rapports  $T_n/T_1$  pour différentes valeurs de L, cas d'un cylindre

L	T2/T1	T3/T1	T4/T1	T5/T1	T6/T1
0	-	-	-	-	-
0,01	0,000185%	0,00000824%	0,00000186%	0,000000634%	0,00000027%
0,1	0,0181%	0,000819%	0,000186%	0,0000633%	0,0000271%
0,2	0,0702%	0,00325%	0,000741%	0,000253%	0,000108%
0,5	0,402%	0,0198%	0,0046%	0,00156%	0,000677%
1	1,38%	0,0760%	0,0181%	0,00627%	0,0027%
2	4,07%	0,276%	0,0700%	0,0249%	0,0109%
5	10,93%	1,19%	0,369%	0,144%	0,0667%
10	15,67%	2,41%	0,947%	0,433%	0,221%
100	18,93%	3,84%	2,05%	1,27%	0,858%

Valeurs numériques de  $F_n/F_1$  pour différentes valeurs de L, cas d'un cylindre

L	F2/F1	F3/F1	F4/F1	F5/F1	F6/F1
0	-	-	-	-	-
0,01	737,40	2469,64	5192,26	8904,84	13607,59
0,1	76,28	253,30	531,52	910,93	1391,51
0,2	39,62	130,34	272,92	467,37	713,66
0,5	17,71	56,74	118,06	202,30	307,63
1	10,55	32,47	66,89	113,83	173,29
2	7,20	20,77	42,00	70,95	107,60
5	5,61	14,66	28,50	47,26	70,97
10	5,33	13,33	25,18	41,01	60,91
100	5,27	12,95	24,04	38,55	56,48

## Sphère

Valeurs numériques de  $T_n$  pour différentes valeurs de L, cas d'une sphère

L	T1	T2	T3	T4	T5	T6
0	0	0	0	0	0	0
0,01	1,0009	1,470E-06	1,684E-07	4,243E-08	1,532E-08	6,822E-09
0,1	0,9997	0,000145	1,676E-05	4,233E-06	1,530E-06	6,815E-07
0,2	0,9994	0,000570	6,667E-05	1,689E-05	6,111E-06	2,723E-06
0,5	0,9959	0,00558	0,000409	0,000105	3,798E-05	1,696E-05
1	0,9855	0,0122	0,00158	0,000410	0,000150	6,731E-05
2	0,9534	0,0380	0,00574	0,00156	0,000583	0,000264
5	0,8533	0,108	0,0245	0,00786	0,00317	0,00150
10	0,7607	0,150	0,0485	0,0196	0,00910	0,00470
100	0,6259	0,156	0,0690	0,0386	0,0245	0,0168

Valeurs numériques de  $F_n$  pour différentes valeurs de L, cas d'une sphère

L	F1	F2	F3	F4	F5	F6
0	0	20,19	59,68	118,90	197,86	296,56
0,01	0,030	20,21	59,70	118,92	197,88	296,57
0,1	0,294	20,39	59,88	119,10	198,06	296,76
0,2	0,577	20,59	60,08	119,30	198,26	296,96
0,5	1,359	16,52	60,68	119,90	198,86	297,56
1	2,467	22,21	61,69	120,90	199,86	298,56
2	4,116	24,14	63,66	122,89	201,85	300,55
5	6,607	28,67	68,94	128,48	207,59	306,37
10	8,045	32,69	74,97	135,80	215,71	315,00
100	9,673	38,69	87,07	154,79	241,87	348,32

Valeurs des rapports  $T_n/T_1$  pour différentes valeurs de L, cas d'une sphère

L	T2/T1	T3/T1	T4/T1	T5/T1	T6/T1
0	-	-	-	-	-
0,01	0,00015%	0,0000168%	0,0000042%	0,0000015%	0,0000007%
0,1	0,0145%	0,00168%	0,00042%	0,00015%	0,00007%
0,2	0,0571%	0,00667%	0,00169%	0,00061%	0,00027%
0,5	0,561%	0,041%	0,010%	0,004%	0,002%
1	1,235%	0,160%	0,042%	0,015%	0,007%
2	3,990%	0,602%	0,164%	0,061%	0,028%
5	12,601%	2,867%	0,921%	0,372%	0,176%
10	19,668%	6,377%	2,572%	1,196%	0,618%
100	24,927%	11,024%	6,159%	3,908%	2,685%

Valeurs numériques de  $F_n/F_1$  pour différentes valeurs de L, cas d'une sphère

L	F2/F1	F3/F1	F4/F1	F5/F1	F6/F1
0	-	-	-	-	-
0,01	675,28	1 994,68	3 973,37	6 611,57	9 909,22
0,1	69,34	203,61	404,98	673,46	1 009,07
0,2	35,72	104,21	206,93	343,88	515,07
0,5	12,16	44,66	88,25	146,37	219,01
1	9,00	25,00	49,00	81,00	121,00
2	5,86	15,47	29,86	49,04	73,02
5	4,34	10,43	19,45	31,42	46,37
10	4,06	9,32	16,88	26,81	39,16
100	4,00	9,00	16,00	25,00	36,01