

République Algérienne Démocratique et Populaire

D0004/99B

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique

THESE

Présentée à



**l'Ecole Nationale Polytechnique
Département de Génie Chimique**

Pour l'obtention du Doctorat d'Etat en Génie Chimique

Par

El-Hadi BENYOUSSEF

Chargé de cours à l'E.N.P.

***Développement des procédés d'extraction
des essences de coriandre et de nigelle
Etude de leurs processus et applications.***

Soutenue le 03 Novembre 1999 devant la commission d'examen

C.E. CHITOUR	Professeur à l'ENP-Alger	Président
S. CHARCHARI	Maître de conférences à l'ENP-Alger	Examineur
F. BENTAHAR	Maître de conférences à l'USTHB-Alger	Examineur
A. BAALI-OUAMEUR	Professeur à l'USTHB-Alger	Examineur
R. BELABBES	Professeur à l'ENP-Alger	Rapporteur

DEDICACES

*A la mémoire de mon père ,
A la mémoire de mon frère Djamel
A tous ceux qui me sont chers.*

En signe de reconnaissance et de profonde affection.

El-Hadi

REMERCIEMENTS

الدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Ce travail a été réalisé au laboratoire de valorisation des ressources végétales régionales du département de Génie-chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique-Alger, sous la direction de Monsieur le professeur R. Bélabbès.

Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude et de mes vifs remerciements pour m'avoir confié ce sujet, de m'avoir aidé, guidé et encouragé et que je ne saurai jamais assez remercier pour tout ce qu'il a fait.

J'exprime mes respectueux remerciements à Monsieur le Professeur C.E. Chitour, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique-Alger, pour l'honneur qu'il me fait de présider le jury.

Que Mesdames et Messieurs les membres du jury trouvent ici l'expression de mes vifs remerciements pour avoir accepté de juger ce travail.

Je remercie vivement Monsieur le Professeur J.M. Bessière, Professeur à l'Institut National Supérieur de Chimie de Montpellier, pour m'avoir accueillie dans son laboratoire et pour son aide, ses précieux conseils et les marques d'intérêt et de bienveillance qu'il n'a cessé de me prodiguer.

Que les collègues et amis du département de Génie-chimique de l'ENP, pour leur soutien moral, leur aide et leurs encouragements, en particulier Mesdames S. Charchari et R. Derriche, et Messieurs C.E.Chitour, T.Ahmed-Zaid et F.Aïouache trouvent ici l'expression de tous mes remerciements et ma profonde reconnaissance.

Je ne saurai jamais assez remercier toute ma famille, en particulier ma mère, mon épouse, mon fils Rayan et ma sœur Mounia, pour les sacrifices et l'amour qu'elle témoigne à mon égard. Que ma belle famille et Karim en particulier soient vivement remerciés pour toute l'aide et le soutien moral.

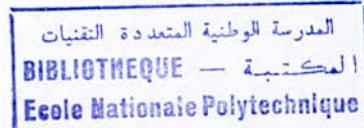
J'exprime mes vifs remerciements à tous les étudiants de Magister et de PFE qui ont contribué à ce travail.

SOMMAIRE

	<i>Page</i>
INTRODUCTION	1
<u>CHAPITRE.I</u> : matière végétale	3
<u>CHAPITRE.II</u> : étude analytique	22
<u>CHAPITRE.III</u> : extraction des essences de coriandre par différents procédés	43
<u>CHAPITRE.IV</u> : entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote (coriandre)	66
<u>CHAPITRE.V</u> : entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote (nigelle)	84
<u>CHAPITRE.VI</u> : modélisation	95
<u>CHAPITRE.VII</u> : simulation	128
<u>CHAPITRE.VIII</u> : dimensionnement de l'unité industrielle	138
CONCLUSION GENERALE	165
BIBLIOGRAPHIE	
ANNEXES	

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

EXTRACTIONS (Chapitres II, III, IV et V).

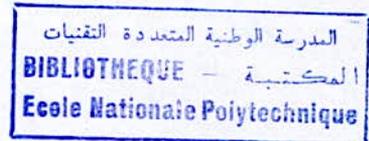


Ac.	: Acétate
C.G.	: Chromatographie en phase gazeuse
C.G./S.M.	: Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse
C(t)	: Rendement en essence à l'instant t, %
Coo	: Rendement en essence à l'équilibre, %
D	: Débit de vapeur d'eau, ml/mn
DBP1	: Polydiméthylsiloxane
H	: Taux d'humidité, %
M	: Masse de matière végétale, g
R _C	: Rendement en essence obtenue lors de l'extraction par solvant, %
R _E	: Rendement en huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau, %
R _H	: Rendement en huile essentielle obtenue par hydrodistillation, %
THF	: tétrahydrofuranne
a ₁	: Effet individuel de la masse de matière végétale sur le rendement
a ₂	: Effet individuel du débit de la vapeur d'eau sur le rendement
a ₁₂	: Effet conjugué de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau sur le rendement
b ₁	: Effet individuel de la masse de matière végétale sur la vitesse d'entraînement
b ₂	: Effet individuel du débit de la vapeur d'eau sur la vitesse d'entraînement
b ₁₂	: Effet conjugué de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau sur la vitesse d'entraînement
m _{HE}	: Masse d'huile essentielle, g
v _C	: vitesse d'extraction par solvant, mn ⁻¹
v _E	: Vitesse d'entraînement à la vapeur d'eau, mn ⁻¹
v _H	: Vitesse d'hydrodistillation, mn ⁻¹
t	: Durée d'extraction, mn
tr	: traces

MODELISATION (Chapitre 6).

A	: aire interfaciale, cm ²
D ₀	: coefficient de diffusion apparent (au temps t = 0), cm ² /s
D _a	: coefficient de diffusion apparent, cm ² /s
D _m	: coefficient de diffusion de l'espèce (i) dans le mélange, cm ² /s
F	: facteur de forme.
F ₀	: nombre de Fourier
K _c	: Pseudo-constante de vitesse de réaction, s ⁻¹
M	: masse de matière végétale sèche, kg
R	: distance radiale, cm
V _{particule}	: volume de la particule solide, cm ³

- V_{pores} : volume vide dans la particule solide, cm^3
 X : concentrations de soluté, % de matière végétale sèche
 \bar{X} : concentrations moyennes du soluté le long du rayon de la graine, % de matière végétale sèche
 X_0 : concentration initiale en soluté
 W : débit de soluté à l'interface, kg/h
 a : surface spécifique, cm^{-1}
 hl : pas sur la distance
 ht : pas sur le temps
 m : constante d'équilibre
 q : concentration dans la phase fluide, % de matière végétale sèche
 x_1, x_2, y : variables réduites
 τ : temps de contact final, s
 ε : porosité de la graine
 ε_{lit} : porosité du lit
 ρ_g : masse volumique apparente du solide
 ρ_{lit} : masse volumique apparente du lit de particules



Indices

- l : soluté libre
 f : soluté lié chimiquement

SIMULATION (Chapitre 7).

- P : pression
 R : constante des gaz parfaits
 T : température
 W : facteur acentrique
 f : fugacité

indices

- i : relatif à l'espèce chimique considérée
 c : critique
 r : réduite

Exposants

- 1 : phase 1
 2 : phase 2

DIMENSIONNEMENT (Chapitre 8).

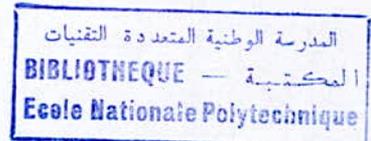


A_0	surface d'échange installée [m ²]
A	surface d'échange calculée [m ²]
B	espacement entre chicanes [cm]
C	concentration du soluté dans la phase dispersée [kg/m ³]
C_s'	concentration adimensionnelle de soluté dans la phase dispersée [kg/m ³]
D	diamètre [m]
D_{en}	diamètre interne de la calandre [cm]
E	coefficient de soudure
E	efficacité de la pompe
E_M	efficacité de Murphree
F	facteur de forme
FF	résistance d'encrassement [(kcal/hr.m ² .°C) ⁻¹]
F_s	facteur de sécurité
G	hauteur du garnissage [m]
H	hauteur [m]
H_{air}	enthalpie massique de l'air [kcal/kg]
$HEPT$	hauteur équivalente à un plateau théorique [m]
H_r	rétenion du liquide dans la colonne [m ³ /m ³]
H_{r_w}	rétenion de l'eau dans la colonne [m ³ /m ³]
H_u	humidité de l'air [kg d'eau /kg d'air sec]
K_{od}	coefficient global de transfert relatif à la phase solide (dispersée) [m/s]
L	longueur [m]
L_t	Longueur du tube de l'extracteur [m]
N	vitesse de rotation de la vis convoyeuse
N_u	nombre d'unités de transfert
N_c	nombre de chicanes
N_t	nombre de tubes
N_u	nombre de Nusselt
N_p	nombre de passes coté tube
P	pression effective [bar]
P_e	pression partielle de l'eau [bar]
Pr	nombre de Prandtl
ΔP	perte de charge [bar]
Q	quantité de chaleur [kcal/hr]
R	pas de la vis convoyeuse [m]
Re	nombre de Reynolds
T	température du fluide chaud [°C]
U	coefficient de transfert de chaleur [kcal/hr.m ² .°C]

V	volume [m ³]
VVH	vitesse spatiale [kg/m ³ .hr]
W	débit massique [kg/hr]
X	fraction vaporisée
Y	concentration de soluté dans la phase continue [kg/m ³]
Z	nombre de spires de la vis convoyeuse
a	aire interfaciale spécifique par unité de volume [m ⁻¹]
a _s	section de la calandre [m ²]
a _t	section des tubes [m ²]
c	distance minimale de passage [cm]
d	diamètre interne de la tige de la vis convoyeuse [m]
dp	diamètre moyen des particules [μ]
e	épaisseur [mm]
e _i	épaisseur du calorifuge [mm]
ev	quantité d'eau évaporée [kg/hr]
f	facteur de friction
g	accélération de la pesanteur, $g = 9.81 \text{ m/s}^2 = 32.2 \text{ ft/s}^2$.
h	coefficient de film [kcal/hr.m ² .°C]
h _f	hauteur différentielle [m]
hto	coefficient de film coté tube rapportée à la surface externe [kcal/hr.m ² .°C]
m	constante d'équilibre à l'interface
n _t	nombre d'étages théoriques
p	pas de tube [cm]
t	température du fluide froid [°C]
t _s	temps de séjour [mn]
v	vitesse d'écoulement
v _T	vitesse limite [m/s]
v _H	vitesse horizontale [m/s]
x	nombre de plateaux ou de supports de garnissage
α	coefficient de partage
φ	débit volumique [m ³ /s]
λ	conductivité thermique [kcal/hr.m.°C]
μ	viscosité [cP]
ρ	masse volumique [kg/m ³]
σ	contrainte admissible [bar]
τ	temps d'extraction [hr]

Indices

e	à l'entrée
c	continue
Ca	calandre



d dispersée
L liquide
L1 phase organique
L2 phase aqueuse
s en sortie
v vapeur
t tube

Exposants

* à l'équilibre

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

Le monde végétal offre des ressources inépuisables et l'Homme, depuis les temps les plus anciens, a appris à utiliser les végétaux avec opportunité pour ses besoins élémentaires, en ramassant tout d'abord les racines, les feuilles, les graines et les fruits sauvages et en se consacrant ensuite à la culture des espèces les plus intéressantes pour être sûr d'obtenir une récolte abondante.

L'une des valorisations possibles de cette richesse naturelle, que sont les plantes, est l'extraction de leurs essences, produits très recherchés par les industries de l'aromatization, de la parfumerie, des cosmétiques, de la pharmacie, de la chimie fine,...

De nos jours, une activité économique considérable se développe tant pour les arômes artificiels que naturels, et la recherche d'une production élevée et variée pose le problème de valorisation de nouvelles espèces végétales et de mise en œuvre de procédés d'extraction plus efficaces.

C'est dans ce contexte que nous nous proposons d'apporter une contribution à la valorisation de deux espèces: *Coriandrum sativum* et *L. Nigella sativa L.*, plantes n'ayant jusqu'à présent pas fait l'objet de travaux dans notre pays et ce, en menant des études, analytique de leurs essences et cinétique de leurs extractions.

Dans un premier chapitre introductif, rappelant les travaux antérieurs menés sur la coriandre et la nigelle, nous présenterons les matières végétales et précisément leurs fruits.

Dans un second chapitre nous nous intéressons à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse (C.G.) et par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (C.G./S.M.), des huiles essentielles obtenues par hydrodistillation ou par entraînement à la vapeur d'eau et des parties volatiles des extraits obtenus au moyen de différents solvants.

Après élucidation des compositions des essences des fruits de coriandre et de nigelle obtenues par différents procédés, nous passerons à l'étude de l'influence de certains paramètres opératoires sur le rendement et la composition des huiles essentielles obtenues par hydrodistillation, et par entraînement à la vapeur d'eau et des fractions volatiles des extraits issus de l'épuisement des fruits dans différents solvants, et ce à l'échelle du laboratoire.

Par ailleurs, nous suivrons la cinétique d'extraction des huiles essentielles à l'échelle semi-pilote, en étudiant l'influence sur le rendement de la masse de matière végétale et le débit du distillat, lors de l'entraînement à la vapeur d'eau.

Parallèlement, nous verrons l'influence de certains paramètres relatifs au procédé d'extraction et à la matière végétale, sur le rendement en huile essentielle (broyage, pelage, humidification).

Les relations classiques utilisées en génie-chimique pour les particules solides ne peuvent pas être appliquées pour la description de la plupart des espèces végétales. Leur géométrie n'est généralement pas uniforme, et leur structure interne est loin d'être homogène. Pour cela, notre intérêt s'est porté sur le fruit de coriandre (*Coriandrum sativum L.*) non seulement pour ses différentes utilisations, mais aussi pour sa forme géométrique de nature sphérique et ce dans le but de décrire un modèle de transfert de matière qui reflète au mieux la réalité.

Nous tenterons, lors de cette étude de proposer un modèle qui puisse représenter au mieux le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de coriandre d'Algérie.

Par ailleurs, nous tenterons de mettre en évidence l'influence du facteur de forme sur l'extraction solide-fluide en essayant d'appliquer le modèle aux fruits de *Nigella sativa L.* dont la forme géométrique peut-être considérée cylindrique.

Enfin, nous procéderons à la conception et à la simulation d'une unité d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau à échelle industrielle; ainsi qu'au dimensionnement et de l'estimation du coût des équipements principaux de l'installation.

CHAPITRE I:
MATIERE VEGETALE

	<i>Page</i>
<i>I.1 - DESCRIPTION BOTANIQUE</i>	3
<i>I.1.1 - Coriandrum sativum L</i>	3
<i>I.1.2 - Nigella sativa L</i>	4
<i>I.1.2.1- Mode opératoire</i>	6
<i>I.1.2.2- Interprétation des coupes</i>	6
<i>I.2 - UTILISATION</i>	9
<i>I.2.1 - Coriandrum sativum L</i>	9
<i>I.1.2 - Nigella sativa L</i>	10
<i>I.3 -TRAVAUX ANTERIEURS</i>	11
<i>I.3.1 - Coriandrum sativum L</i>	11
<i>I.3.2 - Nigella sativa L</i>	20

I.1 - DESCRIPTION BOTANIQUE

I.1.1 - *Coriandrum sativum* L.

La coriandre, *Coriandrum sativum* L., appartient à la famille des ombellifères. C'est une plante herbacée, haute de 20 à 80 centimètres et originaire du Moyen Orient [1,2]. Elle est reconnaissable au paradoxal contraste de ses deux odeurs: fraîche, elle exhale au froissement une odeur fétide de punaise, tandis que ses fruits mûrs et la plante sèche possèdent une odeur balsamique particulièrement agréable. Le nom dérivé du grec *koris*, punaise, fait allusion à cette fétidité caractéristique [3-5].

En plus de sa double odeur, la coriandre se distingue parmi les nombreuses espèces de la même famille par la double forme de ses feuilles, les plus inférieures sont brillantes, dentées et divisées en segments ovales, les autres sont filiformes [3-6]. De plus, les fleurs, d'un blanc rosé, formées en ombelles de 5 à 8 rayons [7], sont de deux sortes, les unes larges de 6 à 8 millimètres avec des pétales en coeur et inégaux lorsqu'elles sont en périphérie, les autres centrales, sont à pétales égaux [3,6-11].

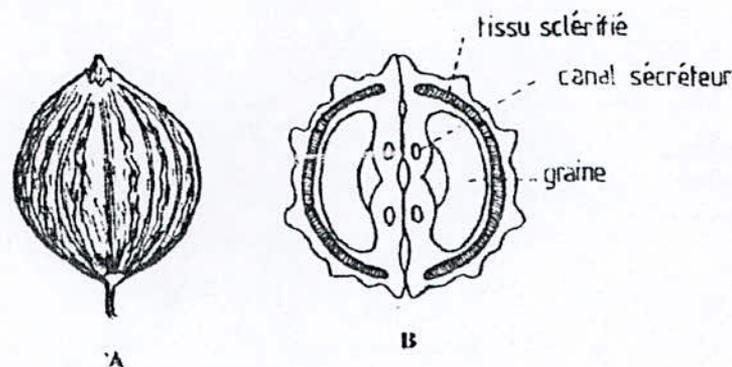


FIGURE 1: *Coriandrum sativum* L.

A: Fruit, B: Coupe transversale.

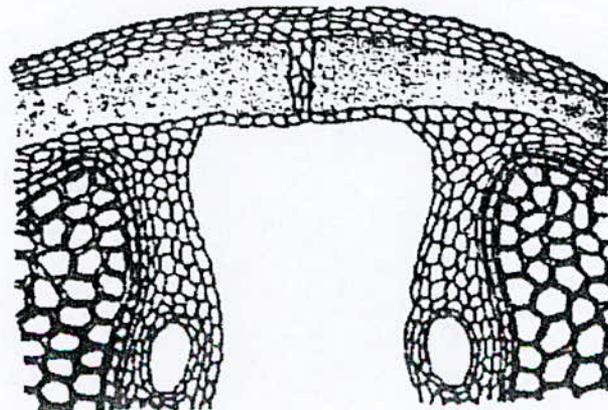


FIGURE 2: Fruit de coriandre. Structure anatomique.

La section transversale (figure 1), de forme circulaire, est caractérisée par la présence dans le péricarpe d'une assise plus ou moins large de tissus lignifié, formé de cellules fibreuses à parois épaisses (figure 2). La graine est réniforme et présente sur le milieu de sa face concave une proéminence de chaque côté de laquelle sont symétriquement placés deux larges canaux sécréteurs [7,13].

Les fleurs de coriandre donnent des fruits caractéristiques, sphériques et striés, appelés schizocarpes [2]. Ceux-ci, verts d'abord, puis d'un brin clair, mesurent en moyenne 3 à 5 millimètres de diamètre [12]. Ils sont formés de deux méricarpes étroitement unis et portant chacun cinq côtes primaires, flexueuses et quatre côtes secondaires saillantes qui s'étendent de la base au sommet [13].

I.1.2 - Nigella sativa L.

La *Nigella sativa L.*, de la famille des ranunculacées, est souvent appelée Cumin noir, quatre épices ou toute-épice, nigelle cultivée, sanoudj, kemoun açoued ou zerara [14,15].

C'est une plante herbacée verte, plus ou moins pubescente, à tige dressée, côtelée et anguleuse [16]. Sa hauteur ne dépasse pas 50 cm [17]. Les feuilles sont multifides ; les feuilles inférieures sont pétiolées, et les supérieures sessilées, linéaires et sous forme de fer de lance.

Les fleurs sont assez petites, de 2 à 2,5 cm de diamètre. Chacune d'elles contient cinq sépales; ces derniers, de couleur bleuâtre avec une tache verte au sommet et de forme ovale, sont plus ou moins acuminés et portent quelques poils épars sur le dos.

Les pétales sont ordinairement au nombre de huit ; ils sont largement onguiculés et très peu pubescents (encore moins que les sépales).

Les étamines, de couleur jaune et de 1,5 cm de long, sont oblongues et à peine apiculées.

Le gynécée est composé de quatre à six carpelles lisses, soudées seulement dans leur moitié inférieure et à trois nervures saillantes.(figure 3)

Les fruits sont des capsules divisées en cinq vésicules, renfermant des graines noires [18]. Ces graines sont granuleuses, de forme pyramidale et à faces triangulaires sensiblement planes, marquées de rides transversales et finement chagrinées. Leurs dimensions sont de un millimètre de largeur à la base et environ 1,5 mm de longueur. Les amandes sont blanches et huileuses ; l'écrasement de ces graines donne une odeur forte, aromatique, tenant du citron, du poivre et du Sassafras [14,16].

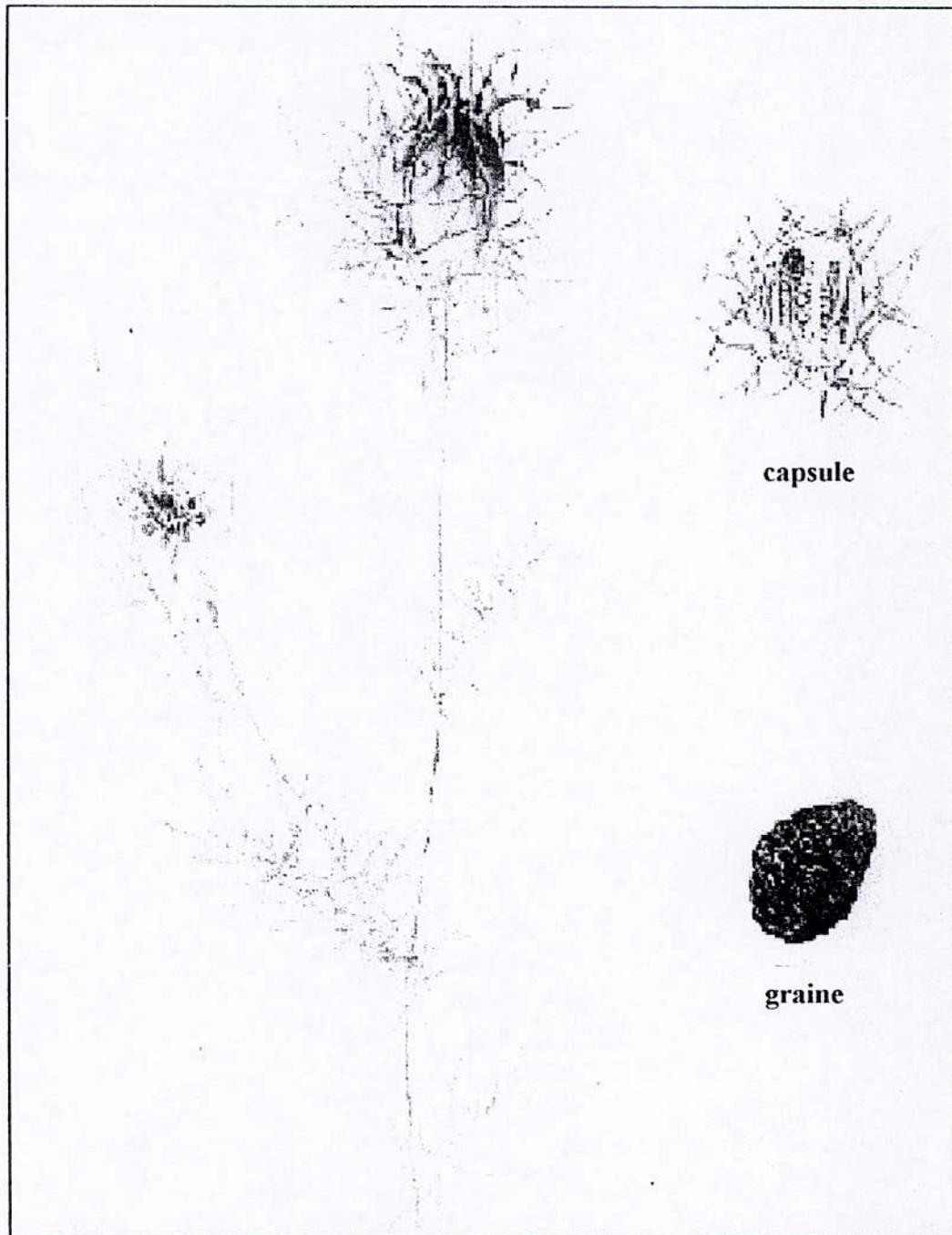


FIGURE 3: Vue Générale de la Nigella sativa L.

La *Nigella sativa* L. est l'une des quatre espèces de la *Nigella* L., les trois autres étant la *Nigella Damascena* L., la *Nigella Arvensis* L. et la *Nigella Hispanica* L. [19].

Originnaire du bassin oriental de la Méditerranée, cette plante se plaît en sol chauds et substantiels [15]; ainsi, elle est cultivée au sud de l'Europe, à l'ouest de l'Asie et au nord de l'Afrique [17]. La floraison se fait en Avril et Juin, et la récolte en Août [15].

Nous avons réalisé la coupe de la graine au département de Botanique de l'Institut National d'Agronomie (I.N.A. El-Harrach-Alger)

1.1.2.1- Mode opératoire

Prélèvement : coupe à main levée, à l'aide d'un scalpel.

Prétraitement : hypochlorite de sodium pendant 20 minutes.

Rinçage : eau distillée pendant une minute, puis acide acétique (5%) pendant 5 minutes.

Coloration : carmino-vert pendant 5 minutes (dite technique de double coloration).

Montage : les coupes ont été montées dans une goutte d'eau distillée entre lame et lamelle et observées immédiatement au microscope photonique de marque AUS JENA JENALUMAR.

1.1.2.2- Interprétation des coupes

Nous remarquons sur la figure 4.a que la majorité des cellules ont été quasiment vidées de leur contenu cellulaire du fait d'un traitement plus ou moins prolongé dans la solution d'hypochlorite de sodium. Cette étape permet à la lumière de traverser les cellules, rendant possible une observation au microscope. Elle permet aussi la détermination de leur nombre d'assises.

La technique de double coloration, qui fait appel au carmino-vert, conduit à la coloration des parois cellulosesiques en rose et des parois lignifiées en vert. Ceci nous a permis d'observer les coupes présentées sur les figures 4.b et 4.c.

Le tégument externe est composé d'une seule assise de cellules mortes à parois épaisses lignifiées (colorées en vert-bleu), papilliformes, irrégulières, présentant à son extrémité une courbure concave. Le tégument est un ornement décoratif qui rappelle la forme des rides.

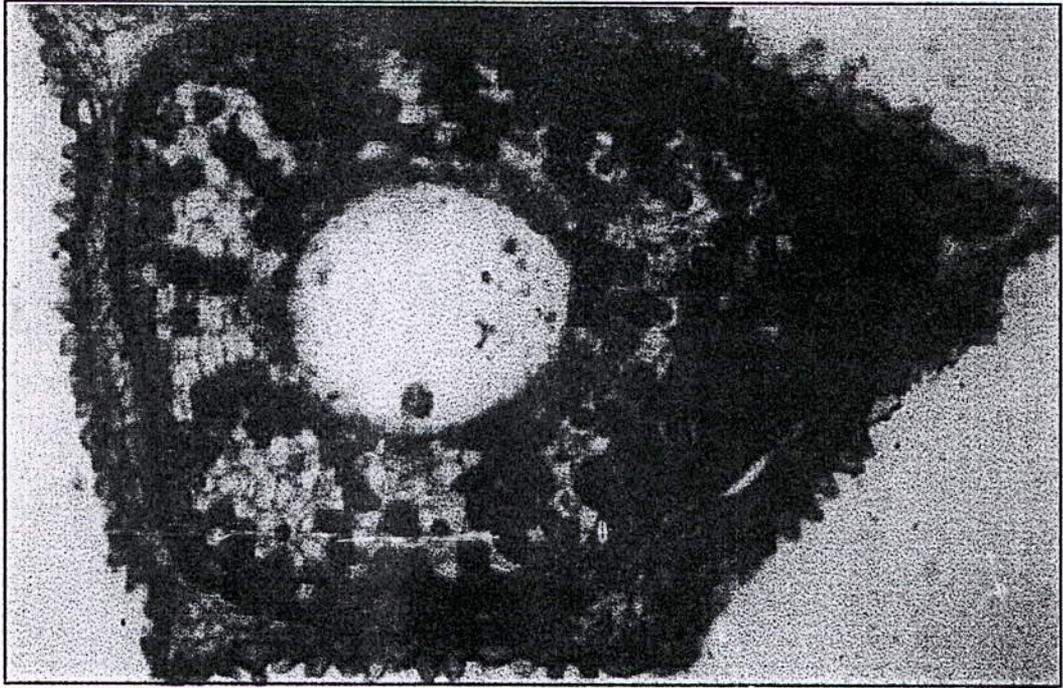


FIGURE 4A: Vue générale de la coupe transversale du fruit de Nigelle sativa L.(X20)



FIGURE 4B: Vue détaillée de la coupe transversale (X80)

Le tégument interne est composé de trois assises de cellules à parois cellulósiques ayant une forme allongée et aplatie tangentiellément. Nous pensons que ce tégument a pour rôle d'assurer la régénération du tégument externe lorsqu'il s'altère, au moment de la formation de la graine.

La couche protectrice (l'endosta) est constituée d'une seule assise de cellules à section rectangulaire, allongées dans le sens tangentiell, à parois transversales et latérales. Les parois latérales vers l'intérieur sont imprégnées de lignine et rappellent la forme de l'endoderme des monocotylédones. Les parois latérales vers le tégument interne ne sont pas imprégnées de lignine.

L'observation de parois épaisses nous laisse supposer que cette couche protège les réserves en huile et autres, en empêchant la pénétration de quelques micro-organismes qui possèdent les pectases et des cellulases ayant une action destructrice sur les parois.

L'albumen est un tissu de cellules vivantes, limitées par des cloisons cellulósiques. C'est un parenchyme de réserve, riche en amidon et en huile. On remarque au centre de la coupe, un « blanc ». Nous supposons qu'il correspond à un vide accumulant des produits sécrétés par le tissu de réserve de la graine, dont on ignore la nature et la composition réelles. Une étude approfondie mériterait d'être faite.

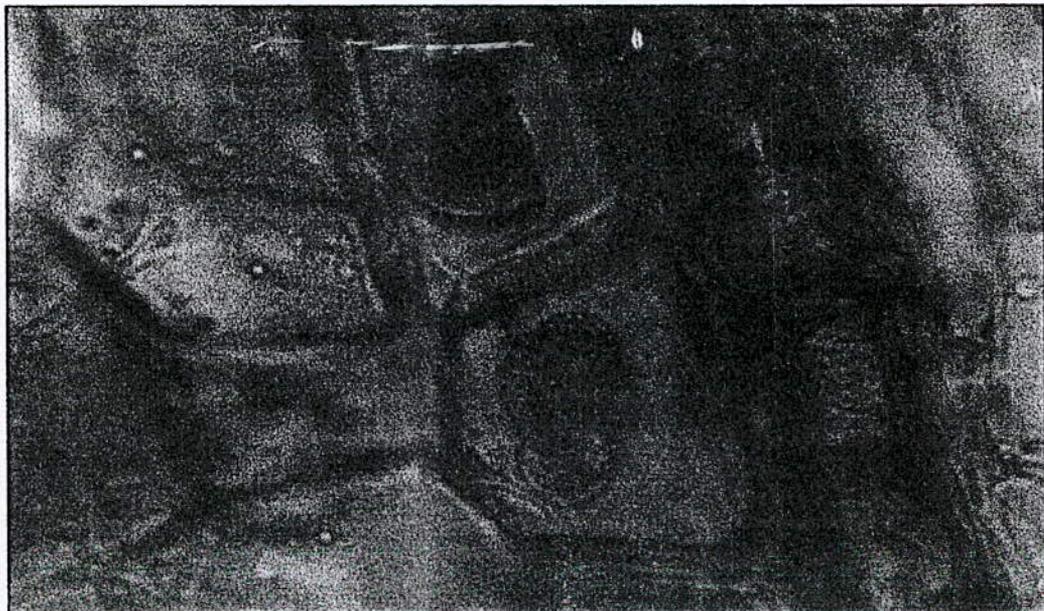


FIGURE 4C: Vue détaillée de la coupe transversale (X350)

En conclusion, nous pouvons dire que l'huile essentielle dans la graine se trouve dans des dépôts endogènes.

1.2 - UTILISATION

1.2.1 - Coriandrum sativum L.

Très anciennement cultivée, la coriandre est fréquemment mentionnée dans les textes égyptiens et les inscriptions hiérarchiques. Les fruits de cette drogue végétale ont été trouvés dans les tombeaux de l'Égypte ancienne. On les employait non seulement à des usages médicaux, mais encore pour rendre le vin plus enivrant [3].

Les graines de coriandre sont antispasmodiques par leur huile essentielle riche en linalol [8]. Elles sont aussi digestives, carminatives et vermifuges. On les emploie, en infusion dans la débilité de l'estomac et des voies digestives et dans le cas de jaunisse, d'insuffisance hépatique, de fièvre typhoïde et des affections colibacillaires. Dans la médecine vétérinaire, on emploie ces semences contre les coliques des animaux [20-21].

Les fruits de coriandre sont utilisés, comme épice, dans notre alimentation pour assaisonner les plats; ils apportent une saveur originale à la préparation culinaire, dans laquelle ils sont incorporés, et sont pour une bonne part responsable des plaisirs de la table [1,22]. On peut les utiliser pour parfumer aussi bien les plats sucrés que des plats épicés, des liqueurs et des confiseries [4]. Dans diverses régions, surtout orientales, on les ajoute aux légumes de conserve, à certaines espèces de pains et de gâteaux, on les confit dans le vinaigre pour aromatiser viandes et charcuteries; il arrive que les boulangers masquent la saveur des farines moisies en les transformant en pain aromatisé à la coriandre. On s'en sert également pour rehausser la saveur de certaines bières légères [3].

Sous forme d'extrait, les fruits de coriandre intéressent l'industrie pharmaceutique, la parfumerie où en sont souvent des ingrédients clés dans les eaux de toilette pour hommes, et l'industrie du tabac. Ils entrent également dans certaines compositions aromatiques destinées à l'industrie alimentaire.

I.1.2 - Nigella sativa L.

La *Nigella sativa L.* a une remontée historique très ancienne. En effet, elle fit partie des condiments observés sur les papyrus, les peintures murales et les sculptures de l'Egypte ancienne [23]. Elle fut aussi mentionnée par Hippocrate et dans la Bible [24].

Plusieurs savants musulmans s'intéressèrent à cette graine : Ibn Massa la recommanda contre la fièvre ; Ibn Sina contre les maux de tête, la paralysie faciale, la lèpre et les calculs rénaux ; Ahmed Ibn Ibrahim contre la chute de cheveux, les chancres et le tétanos ; Ibn El Bitar pour les femmes en couches, les problèmes de reins et la gale [17].

La graine de nigelle était employée pour aromatiser le vin et comme aromate de boulangerie. Elle était aussi utilisée en Europe, au moyen âge, afin de remplacer les épices trop coûteuses pour certaines bourses [23].

Il y a quelques années, on a séparé de l'huile essentielle un composé carbonylé, la nigellone, actif contre le bronchospasme provoqué par l'histamine [6].

De nos jours, la *Nigella sativa L.* est utilisée comme condiment et comme emménagogue, cholagogue, carminatif, vermifuge, diurétique et stimulant de la sécrétion du lait chez les nourrices. Elle a aussi un effet décontractant sur la musculature lisse [14,25-26]. Il ne faut toutefois pas en abuser car, comme beaucoup d'espèces de ranunculacées, elle présente une nocivité plus ou moins accentuée [27].

I.3 -TRAVAUX ANTERIEURS

I.3.1 - Coriandrum sativum L.

L'huile essentielle issue du fruit de coriandre a donné lieu à de nombreuses études sur sa composition chimique en raison de ses multiples applications dans l'industrie alimentaire (produits carnés, boissons alcooliques, confiserie) ainsi que dans les industries du tabac et du parfum.

Parmi les travaux effectués dans les années 60, citons ceux réalisés par Mahran et coll.[28] sur des fruits de coriandre collectés dans diverses régions d'Egypte. Les auteurs ont constaté que le linalol est le constituant principal de l'huile essentielle (65 à 72%), et qu'il est accompagné de limonène, d' α -pinène, de décanal, d' α -terpinéol, de bornéol, et de géraniol.

A la même époque, Schratz et Qadry [29-31] effectuent une étude de la biosynthèse des constituants volatils dans les différents organes de la plante, menée par analyse des huiles essentielles extraites successivement au cours de la maturation.

En 1971, Karlsen et coll. [32], analysant une huile essentielle produite avec des fruits acquis sur le marché bulgare, estiment, comme le montre le tableau.I.1 que l'huile essentielle contient 30% d'hydrocarbures et 70% de composés oxygénés. Parmi les hydrocarbures, l' α -pinène, le limonène et le sabinène sont prédominants. En revanche, dans la fraction oxygénée, le linalol est majoritaire, suivi du camphre et de l'acétate de géranyle.

Par ailleurs, ils réussirent à identifier plusieurs composants de moindres proportions que les précédents: le myrcène, le β -phellandrène, le camphène et le β -pinène, dans la fraction hydrocarbonée; le géraniol, le bornéol, l' α -terpinéol, le terpinène-4ol et l'acétate de linalyle dans la fraction oxygénée.

En 1977, l'équipe de Gupta [33], travaillant sur des graines indiennes, trouve que l'huile essentielle contient 41,5% de linalol et 21% d'acétate de linalyle. Les autres terpènes fonctionnalisés significatifs sont le thymol (7%), le bornéol (2,7%), le 1,8-cinéol, le citronellol, l'acétate de géranyle (1,5 à 2%), le géraniol, l'oxyde de β -caryophyllène, et l'élémol (inférieur à 1%). Parmi les principaux

hydrocarbures terpéniques, ils citent le β -caryophyllène (5,5%), l' α -pinène (5%), le limonène et le β -phellandrène (2%).

La même équipe, étudiant les extraits au chloroforme des graines soumis à un fractionnement chromatographique sur silice, a pu identifier trois composants non volatils: le psoralène, l'angélicine, et le coriandrinol.

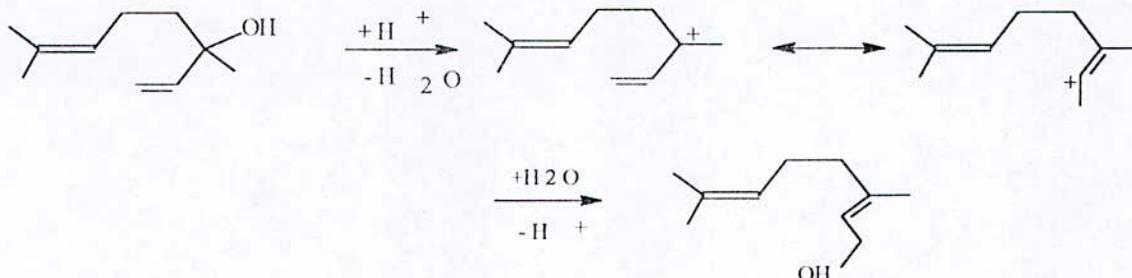
TABLEAU-I.1: Composition de l'huile essentielle des graines de coriandre selon Karlsen et coll.[32].

Hydrocarbures (30%)	Composés oxygénés (70%)
α -pinène	linalol
camphène	bornéol
β -pinène	α -terpinéol
sabinène	terpinène-4ol
α -phellandrène	géraniol
myrcène	acétate de linalyle
α -terpinène	acétate de géranyle
limonène	camphre
β -phlellandrène	
γ -terpinène	
terpinolène	
(Z) β -ocimène	
(E) β --ocimène	

Toujours en 1977, Jukneviene et coll.[34] se sont, pour leur part, intéressés à la composition de l'huile essentielle produite à partir des graines russes. L'analyse de cette huile a montré qu'elle était riche en linalol (70 à 75%) et qu'elle contenait les produits minoritaires précités en proportions inférieures à 7% . Parmi ces composés mineurs, les auteurs identifient pour la première fois le décanal.

Dès 1978, Sitnova et coll.[35] identifient, parmi les composés mineurs de l'huile essentielle de la coriandre, les oxydes de linalol (Z) et (E) et constatent que leur taux augmente de 0.1 à 5%, au terme d'un stockage prolongé. Aussi, les auteurs ont-ils conclu à l'existence de processus d'oxydation du linalol. Le stockage s'accompagne également de la formation de faibles quantités de

géraniol et de nérol. Ces deux alcools pourraient ne pas exister réellement au sein du matériel végétal; ils sont plus vraisemblablement formés par transposition allylique du linalol, durant l'hydrodistillation des graines. Ce processus a, en outre, été démontré par plusieurs autres auteurs.



Deux années plus tard, De Rijke et coll. [36] se sont intéressés aux composés minoritaires de l'huile essentielle; ils ont, pour la première fois, identifié les acides α et γ -campholéniques.

Par ailleurs, l'analyse de l'huile essentielle issue du fruit de coriandre vietnamien, et obtenue avec des rendements se situant entre 0.65 et 0.75%, a montré qu'elle était riche en linalol (90 à 94%) et qu'elle contenait du furfural [36].

Dans leur ouvrage édité en 1982, Formacek et Kubeczka [37], analysant, par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire du carbone-13, l'huile essentielle des graines de coriandre, conclurent à une composition classique avec 70% de linalol, 6% de limonène, 4% de camphre, 4% de p-cymène et des quantités moindres d' α -pinène et de β -phellandrène.

Dans une mise au point importante parue en 1986, Hirvi et coll. [38] précisèrent la composition chimique des huiles et des extraits de graines de coriandre.

Les auteurs ont travaillé sur des produits provenant de cultures finlandaises et sur des produits d'origine commerciale. Ils ont ainsi comparé les compositions de différents échantillons commerciaux avec ceux extraits, eux mêmes, par entraînement à la vapeur d'eau, au CO_2 et par solvant volatil au Soxhlet. Dans tous les cas, le linalol est majoritaire avec des taux variant entre 70 et 75%, ce pourcentage dépassant même 83% dans l'extrait au CO_2 . On notera également, comme le montre le tableau-I.2, le taux élevé du γ -terpinène dans plusieurs extraits.

TABLEAU-I.2: Composition chimique et teneur relative des constituants de différents extraits de graines de coriandre finlandais et commerciaux selon Hirvi et coll.[38].

Composé	E.V.E.	CO ₂	Soxhlet	Extraits commerciaux		
α-pinène	0.6	0.1	0.6	0.2	0.8	0.2
β-pinène	1.4	0.6	1.2	0.7	0.7	0.9
limonène	2.6	1.2	3.8	1.6	3.4	7.7
γ-terpinène	4.7	2.3	6.8	10.5	4.6	3.7
p-cymène	0.7	0.6	1.6	1.6	1.6	2.6
camphre	4.3	2.9	4.7	2.4	4.0	4.5
linalol	71.9	83.2	70.4	70.3	74.8	72.5
terpinène-4ol	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2
α-terpinéol	0.5	0.4	0.5	0.3	0.6	0.3
Acétate de géranyle	7.5	5.7	7.2	5.7	6.1	4.7
géraniol	4.0	2.4	2.8	3.4	1.7	1.8

Dans une étude complémentaire, les mêmes auteurs, à savoir Hirvi et coll. [39], précisèrent les intervalles de variation aussi bien du rendement en extrait (0.3 à 1.4%) que des taux du linalol (48 à 77%), du γ-terpinène (7 à 17%) et de cinq autres produits secondaires. Les auteurs soulignent que le degré de maturité des graines est un paramètre déterminant dans le contrôle du rendement et de la qualité des huiles essentielles.

Dans une autre étude, Lamparsky et Klimes [40], examinant en détail l'huile essentielle de coriandre, retrouvent, comme le montre le tableau.-I.3, les résultats obtenus précédemment.

En outre, ils identifièrent une quinzaine de composés hétérocycliques azotés, présents en très faibles quantités et contribuant, de manière non négligeable, à l'arôme de l'huile, du fait de leur seuil de perception olfactive très faible.

Les travaux effectués sur l'huile essentielle de coriandre durant ces dernières années [40-49], ont eu pour objectif de préciser ses caractéristiques particulières.

Ainsi, en 1986, Dogan et coll.[41] ont examiné la composition chimique de l'huile provenant de différentes régions de Turquie; ils soulignent que ces huiles se comparent favorablement avec les huiles commerciales issues d'origines géographiques différentes.

En utilisant plusieurs techniques analytiques, Heide et coll.[42] identifient les phénols et les acides, composants minoritaires de l'huile essentielle, que nous reportons dans le tableau.I-4.

TABLEAU.I-3: Composition chimique et teneur relative des constituants de l'huile essentielle du fruit de coriandre, selon Lamparsky et Klimes [40].

Composés	Teneur relative (%)
α -pinène	3.60
camphène	0.87
β -pinène	0.28
sabinène	0.17
myrcène	1.35
δ 3-carène	traces
α -phellandrène	0.01
limonène	1.90
α -terpinène	0.08
β -phellandrène	0.14
γ -terpinène	4.70
p-cymène	1.70
linalol	69.10
acétate de linalyle	0.05
camphre	5.20
terpinène-4ol	0.28
α -terpinéol	0.59
bornéol	0.18
géraniol	0.90
acétate de géranyle	4.70

En 1987, Gaydou et Randrianiharosoa [43] évaluèrent la composition énantiomérique du linalol en opérant par chromatographie sur colonne chirale, après dérivation du linalol sous forme d'isocyanate de phényléthyle. Ils confirment ainsi que le linalol issu des graines de coriandre possède bien la stéréochimie 3S [44,45].

En 1988, Lawrence [44] a déterminé la variabilité inhérente à la maturité du fruit de coriandre dans la composition chimique des principaux constituants de l'huile essentielle, présentée dans le tableau.I-5.

TABLEAU.I-4: Phénols et acides carboxyliques identifiés dans l'huile essentielle de coriandre, selon Heide et coll. [42].

Phénols	Acides carboxyliques
phénol	acide nonanoïque
o-crésol	acide décanoïque
m-crésol	acide undécanoïque
p-crésol	acide dodécanoïque
o-éthyl phénol	acide méthyl-2 propionique
diméthyl-2,4 phénol	acide méthyl-3 butyrique
carvacrol	acide méthyl-4 valérique
thymol	acide méthyl-7 otanoïque
guaïacol	acide méthyl-8 nonanoïque

Par ailleurs, lors de ce même travail, Lawrence identifia un certain nombre de composés infiniment minoritaires que nous citons: citronellol, , myristicine, α -thuyène, (Z) β -ocimène, (E) β -ocimène, heptadécane, nérol, géraniol, , (E) 2-dodécanal, octadécane, dodécanol, heptanal, isovaléraldéhyde, valéraldéhyde, méthyl-chavicol,, (Z), (E) allo-ocimène et α -p-diméthylstyrène.

Lawrence, qui s'est intéressé longuement à la coriandre, a étudié la composition des graines immatures [46]. Il a noté que l'huile issue de ces graines contient relativement peu de linalol (25.8%), mais qu'elle est particulièrement riche en aldéhydes aliphatiques; ainsi, le E décénal-2 représente 27% du mélange, comme le montre le tableau.I-6.

Compte tenu de ce résultat surprenant, Lawrence a effectué, en 1991, une étude précise concernant la composition chimique du *coriandrum sativum* à différents stades de sa maturité, présentée dans le tableau.I-7.

TABLEAU I-5: Variabilité inhérente à la maturité du fruit de coriandre dans la composition chimique des principaux constituants, selon Lawrence [44].

Composé	Teneur (%)	Composé	Teneur (%)
α -pinène	0.5 - 6.5	décanal	t - 0.3
camphène	0.4 - 1.1	linalol	60.0-80.0
β -pinène	0.3 - 0.4	acétate de linalyle	t - 5.1
sabinène	t** - 0.2	camphre	1.2 - 5.0
δ 3-carène	t - 0.6	β -caryophyllène	t - 0.5
myrcène	0.2 - 0.7	undécanal	t - 0.1
α -terpinène	t - 0.1	terpinène-4ol	t - 0.3
α -phellandrène	t - 0.5	trans-décenal-2	t - 0.1
limonène	1.7 - 3.1	bornéol	0.1 - 1.5
β -phellandrène	t - 0.1	α -terpinéol	0.1 - 0.3
γ -terpinène	t - 0.1	acétate d' α -terpényle	t - 0.2
p-cymène	2.1 - 3.7	dodécenal	0.1 - 0.2
terpinolène	t - 0.1	acétate de géranyle	2.3 - 7.9
nonalal	t - 0.1	géraniol	0.8 - 9.5
(Z)-oxyde de linalol	t - 0.1	nérolidol	t - 0.1
(E)-oxyde de linalol	t - 0.1		

** :traces inférieurs à 0.1%

TABLEAU I-6: Composition chimique et teneur relative des constituants de l'huile essentielle des fruits de coriandre immatures, selon Lawrence [46].

Composé	Teneur(%)	Composé	Teneur(%)
pentanal	0.4	ll.linalol + octanol	25.8
α -pinène	2.1	β -caryophyllène	0.1
camphène	0.2	décenal-5	0.3
β -pinène	0.2	undécenal	t
sabinène	0.1	menthol	0.2
myrcène	0.2	acétate de menthyle	1.5
Limonène	0.7	(E) décenal-2	27.0
1,8-cinéol	0.1	nonanol	0.2
γ - terpinène	3.0	α -humulène	0.1
p-cymène	1.1	dodécenal	0.6
terpinolène	0.6	dodécenal-7	0.4
octanal	0.5	acétate de géranyle	0.2
hexanol	0.1	(E) undécenal-2	4.8
nonanal	0.1	tridécenal	0.4
menthone	1.3	E dodécenal-2	5.5
décenal	13.2	dodécanol	0.1

TABLEAU.I-7: Comparaison de la composition chimique du coriandrum sativum à différents stades de sa maturité, selon Lawrence [46].

Composé	Stades de maturité					
	1	2	3	4	5	6
octanal	1.2	11.2	0.8	10.7	0.4	0.4
nonanal	0.5	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1
décanal	30.0	18.0	11.9	6.3	6.2	1.6
camphre	0.1	1	0.5	1.3	2.2	2.4
(E) décénal-2	20.6	46.5	46.5	40.6	30.9	3.9
dodécenal	3.3	1.7	1.0	0.6	0.5	0.4
(E) undécénal-2	2.6	2.2	1.4	–	–	–
tridécenal	3.1	1.9	2.6	0.9	1.1	0.5
dodécénal-2	7.6	8.1	5.9	4.6	4.8	2.5
tétradécenal	0.7	0.3	0.1	0.1	0.1	0.2
(E) tridécénal-2	0.5	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1
(E) tétradécénal-2	0.4	2.6	1.7	1.5	1.6	1.7
linalol	0.3	4.3	17.5	30.1	40.9	60.4
géraniol	0.2	0.1	0.3	0.7	0.9	1.4
acétate de géranyle	4.2	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7

1:Coriandre commençant à fleurir; 2:Floraison presque totale; 3:Pleine floraison; 4:Après floraison (50% fleurs + 50% fruits); 5:Fruits immatures (fructification totale); 6:Fruits mûrs.

Ce tableau montre nettement que le linalol s'accumule progressivement dans les fruits au fur et à mesure de leur maturation: l'huile issue des fleurs avant ouverture ne contient que 0.3% de linalol et ce taux augmente jusqu'à 60.4% dans les fruits mûrs. Parallèlement, le E décénal-2 évolue de 20.6% à 3.9% en passant par un maximum de 46.5% dans le stade de pleine floraison; de même le taux de décanal passe de 30% à 1.6%. Les taux du E tétradécénal-2 et le dodécénal-2 évoluent de la même manière. On signalera pour terminer l'apparition progressive du camphre dont le taux passe de 0.1% à 2.4% .

Dans un travail récent, Perineau et coll.[47] se sont intéressés à la technologie de traitement des fruits de coriandre. Les auteurs ont opéré à l'échelle semi-pilote sur des lots de graines en provenance de Bulgarie et d'Argentine. La composition des huiles obtenues est normale; l'agitation des graines et surtout leur broyage dans le turbo-distillateur accélèrent le processus de récupération de l'huile essentielle. Le rendement passe de 0.9% au bout de huit heures pour des graines entières à 1.3% au bout de cinq heures pour des graines broyées et agitées. Parallèlement, les auteurs ont

étudié la cinétique de l'hydrodistillation; ils ont ainsi noté que le linalol distille relativement plus vite que les autres composants.

Quelques laboratoires se sont intéressés aux composants organiques non volatils des graines. Nous avons déjà signalé l'identification du psoralène, de l'angélicine et du coriandrinol par Gupta et coll.[33].

Par ailleurs, Rao et coll.[48] ont identifié trois phospholipides: phosphatidycholine, phosphatidylethanolamine et phosphatidylinositol.

Nous venons de voir que la plupart des travaux relatifs à la coriandre ont porté sur les fruits. Cependant, quelques publications font état de la composition chimique des composants volatils de la partie aérienne.

TABLEAU.I-8: Composition chimique et teneur relative des constituants de l'huile essentielle des feuilles de coriandre, selon Potter et Fagerson [49].

Composé	Teneur(%)	Composé	Teneur(%)
nonane	0.2	methyl-8 nonéal-2	1.3
octanal	0.5	C ₁₂ -éal	0.1
nonanal	0.2	methyl-9 décéal-2	0.1
(E) nonéal-2	0.3	dodécéal-11	0.2
C ₁₀ -éal	0.3	dodécanal	1.6
(Z) décéal-4	0.3	(E) dodécéal-2	10.3
décéal-9	0.8	dodécène-2ol-1	1.4
décanal	4.4	tridécanal	0.1
undécanol-1	0.2	(E) tridécéal-2	0.7
(E) décéal-2	46.1	tétradécéal-13	0.1
décène-2ol-1	9.2	tétradécanal	0.7
décanol-1	4.3	(E) tétradécéal-2	5.8
undécéal-10	0.1	tétradécène-2ol-1	0.6
undécanal	0.5	pentadécanal	0.1
dodécéal-4	0.1	pentadécéal-2	0.7
(E) undécéal-2	5.6	hexadécéal-2	0.4
undécène-2ol-1	0.9	heptadécanal	0.3

Récemment, Potter et Fagerson [49] ont analysé précisément l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation des feuilles de coriandre dans un appareil de Likens-Nickerson. L'huile essentielle est principalement constituée par des aldéhydes dont le (E) décéal-2 (46%), le (E) dodécéal-2

(10%) et le (E) tétradécenal-2 (6%); ces aldéhydes sont accompagnés, comme le montre le tableau.I-8, d'alcools correspondants en moindres quantités.

On rappellera que ces aldéhydes étaient présents dans les fruits immatures et que leurs proportions s'amenuisaient lors de la maturation. A côté de ces composés volatils, les feuilles de coriandre contiennent un certain nombre de coumarines et d'isocoumarines; ces composés, dont la coriandrone, hautement photoactifs, ont fait l'objet d'un certain nombre d'études [50,51].

I.3.2 - Nigella sativa L.

Notons que la nigelle, n'a pas fait l'objet de beaucoup de travaux et les articles faisant état de cette plante sont peu fréquents.

Ustun et son équipe déterminèrent les caractéristiques ainsi que les constituants de l'extrait des graines de la *Nigella sativa L.* Les résultats de leurs expériences révélèrent que les constituants majoritaires étaient les acides linoléique et oléique. L'extrait contenait aussi une part appréciable d'acides gras saturés à chaîne normale, en particulier l'acide palmitique. Il a été aussi établi que la présence d'enzymes lipasiques dans la graine, provoquant une hydrolyse enzymatique à la température ordinaire, pourrait augmenter le taux d'acides libres de 40% et plus. Ce fait pourrait rendre l'huile plus facilement hydrolysable. Cette dernière verrait alors son application, en tant qu'huile siccatrice, dans le revêtement des surfaces. [52].

Menounos, Kostis et Gegiou s'intéressèrent aux stérols de l'huile obtenue par extraction à l'acétone. Ils isolèrent les stérols à l'état libre, les esters stéroliques, les glucosides stéroliques et les acétates de glucoside. Le stérol était représenté dans sa majorité par les glucosides stéroliques. Les esters stéroliques apparaissaient plus riches que les stérols à l'état libre en 4-méthylstérol et en alcools triterpéniques. Δ^7 stérols n'étaient présents que dans la fraction d'esters stéroliques qui étaient aussi riches en obfusilfoliol (Δ^8 -4 α -méthylstérol). Les acides insaturés se trouvaient en plus grande quantité dans les acides gras que dans les acétates de glucosides et les esters stéroliques [53].

D'autres chercheurs s'investirent dans l'isolation de quelques alcaloïdes. Citons l'équipe de Rahman qui isola et détermina la structure d'un alcaloïde auquel elle donna le nom de nigelline [24]. La même équipe isola plus tard la nigellimine, un nouvel alcaloïde isoquinoline (1-méthyl-6,7-diméthoxy isoquinoline), se trouvant sous forme de traces dans les graines de la *Nigella sativa L.* [54].

Ansari et son équipe isolèrent une saponine de l'extrait éthanolique des graines de la *Nigella sativa L.* L'analyse chromatographique (CG/SM) révéla l'existence d'un acide triterpénoïque et de six sucres. La saponine fut identifiée comme étant 3-0-[B-D-xylopyranosyl-(1-3)- α -L-rhamnopyranosyl-(1-2) α -L-arabinopyranosyl]-28-0-[α -L-rhamnopyranosyl-(1-4)- β -D-glucopyranosyl-(1-6)- β -D-glucopyranosyl]-hederagenin [55].

P-S.RATHE et Coll. ont montré que les extraits de nigelle en général et en particulier l'huile essentielle ont des propriétés anti-microbiennes très appréciables [56].

Enfin, en Algérie, peu de chercheurs s'intéressèrent à cette matière végétale. Dans le domaine de l'agronomie, Mokeddem étudia les dates et les doses optimales de semis de la *Nigella sativa L.* en zone Mitidja sans irrigation [57].

CHAPITRE II: **CONTROLE ANALYTIQUE**

	<i>Page</i>
<i>II.1- ETUDE ANALYTIQUE DES HUILES ESSENTIELLES PRODUITES PAR HYDRODISTILLATION.</i>	23
<i>II.1.1 - Préparation des échantillons d'huiles essentielles</i>	23
<i>II.1.2 - Conditions d'analyse des échantillons d'huiles essentielles.</i>	24
<i>II.1.3 – Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par Hydrodistillation des graines de coriandre</i>	25
<i>II.1.4 – Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par Hydrodistillation des graines de nigelle</i>	27
<i>II.2- ETUDE ANALYTIQUE DES HUILES ESSENTIELLES PRODUITES PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU</i>	28
<i>II.2.1 – Préparation des échantillons d'huiles essentielles</i>	28
<i>II.2.2 – Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre</i>	29
<i>II.2.3 – Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau des graines de nigelle</i>	31
<i>II.3. ETUDE ANALYTIQUE DES ESSENCES ISSUES DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT DES GRAINES DE CORIANDRE ET DE NIGELLE.</i>	32
<i>II.3.1. Préparation des concrètes</i>	32
<i>II.3.2 – Etude analytique des concrètes des graines de coriandre</i>	33
<i>II.3.3 – Etude analytique des concrètes des graines de nigelle</i>	40

De composition très complexe, les huiles essentielles contiennent un nombre très important de constituants appartenant en majeure partie à la classe des terpènes [58].

La complexité de ces mélanges naturels volatils a nécessité d'avoir des techniques de séparation et d'analyse très performantes. En effet, depuis quelques années, la chromatographie en phase gazeuse (C.G.) et la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (C.G./S.M.) ont donné une efficacité nouvelle à l'analyse des substances volatiles [59,60].

Les premières études menées sur les huiles essentielles avaient pour but l'identification des constituants majoritaires. Actuellement, les études s'orientent de plus en plus vers la recherche des constituants mineurs, mais olfactivement intéressants ou présentant une activité pharmacologique particulière [61,62].

Une huile essentielle est très fluctuante dans sa composition, sur laquelle intervient un grand nombre de paramètres qu'ils soient d'ordre naturel, soit d'origine intrinsèque (génétique, localisation, maturité), soit d'origine extrinsèque (sol, climat,...), ou d'ordre technologique, c'est à dire liés au mode d'exploitation du matériel végétal [63].

En vue d'apprécier la qualité de nos substrats végétaux, nous nous sommes intéressés, dans ce chapitre, à l'étude analytique d'une part, des huiles essentielles de coriandre et de nigelle et d'autre part, des fractions volatiles de leurs extraits produits par différents solvants.

Concernant la coriandre, l'ensemble de la matière végétale utilisée est issue d'un même lot de graines et provenant de la région de **SETIF**, située dans le Nord - Est algérien. Les graines de nigelle utilisées pour nos travaux, sont aussi issues d'un même lot qui provient de la région de **BISKRA**, située dans le sud algérien [64,65].

II.1- ETUDE ANALYTIQUE DES HUILES ESSENTIELLES PRODUITES PAR HYDRODISTILLATION.

Dans cette partie nous nous sommes intéressés à la préparation et à l'analyse, par C.G. et C.G./SM. des huiles essentielles des graines de coriandre et de nigelle en vue d'évaluer la qualité des extraits et de vérifier ainsi, la conformité de nos matières végétales.

II.1.1 - Préparation des échantillons d'huiles essentielles.

Les hydrodistillations des graines de coriandre et de nigelle ont été menées, durant 9 heures, au moyen de l'appareillage schématisé sur la figure.5.

La matière végétale, baignant dans l'eau bouillante, est disposée dans un ballon à deux cols, d'une capacité de 2 litres, relié à un réfrigérant. La vapeur d'eau produite entraîne les constituants volatils qui, après condensation dans le réfrigérant, sont recueillis dans le récipient de recette. L'huile est ensuite séparée du distillat par extraction liquide-liquide au moyen de l'éther diéthylique.

- 1 - Alimentation en eau
- 2 - Récipient de recette
- 3 - Matière végétale + Eau bouillante
- 4 - Réfrigérant

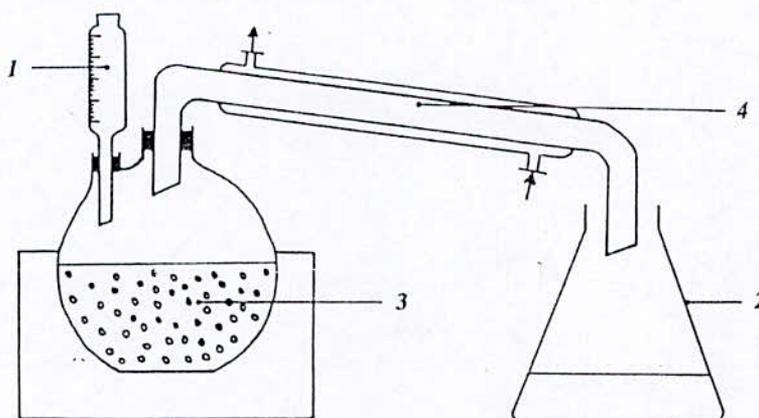


FIGURE 5 : Schéma du dispositif expérimental de l'hydrodistillation.

II.1.2 - Conditions d'analyse des échantillons d'huiles essentielles.

Les huiles essentielles récupérées ont été soumises, en premier lieu, à des analyses par chromatographie en phase gazeuse. L'appareil utilisé est de marque Delsi Instrument, série 330, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et relié à un intégrateur enregistreur de type Shimadzu CR.6A Chromatopac. La séparation a été effectuée sur une colonne capillaire en silice fondue, greffée d'une couche de polydiméthylsiloxane (DBP1).

Les analyses qualitatives ont été ensuite complétées par C.G./S.M. en utilisant un chromatographe Hewlett-Packard, série 5890.A, couplé à un spectromètre de masse Hewlett-Packard, série 5970.A. Le traitement des données a été effectué à l'aide d'un micro-ordinateur Hewlett-Packard 9153, série 300.

Les conditions opératoires d'analyse par C.G. et par C.G./S.M. sont les suivantes :

Colonne:

Phase stationnaire	: DBP1.
Nature	: Silice fondue.
Longueur	: 25 mètres.
Diamètre intérieur	: 0,23 millimètre.
Épaisseur du film	: 0,2 μ m

Températures:

Injecteur	: 200°C.
Détecteur	: 250°C.
Colonne	: 50 à 220°C à raison de 5°C / minute.

Gaz vecteurs:

C.G.	: Azote, Débit = 1 millilitre / minute.
C.G./S.M.	: Hélium, Débit = 1 millilitre / minute.

Volume injecté : 0,1 microlitre.

II.1.3 - Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation des graines de coriandre.

La composition chimique de cette huile est présentée dans le tableau.II-1. Nous avons pu identifier plus de 85% des composés constituant de notre huile essentielle à l'aide des spectres de masse, des indices de rétention et pour certains en nous servant d'étalons.

TABLEAU.II-1 : Composition chimique de l'huile essentielle produite par hydrodistillation des graines de coriandre de Sétif (Algérie). Comparaison avec d'autres travaux de référence.

Composés	Teneur	Analyses de référence (%)			
	(%)	[49]	[46]	[39]	[42]
α -pinène	0.09	7.3	3.9	3.46	3.60
camphène	—	0.7	0.7	0.68	0.87
β -pinène	—	0.5	0.4	0.72	0.28
sabinène	—	0.4	0.4	0.10	0.17
myrcène	0.17	0.7	0.9	0.41	1.35
p-cymène	0.18	tr	2.1	3.89	1.70
limonène	—	1.8	1.6	6.20	1.90
γ -terpinène	0.60	8.5	6.9	2.72	4.70
cinéol-1,8	0.07	—	—	—	—
terpinolène	—	tr	—	0.25	—
linalol	70.20	68.0	70.0	69.33	69.10
camphre	1.82	3.7	7.7	4.12	5.20
terpinène4-ol	0.48	2.3	0.5	—	0.28
α -terpinéol	0.28	0.5	0.4	0.33	0.59
octanal	2.17	—	—	—	—
dodécane	0.50	—	—	—	—
géraniol	—	1.4	0.8	1.06	0.90
acétate de géranyle	1.62	—	2.3	1.01	4.70
dodécanal	0.45	—	—	—	—
β -caryophyllène	0.21	—	—	—	—
α -humulène	0.73	—	—	—	—
nérolidol	0.48	—	—	—	—
acide myristique	5.90	—	—	—	—

L'examen de ce tableau montre que l'huile essentielle algérienne est comme les autres principalement constituée de terpènes.

Sur le plan quantitatif, le composé majoritaire est le linalol (70%) et ce, conformément à toutes les données de la littérature [40-56]. Ce composé est accompagné de produits en faible quantité, tels que le camphre, l'octanal, l'acétate de géranyle, l'acide myristique...

α -pinène (1)		acétate de géranyle (12)
myrcène (2)	camphre (7)	dodécanal (13)
p-cymène (3)	terpinène 4-ol (8)	β -caryophyllène (14)
cinéol-1,8 (4)	α -terpinéol (9)	α -humulène (15)
γ -terpinène (5)	octanal (10)	nérolidol (16)
linalol (6)	dodécane (11)	acide myristique (17)

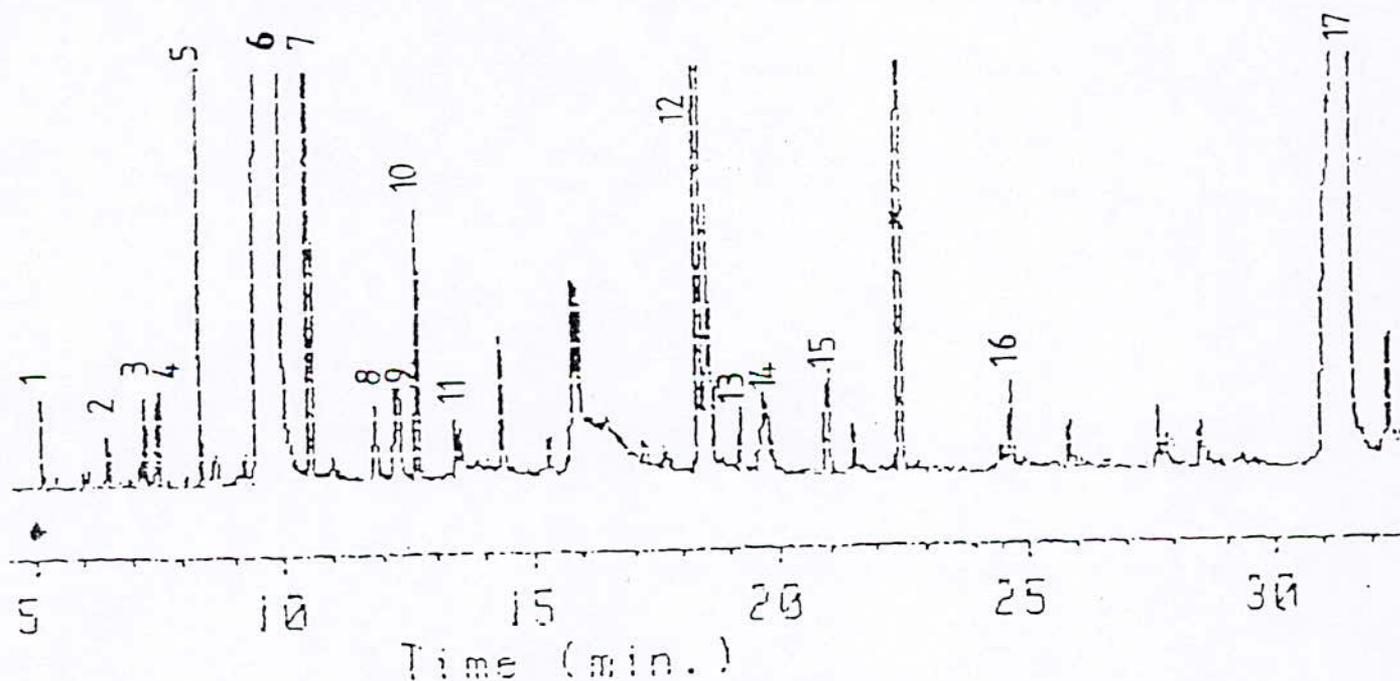


FIGURE 6 : Chromatogramme de l'huile essentielle des graines de coriandre, obtenue par hydrodistillation.

II.1.4 - Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation des graines de nigelle.

De la même manière que pour les graines de coriandre, nous avons préparé par hydrodistillation un échantillon d'huile essentielle de graines de nigelle, que nous avons analysé dans les conditions précitées. L'analyse de cette huile a fourni le chromatogramme donné en figure.7. Nous avons récapitulé les teneurs des principaux constituants dans le tableau.II-2.

TABLEAU.II-2: Composition chimique de l'huile essentielle produite par hydrodistillation des graines de nigelle .

Composés	Teneur relative (%)
α -thuiène	14.6
α -pinène	3.2
sabinène	1.5
β -pinène	3.5
α -terpinène	0.2
p-cymène	46.4
cinéole-1,8	0.2
limonène	2.2
linalol	1.1
camphre	0.2
terpinène 4-ol	0.7
thymol	0.1
carvacrol	2.3
alcanes	24.5

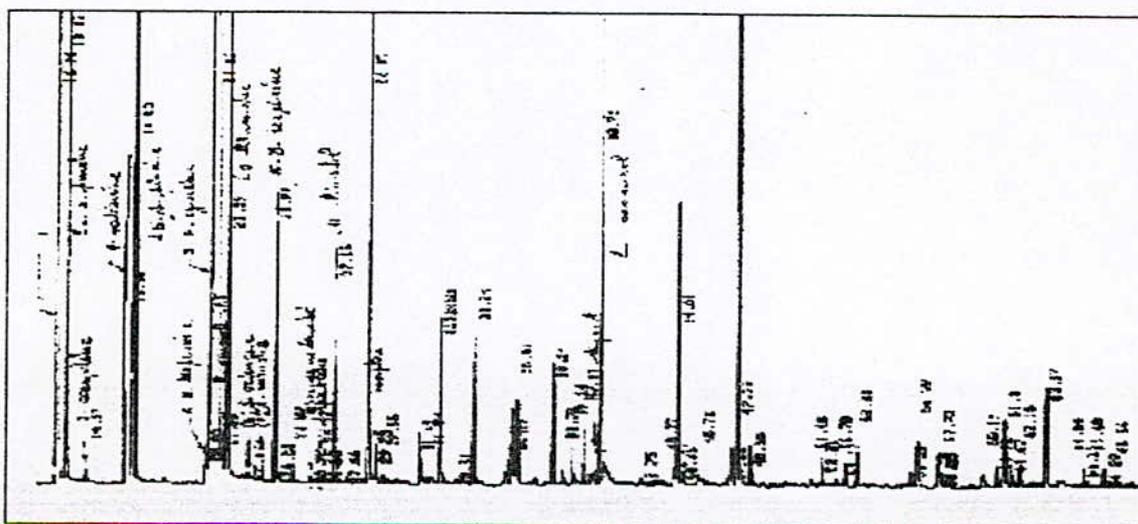


FIGURE 7 : Chromatogramme de l'huile essentielle des graines de nigelle, obtenue par hydrodistillation.

II.2- ETUDE ANALYTIQUE DES HUILES ESSENTIELLES PRODUITES PAR ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU.

Dans le but de vérifier l'éventuelle dégradation des huiles essentielles obtenues par hydrodistillation des graines de coriandre et de nigelle, du fait de leur contact prolongé avec le milieu aqueux (pH = 6,5) porté à ébullition, nous avons procédé à la récupération des essences des fruits de coriandre et de nigelle par entraînement à la vapeur d'eau, suivie de leur analyse par chromatographie en phase gazeuse.

II.2.1 - Préparation des échantillons d'huiles essentielles.

L'entraînement à la vapeur d'eau des graines a été mené, durant 9 heures, au moyen de l'appareillage schématisé sur la figure.8. Il est constitué d'un ballon, d'une capacité de deux litres, rempli d'eau bouillante et surmonté d'une colonne en verre contenant la matière végétale. La vapeur d'eau se dégageant du ballon traverse le lit de graines et entraîne les constituants de l'huile essentielle à travers un réfrigérant où ils sont condensés puis recueillis dans récipient de recette. L'huile essentielle est ensuite séparée du distillat par extraction liquide-liquide au moyen de l'éther diéthylique.

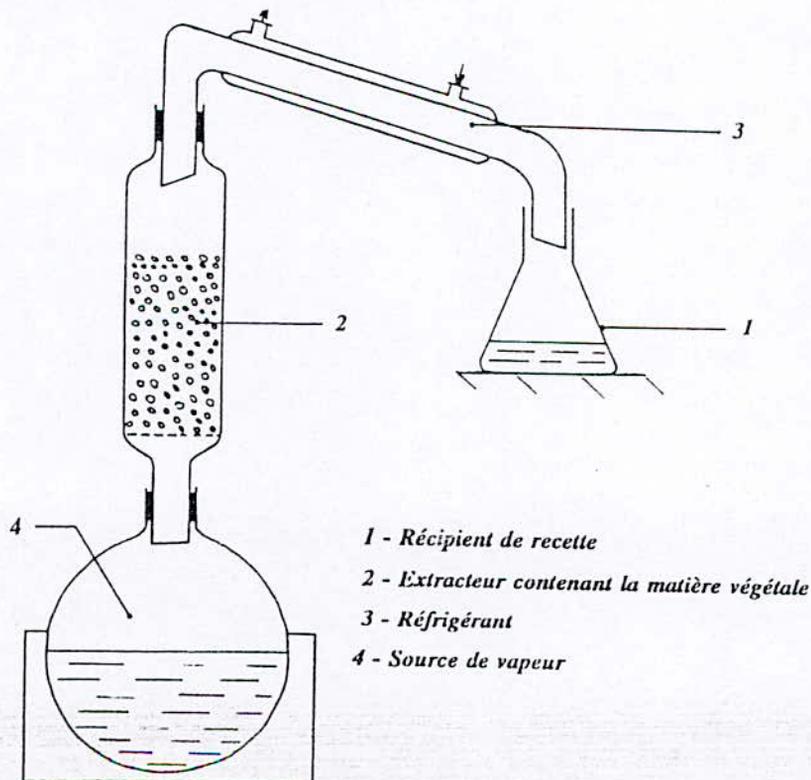


FIGURE 8 : Schéma du dispositif expérimental
de l'entraînement à la vapeur d'eau.

II.2.2 - Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre.

L'huile essentielle récupérée par entraînement à la vapeur d'eau a été soumise à l'analyse chromatographique dans les mêmes conditions que les huiles issues de l'hydrodistillation des graines. Les résultats de cette analyse sont récapitulés dans le tableau.II.3.

TABLEAU.II-3: Composition chimique de l'huile essentielle produite par entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre.

Composés	Teneur relative (%)
α -pinène	0.31
myrcène	0.16
p-cymène	0.13
γ -terpinène	0.20
cinéole-1,8	0.08
linalol	80.33
camphre	1.36
terpinène4-ol	0.14
α -terpinéol	0.42
octanal	3.06
dodécane	0.53
acétate de géranyle	1.75
dodécanal	0.24
β -caryophyllène	0.33
α -humulène	0.79
nérolidol	0.14
acide myristique	2.44

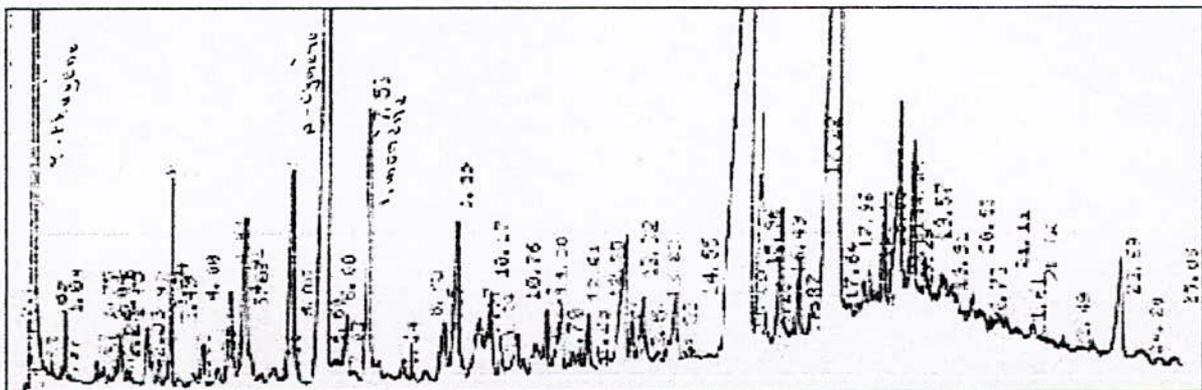
II.2.3 - Composition chimique de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau des graines de nigelle.

L'huile essentielle récupérée par entraînement à la vapeur d'eau des graines de nigelle a été soumise à l'analyse chromatographique dans les mêmes conditions que les huiles issues de l'hydrodistillation des graines. Les résultats de cette analyse sont récapitulés dans le tableau.II.4.

TABLEAU.II-4: Composition chimique de l'huile essentielle produite par entraînement à la vapeur d'eau des graines de nigelle .

Composés	Teneur relative (%)
α -thuiène	13.5
α -pinène	3.2
sabinène	1.5
β -pinène	5.5
α -terminène	0.2
p-cymène	46.4
cinéole-1.8	0.2
limonène	4.2
linalol	1.5
camphre	0.3
terminène 4-ol	0.7
thymol	0.2
carvacrol	26
alcanes	23.4

Ce tableau montre que l'huile essentielle produite par entraînement à la vapeur d'eau des graines de nigelle présente une composition chimique comparable à celle issue d'une hydrodistillation.



II.3. ETUDE ANALYTIQUE DES ESSENCES ISSUES DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT DES GRAINES DE CORIANDRE ET DE NIGELLE.

Une autre manière de récupérer les composants volatils d'une matière végétale consiste en une première extraction par solvant volatil du matériel végétal, suivie d'un entraînement à la vapeur d'eau de l'essence obtenue.

Le procédé d'extraction par solvants volatils consiste à épuiser la matière végétale de ses constituants odorants au moyen d'un solvant ou de mélanges binaires de solvants, dans des extracteurs hermétiquement clos. Outre les substances aromatiques, les solvants organiques extraient des cires et des colorants naturels.

Cette partie de notre étude s'intéresse à l'extraction et à l'analyse des composantes volatiles des essences obtenues par épuisement des graines de coriandre dans différents solvants.

II.3.1. Préparation des concrètes.

Les essais ont été conduits dans un extracteur de type Soxhlet, d'une capacité de 500 millilitres, schématisé sur la figure. 11.

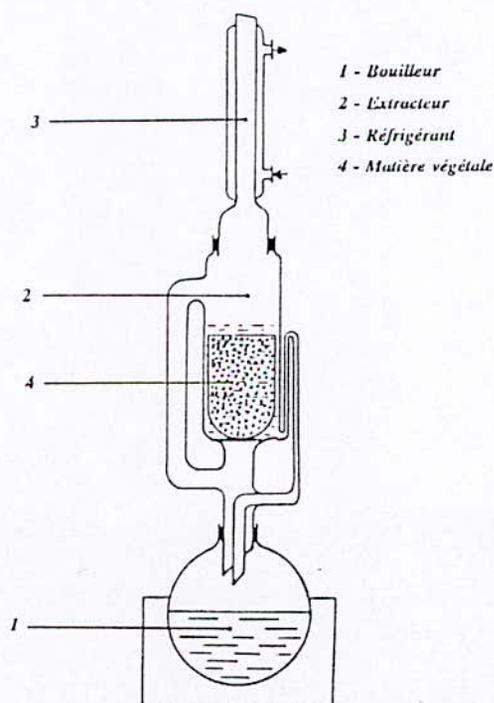


FIGURE 11 : Schéma du dispositif expérimental d'extraction par solvant dans un Soxhlet

Les graines sont conditionnées dans un extracteur fixé sur le col d'un ballon, contenant le solvant, et surmonté d'un réfrigérant. Le solvant s'évapore, se condense et s'écoule sur la matière végétale.

Lors de cette étape d'imprégnation, des phénomènes de diffusion et d'échange s'établissent entre le substrat végétal et le solvant.

Lorsque le corps de l'extracteur est plein, le solvant chargé de soluté, appelé, miscella, est soutiré périodiquement par l'amorçage d'un siphon.

Ce mécanisme induit une aspiration violente et donc un lessivage efficace du solvant imbibant la matière végétale. Le solvant se trouvant dans le ballon s'enrichit petit à petit en soluté et la matière végétale est toujours mise en contact avec du solvant fraîchement distillé.

Après épuisement total des graines, le solvant chargé subit une distillation atmosphérique suivie d'une distillation sous vide.

II.3.2 - Etude analytique des concrètes des graines de coriandre.

Un essai au pentane a été conduit; et d'un point de vue organoleptique, la concrète récupérée ne restitue nullement l'odeur caractéristique des graines de coriandre.

Afin d'élucider la composition de l'huile essentielle contenue dans la concrète et de pouvoir la comparer à celle obtenue par hydrodistillation des graines, nous avons procédé à son analyse par C.G. et par C.G./S.M. dans les conditions opératoires données précédemment.

Les teneurs des constituants majoritaires identifiés sont regroupées dans le tableau II-5.

L'examen de ce tableau montre des différences significatives dans la composition de la fraction volatile de la concrète, comparée à celle de l'huile essentielle obtenue précédemment.

A notre avis, cette différence pourrait être due à l'une ou l'autre des hypothèses suivantes:

1-Le linalol pourrait se trouver protégé à l'intérieur des cellules végétales; l'accès du solvant serait difficile et ralentirait considérablement l'extraction du produit.

2-Le linalol pourrait se trouver lié à une phase solubilisable (ose, acide), il ne peut apparaître alors à l'état libre dans le chromatogramme.

TABLEAU II-5: Composition chimique de la fraction volatile de la concrète produite par extraction des graines de coriandre au pentane.

Composés	Teneur (%)	Méthodes d'identification		
		a	b	c
linalol	5.40	+	+	+
dodécane	tr	+	+	+
tridécane	tr	+	+	+
acide C ₁₀	tr			+
acétate de géranyle	tr	+	+	+
tétradécane	0.08	+	+	+
β-caryophyllène	tr	+	+	+
alcane ramifié en C ₁₅	1.37			+
acide laurique	2.11		+	+
hexadécane	8.00		+	+
heptadécane	13.13	+	+	+
acide myristique	63.20		+	+
hexahydrofarnésylacétone	tr		+	+
acide pentadécanoïque	tr		+	+

a: étalons ; b: indices de rétention ; c: spectres de masse

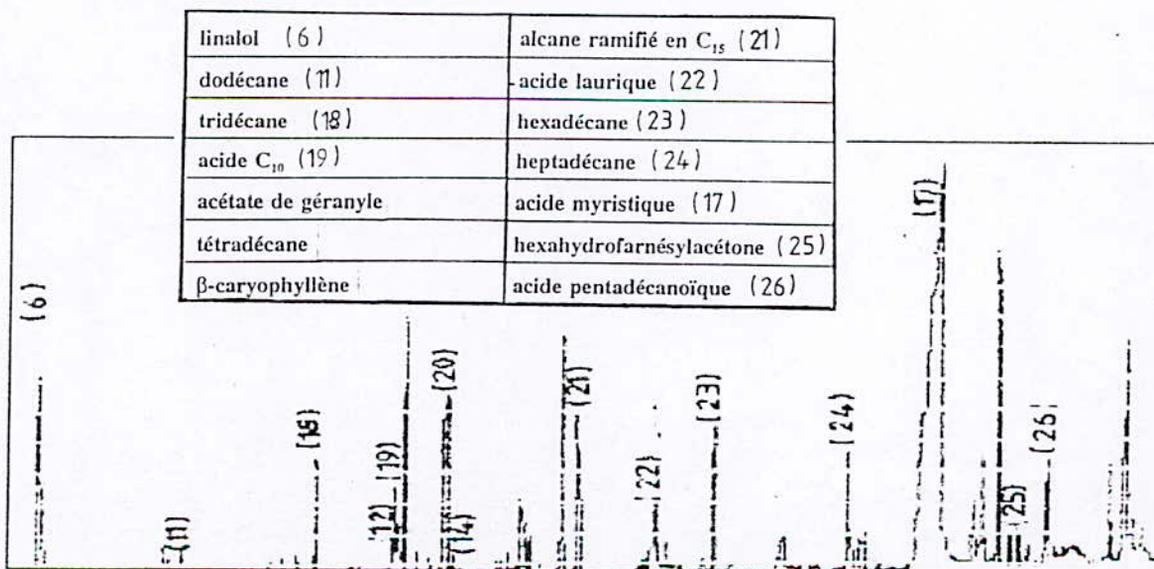


FIGURE 12 : Chromatogramme de la fraction volatile de l'extrait obtenu par épuisement des graines de coriandre dans le pentane.

En effet, le chromatogramme, présenté sur la figure 12 fait apparaître la présence des acides gras libres; les plus importants sont des composés saturés: acide myristique et acide laurique. La présence de ces produits lipidiques est quasi-générale dans toutes les matières végétales et en particulier dans les graines. L'extrait contient aussi, normalement, la série homologue des alcanes, du dodécane à l'heptadécane. Cependant le linalol, représentant environ 70% de l'huile essentielle et choisi en tant que marqueur qualitatif des différents extraits préparés au cours de notre étude, se trouve en proportion nettement très inférieure à celle caractérisant l'huile essentielle; en conséquence, les proportions de certains composés minoritaires de l'huile essentielle apparaissent, ici, plus importants.

Nous avons essayé d'apporter des éléments de réponse à ce problème en effectuant un certain nombre d'expérimentations et d'analyse.

Dans un premier temps, nous avons procédé à des extractions en utilisant deux autres solvants, en l'occurrence, le tétrahydrofurane et le méthanol.

Les échantillons des extraits récupérés ont été analysés par C.G. dans les mêmes conditions opératoires citées précédemment.

Les teneurs des principaux constituants identifiés sont reportées dans le tableau II-6.

Une grande variabilité de la composition des produits recueillis dans la fraction volatile de l'extrait au tétrahydrofurane est observée, comparée à celle de l'huile essentielle produite lors de l'hydrodistillation. En revanche, la composition de cette huile est comparable à celle de la fraction volatile de l'extrait alcoolique.

Ainsi, mis à part l'extrait au méthanol, les fractions volatiles des extraits produits par les autres solvants présentent des compositions très différentes de celle issue d'une hydrodistillation directe des graines.

D'un point de vue organoleptique, seul l'extrait obtenu au méthanol restitue fidèlement l'odeur de notre matériel végétal.

TABLEAU.II-6: Composition chimique des fractions volatiles récupérées par entraînement à la vapeur d'eau des différentes concrètes.

COMPOSES	SOLVANTS	
	THF	Méthanol
α -pinène	0.07	tr
myrcène	Tr	0.51
p-cymène	0.24	tr
cinéole-1.8	Tr	tr
γ -terpinène	0.44	0.52
linalol	0.18	62.60
camphre	Tr	1.81
terpinène 4-ol	0.12	0.33
α -terpinéol	5.65	tr
octanal	0.98	1.47
dodécane	0.16	0.21
acétate de géranyle	0.72	2.26
dodécanal	Tr	0.26
β -caryophyllène	Tr	0.20
α -humulène	Tr	0.51
nérolidol	Tr	tr
acide myristique	1.00	7.75

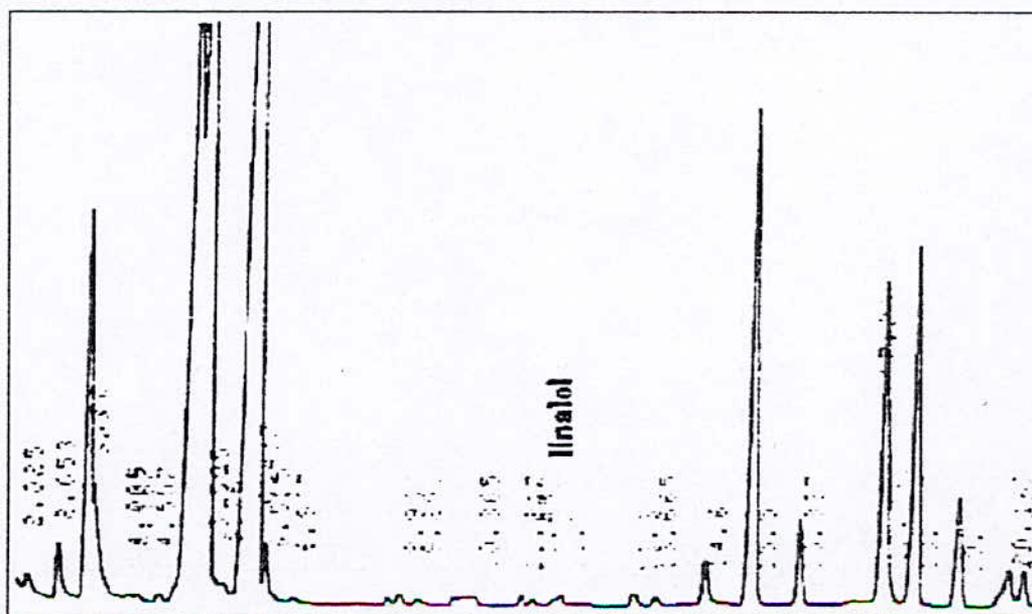


FIGURE 13 : Chromatogramme de la fraction volatile de l'extrait obtenu par épuisement des graines de coriandre dans le tétrahydrofurane.

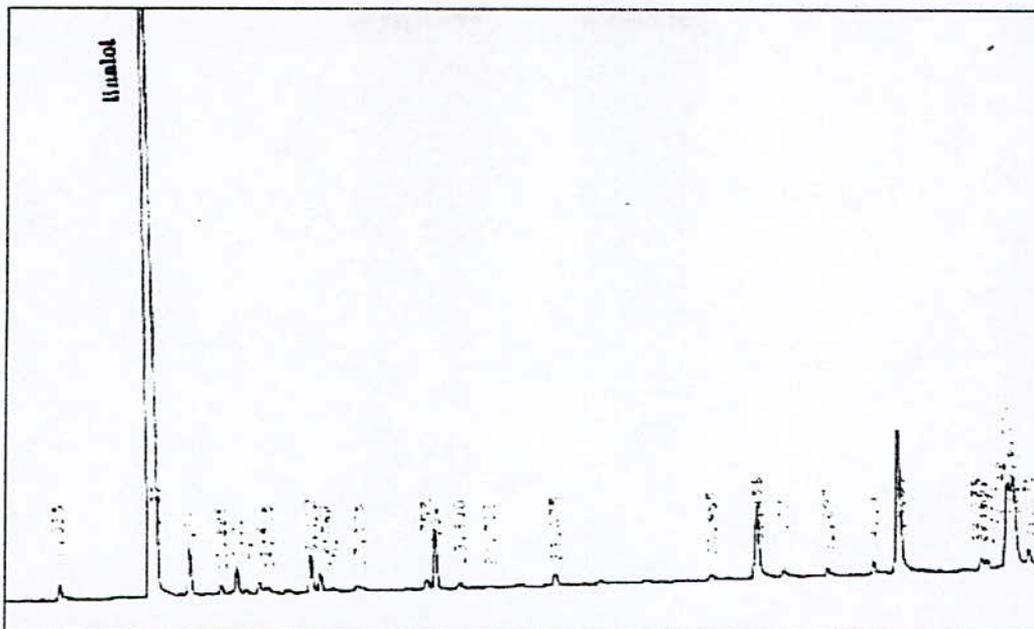


FIGURE 14 : Chromatogramme de la fraction volatile de l'extrait obtenu par épuisement des graines de coriandre dans le méthanol.

Dans une deuxième série d'essais, nous avons imaginé d'effectuer sur la matière végétale, préalablement épuisée par ses solvants, des hydrodistillations selon les protocoles expérimentaux précédemment établis.

L'analyse chromatographique des huiles essentielles récupérées a donné des compositions chimiques regroupées dans le tableau.II-7.

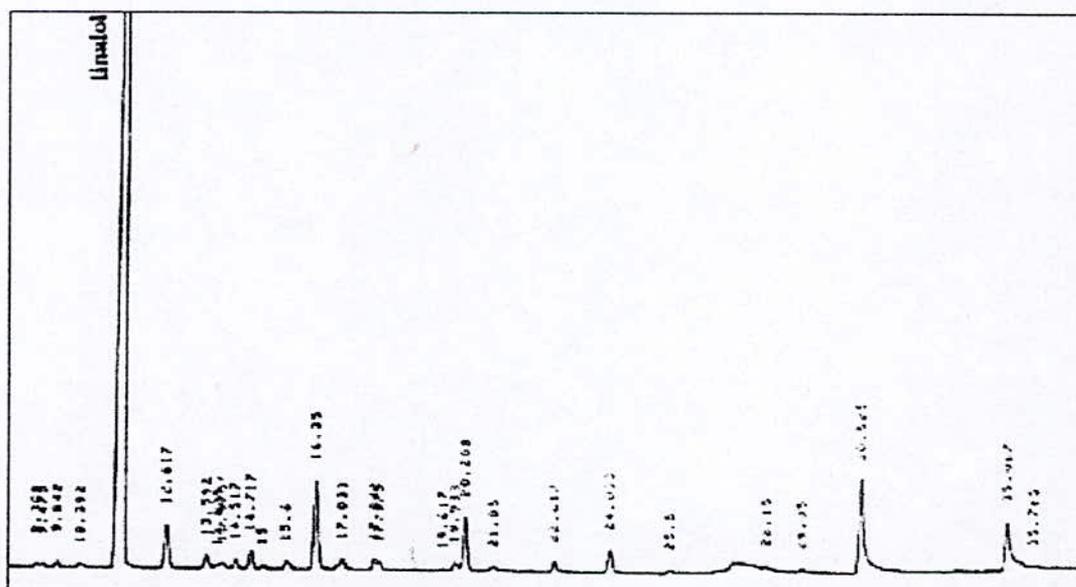


FIGURE 15 : Chromatogramme de l'huile essentielle, obtenue par hydrodistillation, des graines de coriandre préalablement épuisées au pentane.

TABLEAU.II-7: Composition chimique des huiles essentielles récupérées par hydrodistillation des graines préalablement épuisées par les différents solvants.

COMPOSES	Teneurs relatives (%)		
	Pentane	THF	Méthanol
α -pinène	0.31	0.31	--
myrcène	0.16	0.31	--
p-cymène	0.13	0.32	--
cinéol-1,8	0.21	0.58	--
γ -terpinène	0.08	2.19	--
linalol	80.33	82.71	--
camphre	1.36	2.70	--
terpinène 4-ol	0.60	0.52	--
α -terpinéol	0.42	0.19	--
octanal	3.07	2.14	--
dodécane	0.53	0.15	--
acétate de géranyle	1.75	1.52	--
dodécanal	tr	0.02	--
β -caryophyllène	0.24	0.03	--
α -humulène	0.33	0.44	--
nérolidol	0.15	0.07	--
acide myristique	4.04	0.64	--

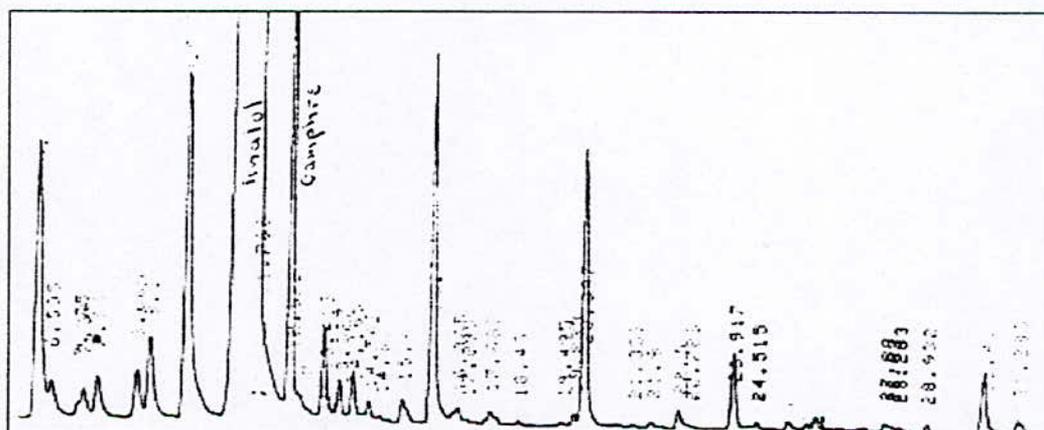


FIGURE 16 : Chromatogramme de l'huile essentielle, obtenue par hydrodistillation, des graines de coriandre préalablement épuisées au T.H.F.

L'examen de ce tableau montre que les huiles essentielles issues des graines, préalablement épuisées par le pentane et le tétrahydrofurane, présentent des compositions comparables à celle de l'huile essentielle produite par hydrodistillation directe du substrat végétal.

Notons que le linalol se trouve en proportions comparables dans les huiles essentielles issues de l'hydrodistillation des graines épuisées au pentane, au tétrahydrofurane et des graines non épuisées dans un solvant.

Par ailleurs, l'hydrodistillation des graines préalablement traitée au méthanol n'a pratiquement rien donné.

Au terme de ces différents essais, nous tendons à privilégier la première des deux hypothèses: le linalol semble être localisé à l'intérieur de cellules végétales à parois cellulodiques à caractère hydrophile. Les solvants de nature essentiellement lipidiques (pentane, tétrahydrofurane) s'avèrent incapables de pénétrer dans ces cellules pour en extraire le composant; par contre, les solvants hydroxylés (eau, méthanol) peuvent franchir la paroi cellulaire pour libérer le linalol.

Afin de conforter cette conclusion, nous avons réalisé un essai d'extraction des graines, préalablement broyées, au diméthylformamide, solvant à haut point d'ébullition (153°C). Cette opération a été suivie d'une hydrolyse à chaud du solvant chargé en extrait. Une extraction liquide-liquide par l'hexane a été enfin menée dans le but de récupérer les produits d'hydrolyse.

L'analyse par C.G. de l'extrait au diméthylformamide d'une part, et du produit de l'hydrolyse d'autre part, a donné des teneurs en linalol de l'ordre de 20% dans l'extrait avant hydrolyse et d'environ 82% après hydrolyse de ce dernier. Ainsi, l'hydrolyse a eu pour effet d'augmenter considérablement la teneur en linalol de l'extrait obtenu au diméthylformamide. Ce résultat implique que du linalol est présent dans l'extrait au diméthylformamide sous une forme combinée non volatile; il serait libéré de cette combinaison par hydrolyse. Nous aboutissons ainsi à une conclusion opposée à celle formulée précédemment, à savoir qu'une fraction du linalol semble être liée à une phase non solubilisable par le pentane et le tétrahydrofurane.

II.3.3 - Etude analytique des concrètes des graines de nigelle.

Afin d'identifier les constituants majeurs de l'extrait de *Nigella sativa L.*, nous avons préparé un échantillon d'essence en traitant 30 grammes de nigelle dans un Soxhlet, par le pentane, dans les mêmes conditions que pour la coriandre.

L'analyse chromatographique, dans les conditions déjà citées, a produit le profil présenté sur la figure 17. L'identification des différents constituants a été effectuée sur la base des spectres de masse, des indices de rétention, et parfois en utilisant des étalons. Il faut noter que cette identification est incomplète, et que notre intérêt s'est porté uniquement sur les constituants majeurs de l'huile essentielle.

Ces résultats d'analyse montrent que les constituants volatils de l'huile essentielle, se trouve en faible quantité dans l'extrait au pentane. et que dans ce dernier nous constatons la présence d'acides gras, tels que l'acide myristique et l'acide palmitique.

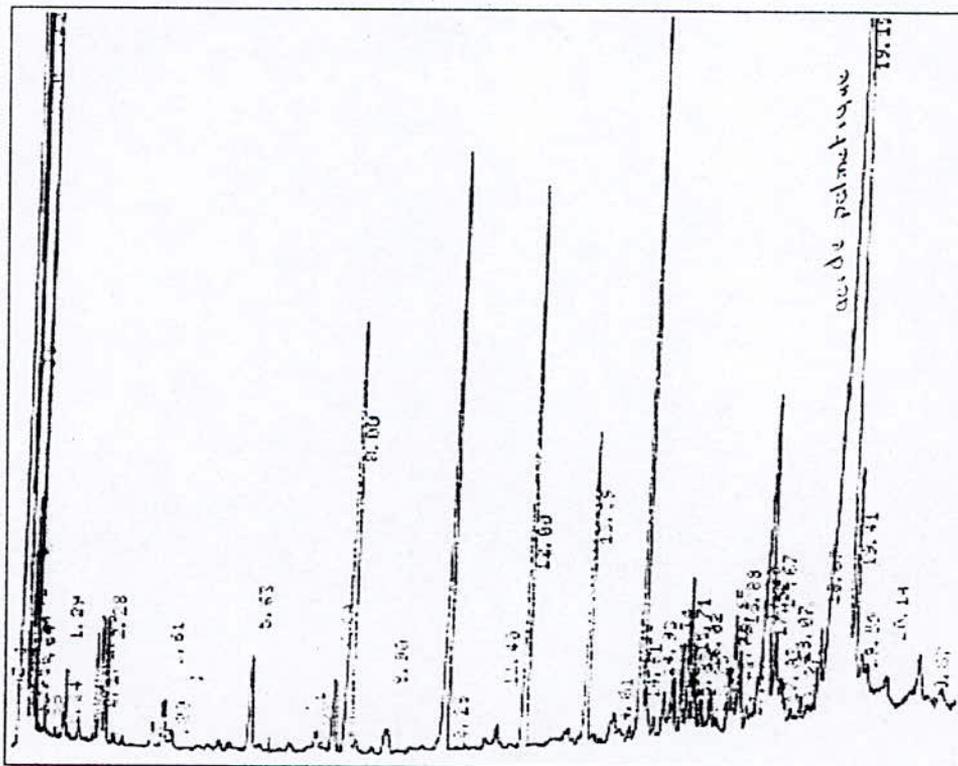
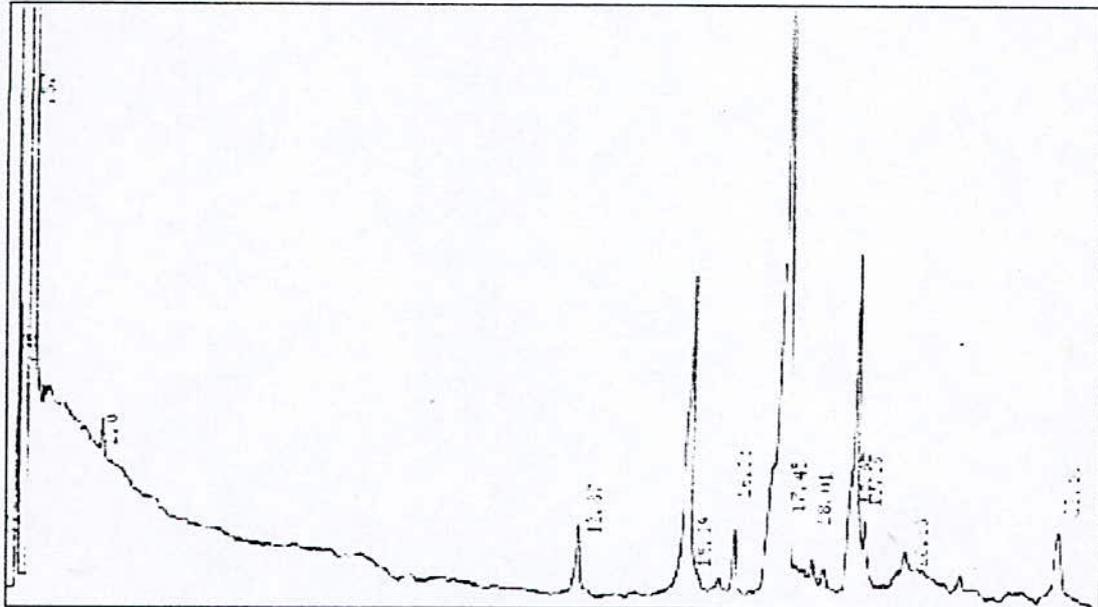
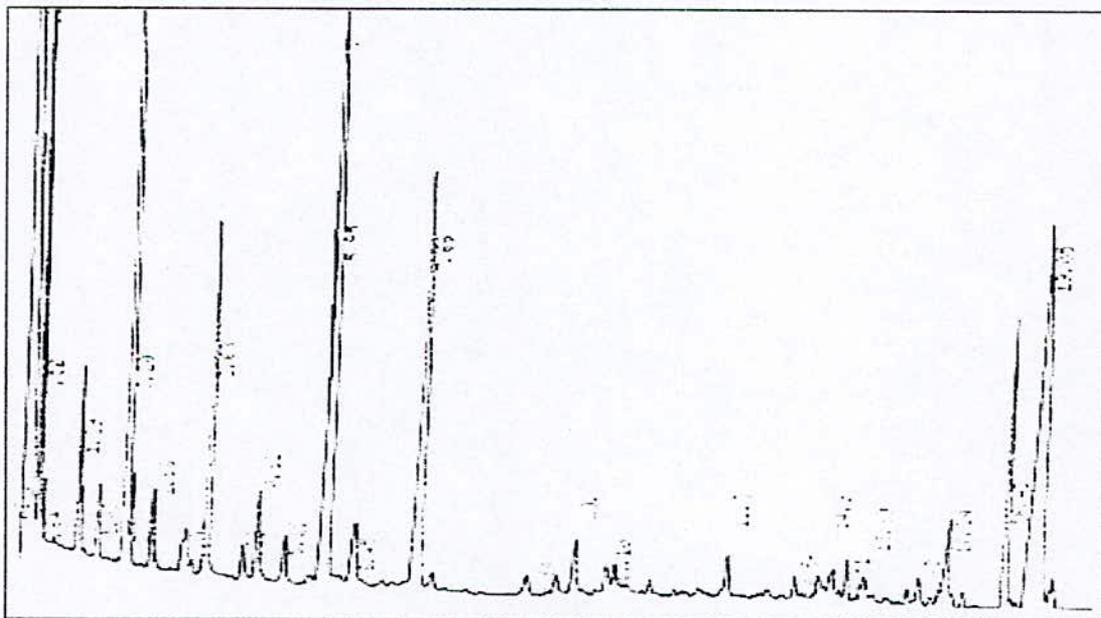


FIGURE 17 : Chromatogramme de la fraction volatile de l'extrait obtenu par épuisement des graines de nigelle dans le pentane.

Cette différence de composition entre l'huile essentielle et la fraction volatile de l'extrait nous a poussés à faire des expériences supplémentaires, comme pour les graines de coriandre, afin de l'expliquer. Ainsi, nous avons préparé un extrait au diméthylformamide que nous avons analysé par chromatographie en phase gazeuse.



Chromatogramme A.



Chromatogramme B.

FIGURE 18 : Chromatogramme de la fraction volatile de l'extrait obtenu par épuisement des graines de nigelle dans le diméthylformamide.

A : Avant hydrolyse. B : Après hydrolyse.

L'analyse de l'extrait au diméthylformamide sans hydrolyse n'a révélé aucune trace de constituants de l'huile essentielle (figure 18.a), alors que l'analyse de l'échantillon après hydrolyse montre que ce processus donne naissance à des produits légers, qui apparaissent en début du chromatogramme (figure 18.b).

Par le biais de cette expérimentation, nous avons prouvé que le diméthylformamide a bien extrait une matrice lourde non détectée par chromatographie en phase gazeuse, et que l'hydrolyse de cette phase a donné naissance à des constituants légers.

CHAPITRE III:
EXTRACTION DES ESSENCES DES
FRUITS DE CORIANDRE PAR
DIFFERENTS PROCEDES

	<i>Page</i>
<i>III.1 – HYDRODISTILLATION.</i>	44
<i>III.1.1 – Incidence du broyage de la matière végétale sur le rendement en huile essentielle</i>	44
<i>III.1.2 – Variation de la composition de l'huile essentielle en fonction de la durée d'hydrodistillation</i>	46
<i>III.2 – ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU</i>	49
<i>III.2.1 - Planification factorielle des expériences</i>	49
<i>III.2.1.1 – Méthodologie</i>	50
<i>III.2.1.2 - Interactions des paramètres</i>	50
<i>III.2.2 - Expériences et résultats</i>	52
<i>III.2.3 - Détermination des effets</i>	56
<i>III.2.3.1 - Effets individuels et conjugué des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle</i>	56
<i>III.2.3.2 - Effets individuels et conjugué des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement</i>	57
<i>III.3 - EXTRACTION PAR SOLVANT</i>	60
<i>III.3.1 - Influence de la nature du solvant sur le rendement en extrait</i>	60
<i>III.3.2 - Influence du broyage sur le rendement en extrait</i>	62
<i>III.3.3 - Cinétique d'extraction par solvant volatil</i>	63

Après établissement des compositions des essences de graines de coriandre obtenues par différents procédés, nous passerons à l'étude, à l'échelle du laboratoire, de deux paramètres opératoires (broyage et durée d'hydrodistillation) influençant le rendement et la composition de l'huile essentielle.

Par ailleurs, pour l'entraînement à la vapeur d'eau, comme autre procédé d'extraction nous évaluerons, au moyen de la technique de planification factorielle des expériences, l'influence individuelle et conjuguée de certains paramètres opératoires (masse de matière végétale et débit de vapeur d'eau) sur le rendement et la cinétique d'entraînement de l'huile essentielle; et ce, à l'échelle du laboratoire.

Enfin, dans une dernière partie réservée à l'extraction par solvants volatils, toujours à l'échelle du laboratoire, nous étudierons l'influence du broyage et de la durée de traitement sur le rendement en extrait [66].

III.1 - HYDRODISTILLATION.

L'hydrodistillation est utilisée dans de nombreux pays souvent de façon artisanale. L'opération est menée sous pression et parfois à pression atmosphérique. Le développement de cette technique revient aux grassois qui l'ont améliorée et appliquée à la distillation de plusieurs plantes telles que l'iris et le clou de girofle [66].

De nos jours, ce mode d'extraction est réservé au dosage des huiles essentielles en laboratoire [67]. Toutefois, il présente des inconvénients [68], à savoir que:

- certaines substances sont altérées à température élevée en présence d'eau.
- certains constituants des essences, solubles dans l'eau, ne se trouveront pas dans l'essence ou tout au moins n'y seront que partiellement représentés.

Afin de disposer d'informations cinétiques sur le procédé d'hydrodistillation des graines de coriandre, nous nous sommes intéressés, au cours de cette étude, à suivre l'évolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'extraction et ce, pour différentes granulométries du substrat végétal. Aussi, l'évolution de la composition chimique de certains composés de l'huile essentielle, au cours du traitement, a été envisagée [66].

III.1.1 - Incidence du broyage de la matière végétale sur le rendement en huile essentielle.

Dans le but d'étudier l'influence de la taille des particules de la matière végétale sur la cinétique d'hydrodistillation, nous avons suivi l'évolution du rendement R_H en huile essentielle en fonction de la durée t d'extraction et ce, pour:

- des graines entières (diamètre moyen = 4mm),
- des graines concassées (broyage grossier et diamètre moyen = 2mm),
- des graines réduites en poudre (broyage fin et diamètre moyen inférieur à 0.2mm).

Les essais ont été réalisés, selon le protocole expérimental précédemment établi, dans les conditions opératoires suivantes:

- Masse de matière végétale $M = 60$ grammes.
- Taux d'humidité $H: 9.5\%$.

Le taux d'humidité de la matière végétale a été déterminé par la méthode de Dean et Stark [69].

Des essais préliminaires ont montré que la durée d'hydrodistillation des graines de coriandre est longue. Celle-ci a été fixée à 9 heures.

Les rendements R_H en huile essentielle récupérée, exprimés en pour cent (%), ont été calculés par la relation suivante :

$$R_H = (m_{H.E.} / M) \times 100 \tag{III.1}$$

dans laquelle m_{HE} désigne la masse d'huile essentielle récupérée et M , la masse de matière végétale sèche.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau III-1. L'examen de celui-ci, montre que le rendement en huile essentielle est affecté par le broyage du substrat végétal. En effet, les graines réduites en poudre conduisent à un meilleur rendement que celles entières ou concassées. Ceci peut être attribué au fait que la surface d'échange offerte par les premières est plus importante.

La figure 19, montrant l'évolution du rendement R_H en huile essentielle en fonction de la durée t d'extraction pour les trois granulométries, illustre l'effet prépondérant de ce paramètre.

Les courbes obtenues indiquent en effet, que l'efficacité de l'extraction est d'autant meilleure que la granulométrie est faible. Ainsi, pour une durée de traitement de deux heures, près de 80% de l'huile essentielle sont récupérés pour les graines réduites en poudre; ce taux d'extraction est de 50% pour les graines concassées et de 40% à défaut de broyage.

Notons également que le concassage des graines influe sur le rendement en huile essentielle durant les trois premières heures de traitement et qu'au-delà, les courbes cinétiques relatives aux graines entières et aux graines concassées se confondent.

TABLEAU.III-1: Rendements R_H en huile essentielle obtenus lors de l'hydrodistillation des graines de coriandre d'Algérie pour trois granulométries différentes.

Temps (mn)	Rendements R_H (%)		
	Graines entières	Graines concassées	Graines réduites en poudre
10	0.0036	0.0145	0.0314
20	0.0064	0.0198	0.0380
30	0.0086	0.0228	0.0440
45	0.0120	0.0250	0.0471
60	0.0141	0.0270	0.0510
90	0.0200	0.0300	0.0550
120	0.0250	0.0320	0.0575
180	0.0340	0.0370	0.0600
240	0.0400	0.0420	0.0608
300	0.0443	0.0456	0.0630
360	0.0485	0.0490	0.0663
420	0.0520	0.0510	0.0701
480	0.0543	0.0552	0.0720
540	0.0566	0.0567	0.0729

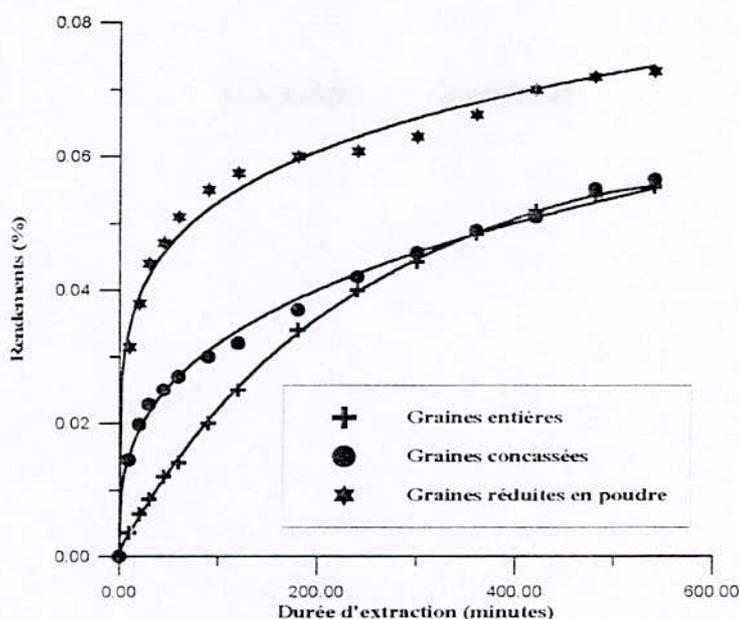


FIGURE 19: Evolution du rendement en huile essentielle extraite par hydrodistillation en fonction du temps.

D'après les résultats obtenus, il est recommandé d'exercer un broyage fin de la matière végétale, préalablement à son hydrodistillation. Ce prétraitement permet de réduire la durée d'extraction et de minimiser ainsi le coût de l'opération.

III.1.2 - Variation de la composition de l'huile essentielle en fonction de la durée d'hydrodistillation

Afin d'observer la variation de la composition de l'huile essentielle avec la durée d'extraction, nous avons analysé par CG les différents échantillons récupérés, lors de l'étude cinétique de l'hydrodistillation des graines réduites en poudre.

Cette série d'analyses nous a permis de tracer sur la figure 20, les courbes "rendement R_H en fonction de la durée t d'extraction" de trois constituants majoritaires (linalol, octanal et acide myristique).

L'allure générale de ces courbes, rendements et vitesses de distillation, montre que le linalol, constituant majoritaire de l'huile essentielle, est récupéré durant les trois premières heures d'extraction. Par contre, l'acide myristique continue à être distillé au-delà de 9 heures de traitement. L'octanal, quant à lui, présente un comportement intermédiaire.

TABLEAU.III-2: Evolution des rendements R_H des composés majoritaires de l'huile essentielle au cours de l'hydrodistillation des graines de coriandre réduites en poudre.

Temps (minutes)	Rendements R_H (10^{-4} g/g)		
	Linalol	Octanal	Acide myristique
10	2.313	0.071	0.011
20	2.812	0.083	0.023
30	3.221	0.133	0.037
45	3.354	0.153	0.048
60	3.533	0.170	0.060
90	3.698	0.180	0.100
120	3.843	0.185	0.108
180	3.909	0.191	0.120
240	3.925	0.193	0.124
300	3.948	0.200	0.138
360	4.011	0.210	0.170
420	4.098	0.218	0.210
480	4.113	0.221	0.211
540	4.205	0.221	0.231

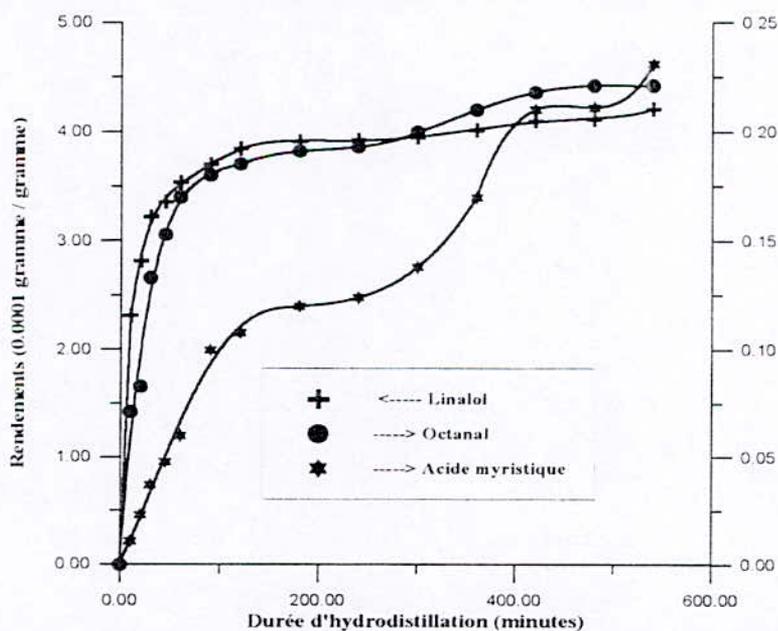


FIGURE 20: Evolution des rendements en constituants majoritaires de l'huile essentielle extraite par hydrodistillation en fonction du temps

Par ailleurs, nous avons déterminé les vitesses instantanées, v_{Ht} , d'extraction de ces composés; le tableau.III-3 et la figure 21 donnent l'évolution de ces vitesses en fonction de la durée t de traitement.

TABLEAU.III-3: Evolution des vitesses v_H d'extraction des composés majoritaires de l'huile essentielle au cours de l'hydrodistillation des graines de coriandre réduites en poudre.

Durée (mn)	Vitesses v_H (10^{-5} g/g.mn)		
	Linalol	Octanal	Acide myristique
10	86.35	5.92	1.43
20	39.51	5.72	1.33
30	19.05	2.10	1.19
45	9.52	0.90	1.01
60	4.75	0.51	0.98
90	1.49	0.23	0.57
120	1.03	0.13	0.32
180	0.51	0.07	0.12
240	0.50	0.08	0.13
300	0.50	0.23	0.30
360	0.50	0.13	1.05
420	0.50	0.08	0.38
480	0.50	0.07	0.17
540	0.50	0.07	0.13

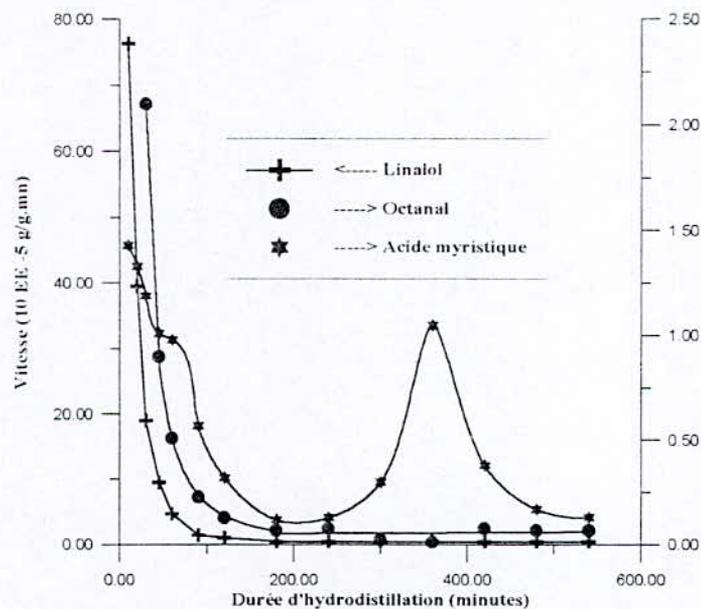


FIGURE 21: Evolution des vitesses d'hydrodistillation des constituants principaux de l'huile essentielle en fonction du temps

L'examen de ces courbes, rendement et vitesse de distillation, de l'acide myristique, laisse supposer que ce dernier se trouve localisé dans des sites différents au sein de la matière végétale. En effet, l'augmentation de la vitesse de distillation de ce constituant au-delà de cinq heures de traitement ne s'explique que par le fait qu'il serait présent dans des ramifications des canaux sécréteurs d'huile, difficilement accessibles à la vapeur d'eau [70].

III.2 - ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU

L'extraction des huiles essentielles à partir des végétaux est pratiquée selon une technologie inchangée à ce jour, à savoir, l'entraînement à la vapeur d'eau [66].

Au cours d'un voyage récent, le docteur Paslo Rovesti a découvert au musée de Taxila, au Pakistan, un appareil de distillation en terre cuite, qui aurait été utilisé dans la vallée de l'Indus il y a cinq mille ans [71].

Ce procédé est, de nos jours, le plus utilisé car sa mise en oeuvre simple et l'utilisation de la vapeur d'eau, disponible et à bas prix, constituent ses principaux avantages.

Si la technologie de l'entraînement à la vapeur d'eau n'a pratiquement pas évolué, la recherche, dans ce domaine, s'est orientée vers la maîtrise et l'optimisation des paramètres liés aussi bien aux particularités de la matière végétale à traiter, qu'au procédé lui même.

Dans ce contexte, nous avons abordé l'extraction, à l'échelle laboratoire, par entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre. Parmi les paramètres liés à la matière végétale, l'évolution du rendement avec la durée de l'extraction a retenu notre attention. A cet effet, nous avons étudié l'influence individuelle et conjuguée du débit de vapeur d'eau et de la masse de matière végétale, sur le rendement et la vitesse d'entraînement de l'huile essentielle et ce, moyennant la technique de la planification factorielle des expériences [66].

III.2.1 - Planification factorielle des expériences.

La mise en modèle des processus est une opération primordiale en génie des procédés et répond à plusieurs objectifs dont l'importance relative dépend du phénomène étudié.

Un modèle est la représentation plus ou moins approchée d'un processus, il est dit mathématique, lorsque l'ensemble du processus soumis à l'examen est décrit, de manière simplifiée, au moyen d'un ensemble d'équations mathématiques.

Une fois établi, le modèle peut rendre compte du comportement du système. Il permet de faire des prévisions, de formuler des recommandations; il ouvre donc la voie aux problèmes de l'optimisation [72].

L'établissement d'un modèle, aussi simple soit-il, requiert des résultats expérimentaux, et le problème est d'en connaître leur nombre, leur précision et leur localisation.

Le plan d'expériences consiste à réaliser une série d'essais selon un programme systématique permettant d'aboutir à l'élaboration d'un modèle mathématique moyennant le minimum d'essais [72,73].

III.2.1.1 - Méthodologie

L'un des plans les plus utilisés est le plan factoriel à deux niveaux, dit aussi plan factoriel 2^n , qui trouve une application très générale pour l'établissement des modèles formels. Un tel plan nécessite 2^n essais, correspondant au total des combinaisons des n variables. Afin de simplifier l'écriture de toutes les combinaisons, on définit généralement un nouveau système de coordonnées qui a pour origine l'intersection des valeurs moyennes entre les deux niveaux de chaque variable. Le domaine expérimental est alors transformé en un hypercube, centré à l'origine $(0,0,\dots,0)$, dont les sommets ont pour coordonnées $(\pm 1, \pm 1, \pm 1, \dots, \pm 1)$. Autour de l'origine, on admet que la grandeur étudiée est développable en une fonction polynomiale.

Les 2^n essais fournissent 2^n valeurs de la grandeur étudiée et permettent la détermination des 2^n coefficients de la fonction polynomiale qui est en fait le modèle recherché.

Il existe d'autres plans où les variables occupent 3, 4 ou même m niveaux, on parlera alors des plans 3^n , 4^n ou m^n , ce qui aura pour effet de diviser le domaine expérimental en blocs, comptant chacun le même nombre d'essais [72,73].

III.2.1.2 - Interactions des paramètres

L'un des avantages de la planification factorielle des expériences est de rendre compte non seulement des effets individuels de chaque paramètre, mais aussi des interactions entre ces paramètres.

Dans le plan factoriel 2^k , les expériences sont conduites sur deux niveaux, un niveau supérieur et un niveau inférieur. Au cours de chaque expérience, il est possible de combiner entre k variables.

Soient Z_1, Z_2, \dots, Z_k les k variables. Pour simplifier l'écriture de toutes les combinaisons, on définit un nouveau système de coordonnées avec :

$$Z_j^0 = (Z_j^{\max} + Z_j^{\min})/2 \quad \forall j = 1, k \quad (III.1)$$

$$\Delta Z_j^0 = (Z_j^{\max} - Z_j^{\min})/2 \quad \forall j = 1, k \quad (III.2)$$

Z_j^{\max} étant le niveau supérieur, et Z_j^{\min} le niveau inférieur.

Z_j^0 , le centre du plan au niveau fondamental et ΔZ_j^0 la limite ou l'intervalle de variation suivant l'axe des Z_j .

On passe ensuite à un système sans dimension de coordonnées x_1, x_2, \dots, x_k en utilisant la formule suivante:

$$x_j = (Z_j - Z_0) / \Delta Z_j \quad \forall j = 1, k \quad (III.3)$$

Dans le nouveau système, le niveau supérieur a pour valeur +1, le niveau inférieur -1, et les coordonnées du centre du plan sont nulles et coïncident avec l'origine des coordonnées. Ceci peut être interprété géométriquement par un cube.

Pour des raisons de simplification, le modèle peut être considéré comme une fonction de degré 1, et le critère d'optimalité peut s'écrire:

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + \dots + a_k x_k + a_{12} x_1 x_2 + a_{13} x_1 x_3 + \dots + a_{1k} x_1 x_k + a_{23} x_2 x_3 + \dots + a_{2k} x_2 x_k + \dots + a_{123} x_1 x_2 x_3 + \dots + a_{12\dots k} x_1 x_2 \dots x_k \quad (III.4)$$

avec:

a_1, a_2, \dots, a_k : effets d'interaction simple,

$a_{12}, a_{13}, a_{23}, \dots$: effets d'interaction double,

a_{123}, \dots : effets d'interaction triple.

Les coordonnées de la planification factorielle des expériences 2^k peuvent être écrites suivant une matrice dont les propriétés sont telles que les effets simples et les effets d'interaction peuvent être calculés à partir des formules suivantes:

$$a_j = (\sum_{i=1, N} x_{ij} \cdot y_i) / N \quad \forall j = 1 \text{ à } k \quad (III.5)$$

$$a_{ji} = (\sum_{i=1, N} x_{ij} \cdot x_{ij} \cdot y_i) / N \quad \forall j = 1 \text{ à } k ; i = 2 \text{ à } k \quad (III.6)$$

où N est le nombre d'essais effectués.

III.2.2 - Expériences et résultats.

Lors de cette étude, nous nous intéressons à la détermination des effets individuels et conjugué de deux variables en l'occurrence, la masse **M** de matière végétale à traiter et le débit **D** de vapeur d'eau, sur le rendement **R_E** en huile essentielle et la vitesse **v_E** d'extraction et ce, moyennant un plan factoriel 2².

Des essais préliminaires ont été menés sur une masse de 80 grammes de graines entières (taux d'humidité = 9.5%) avec un débit de vapeur d'eau de 3.8 ml/mn et ce, dans le même montage que celui représenté sur la figure 8.

Lors de ces opérations, nous avons constaté, durant les deux premières heures de traitement, des fluctuations de débit de vapeur d'eau dues à un engorgement dans la colonne.

Afin de remédier à ce problème, nous avons pensé à faire baigner la matière végétale dans 2 litres d'eau pendant 24 heures et ce, avant de lui faire subir un entraînement à la vapeur d'eau.

Ce traitement préalable des graines, nous a permis d'atteindre un régime permanent dès le début de l'opération.

Les rendements obtenus lors de ces expérimentations sont donnés dans le tableau.III-4

TABLEAU.III-4: Rendements R_E en huile essentielle obtenus lors de l'entraînement à la vapeur d'eau.

	Graines non traitées	Graines traitées à l'eau
Rendements R _E (%)	0.125	0.269

L'examen de ce tableau montre que le rendement en huile essentielle est nettement amélioré, voir doublé, dans le cas des graines préalablement trempées dans l'eau. Le rendement relativement faible, obtenu dans le cas des graines non traitées à l'eau, peut être attribué d'une part, au fait que l'engorgement empêche un contact intime entre la vapeur et les graines et d'autre part, à l'apparition d'un phénomène de fermentation lors du traitement des graines de coriandre à l'eau. Ce résultat est en accord avec ceux donnés dans la bibliographie [74,75].

A la lumière de ces premiers résultats, nous avons suivi l'évolution du rendement R_E en huile essentielle en fonction de la durée t d'extraction, en traitant des masses de 40 et 80 grammes de graines entières, préalablement trempées dans l'eau, par des débits de vapeur d'eau de 3.8 et 13.5 ml/mn. Notons que lors de ces essais, la vapeur utilisée est-issu de l'eau dans laquelle ont été immergées les graines.

TABLEAU.III-5 : Domaine de variation des paramètres expérimentaux.

Paramètres	Niveau inférieur (1)	Niveau supérieur (2)
Masse M (Grammes)	40	80
Débit D (ml/mn)	3.8	13.5

Pour simplifier les calculs, les variables réelles M et D ont été remplacées respectivement par les variables réduites X_1 et X_2 , comme définies par l'équation III.3.

Le domaine de variation des paramètres expérimentaux est alors décrit, dans un repère orthonormé à deux dimensions, correspondant aux variables réduites X_1 et X_2 , par un carré centré à l'origine des axes qui coïncide en variables réelles à M_m et D_m .

Les résultats issus de la planification factorielle des expériences sont présentés dans le tableau.III-6.

TABLEAU.III-6: Variation du rendement R_E en huile essentielle avec la durée d'extraction lors de la planification factorielle des expériences.

Variables réduites	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2
	-1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	+1
t (mn)	R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)	
10	0.033		0.024		0.050		0.024	
20	0.051		0.031		0.069		0.050	
30	0.074		0.040		0.097		0.065	
45	0.109		0.077		0.120		0.093	
60	0.141		0.105		0.139		0.120	
90	0.174		0.200		0.167		0.159	
120	0.216		0.312		0.191		0.174	
180	0.272		0.384		0.212		0.253	
240	0.300		0.572		0.243		0.255	
300	0.335		0.760		0.269		0.270	

La figure 22 illustre l'évolution du rendement R_E en huile essentielle récupérée au cours de l'extraction et ce, pour les quatre sommets du carré définissant notre domaine expérimental.

Les courbes ainsi obtenues présentent des allures comparables, sauf dans le cas où nous traitons une masse de 40 grammes de graines avec un débit de 13.5 ml/mn. En effet, cet essai donne des rendements nettement plus importants que ceux obtenus lors des autres expériences. Cette grande différence peut être due au fait que pour une faible hauteur de lit de matière végétale et une grande vitesse de distillation, l'entraînement intéresse non seulement l'huile essentielle mais aussi des composés plus lourds, qui peuvent être des coumarines [6].

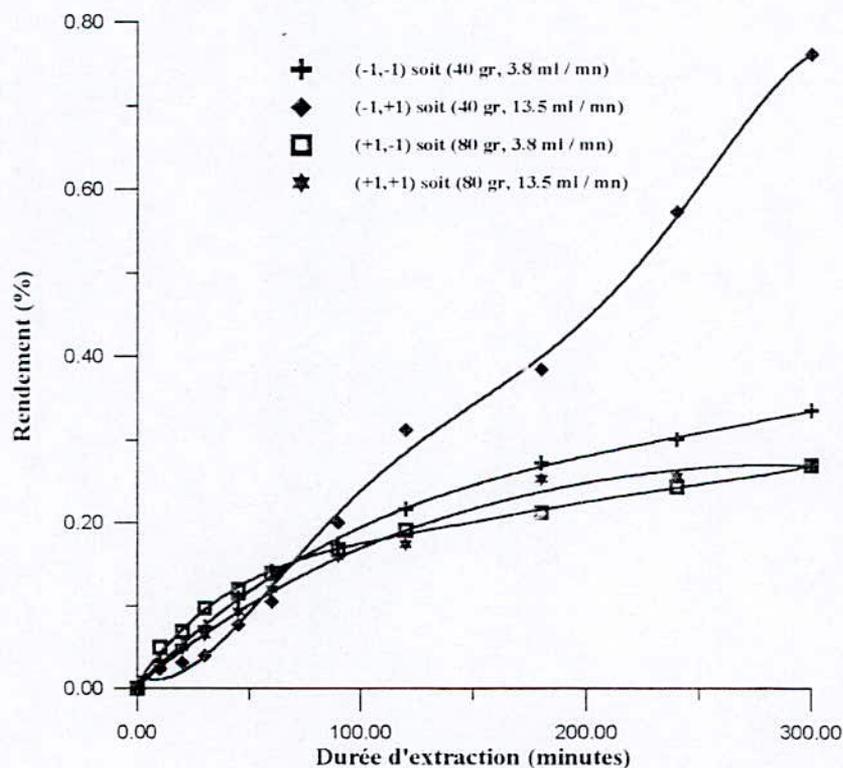


FIGURE 22: Evolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'entraînement à la vapeur d'eau.

Afin d'avoir une idée sur la cinétique d'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle, nous avons tracé, pour les quatre sommets du carré définissant notre domaine expérimental, l'évolution de la vitesse instantanée d'entraînement v_E en fonction de la durée t de traitement et ce, par la détermination des pentes des tangentes aux courbes rendement R_E en fonction du temps.

TABLEAU.III-7: Variation de la vitesse instantanée v_E d'entraînement en fonction de la durée de traitement, lors de la planification factorielle des expériences.

Variables Réduites	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	X_7	X_8
	-1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	+1
t (mn)	$v_E (10^{-6} \text{ g/g.mn})$							
10	26.1		10.4		27.8		21.0	
20	25.4		15.3		23.1		19.7	
30	22.7		18.8		18.8		19.0	
45	20.0		25.0		14.2		15.7	
60	18.0		27.3		10.0		15.0	
90	13.0		32.5		8.3		11.9	
120	10.7		39.2		8.0		7.7	
180	7.1		29.2		7.9		7.6	
240	2.1		31.0		8.0		1.3	
300	2.1		31.0		8.1		1.3	

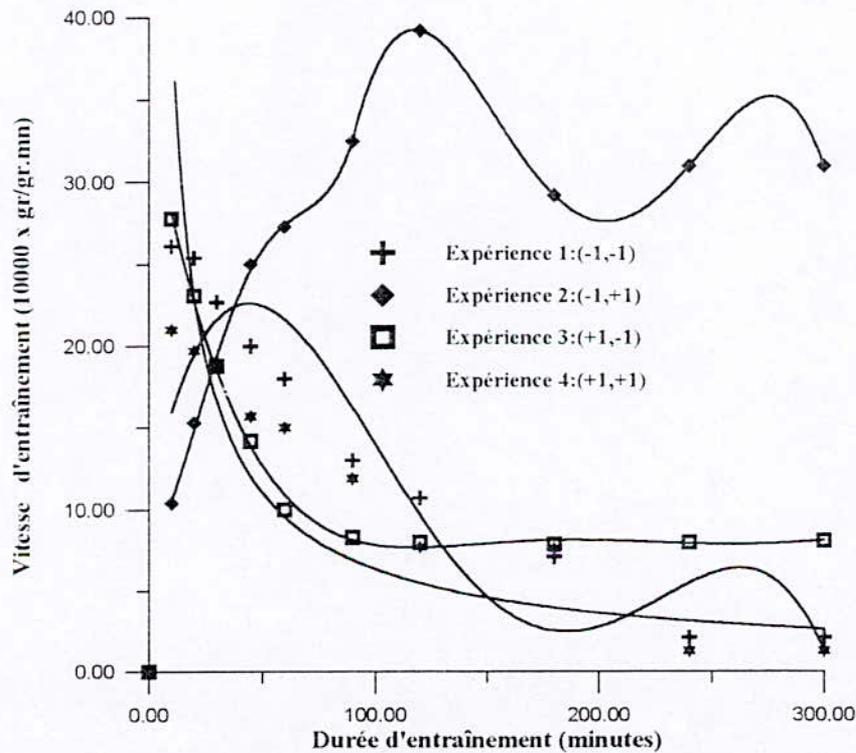


FIGURE 23: Variation de la vitesse d'entraînement de l'huile essentielle en fonction du temps

Les courbes, présentées sur la figure 23, montrent des allures décroissantes, mise à part celle relative à une faible masse de matière végétale et un fort débit de vapeur d'eau. En effet, celle-ci présente une allure croissante en début de processus, puis tend à devenir constante au-delà de la troisième heure de traitement.

III.23 - Détermination des effets.

Cette partie de notre travail s'intéresse à la détermination des effets individuels et conjugué de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau sur le rendement R_E et la vitesse d'entraînement v_E de l'huile essentielle.

III.2.3.1 - Effets individuels et conjugué des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle

Comme il a déjà été mentionné précédemment, le plan factoriel 2^2 , adopté dans notre étude, permet de représenter le rendement R_E en huile essentielle par une fonction polynomiale du premier ordre en X_1 et X_2 , s'écrivant comme suit:

$$R_E = R_{E0} + a_1X_1 + a_2X_2 + a_{12}X_1X_2 \quad (III.7)$$

où a_1 et a_2 représentent les effets individuels respectifs de la masse de substrat végétal et du débit de vapeur d'eau et a_{12} leur effet conjugué ; R_{E0} étant la moyenne arithmétique des rendements obtenus aux quatre sommets du carré.

Les valeurs des coefficients du polynôme, calculées pour différentes durées d'extraction, sont regroupées dans le tableau.III-8.

TABLEAU.III-8: Effets des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle.

t (mn)	R_{E0} (10^{-5} g/g)	a_1 (10^{-5} g/g)	a_2 (10^{-5} g/g)	a_{12} (10^{-5} g/g)
10	0.0326	+ 4.4	- 86.3	- 4.4
20	0.0503	+ 9.3	- 9.8	+ 0.3
30	0.0690	+ 12.0	- 16.5	+ 0.5
45	0.0998	+ 6.8	- 14.8	+ 1.3
60	0.1263	+ 3.3	- 13.8	+ 4.3
90	0.1750	- 12.0	+ 4.5	- 8.5
120	0.2233	- 40.8	+ 19.8	- 28.3
180	0.2758	- 52.3	+ 33.8	- 22.3
240	0.3425	- 93.5	+ 56.0	- 65.0
300	0.4085	- 139.0	+ 106.5	- 106.0

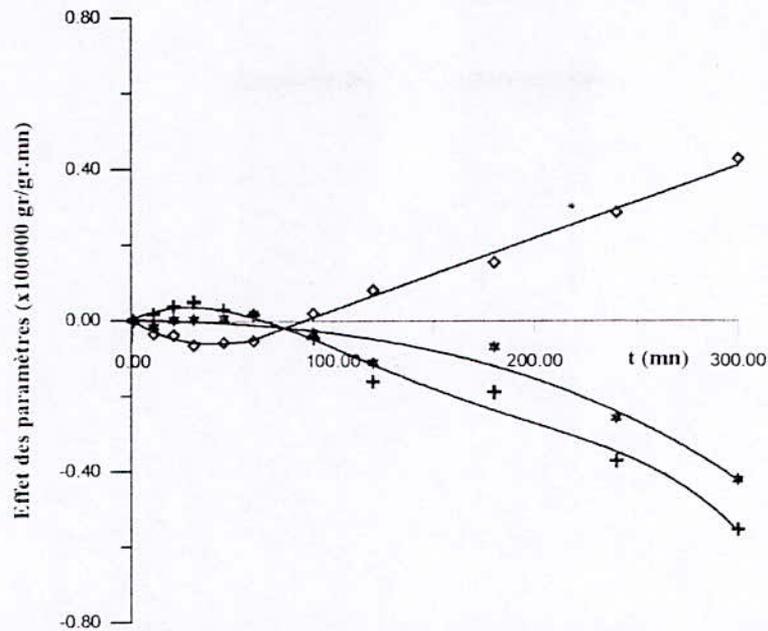


FIGURE 24: Evolution des effets des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle en fonction du temps

La figure 24, traduisant l'évolution des effets individuels et conjugué de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau, en fonction de la durée t d'extraction, sur le rendement R_E en huile essentielle, montre que l'effet individuel de la masse (1) de substrat végétal est positif et croissant durant la première demi-heure, puis décroît pour devenir négatif au-delà d'une heure. D'autre part, l'augmentation du débit de vapeur (2) a une influence négative sur le rendement R_E en début d'extraction; cet effet devient ensuite positif et croissant au-delà d'une heure et demie de traitement.

Enfin, l'effet conjugué des deux paramètres opératoires (1) et (2) sur le rendement en extrait est nul en début d'opération puis devient négatif et décroissant au-delà d'une heure et demie de traitement.

A la lumière de ces résultats, nous pouvons conclure, qu'une programmation croissante du débit de vapeur d'eau, paraît être avantageuse car elle permet d'une part, de minimiser la quantité de vapeur d'eau et d'autre part d'améliorer le rendement en huile essentielle récupérée.

III.2.3.2 - Effets individuels et conjugué des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement

De la même manière que pour la détermination des effets individuels et conjugué de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau, sur le rendement en huile essentielle, nous

nous sommes intéressés, dans cette partie de l'étude, à la détermination de ces mêmes effets sur la vitesse instantanée v_E d'extraction.

Dans ce cas l'expression polynomiale s'écrit:

$$v_E = v_{E0} + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{12} X_1 X_2 \quad (III.8)$$

où v_{E0} représente la moyenne arithmétique des vitesses, b_1 et b_2 sont les coefficients relatifs aux effets individuels de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau respectivement, et b_{12} leur effet conjugué.

Les valeurs des coefficients du polynôme (III.8), calculées pour différentes durées d'extraction sont regroupées dans le tableau.III-9.

TABLEAU.III-9: Effets des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement de l'huile essentielle.

t (mn)	v_{E0} (10^{-3} g/g.mn)	b_1 (10^{-6} g/g.mn)	b_2 (10^{-6} g/g.mn)	b_{12} (10^{-6} g/g.mn)
10	+ 21.3	+ 3.1	- 5.6	+ 2.2
20	+ 20.9	+ 0.5	- 3.4	+ 1.7
30	+ 19.8	- 0.9	- 0.9	+ 1.0
45	+ 18.7	- 3.8	+ 1.6	- 0.9
60	+ 17.6	- 5.1	+ 3.6	- 1.1
90	+ 16.4	- 6.3	+ 5.8	- 4.0
120	+ 16.0	- 8.8	+ 7.3	- 6.9
180	+ 13.2	- 5.2	+ 5.6	- 5.6
240	+ 10.6	- 6.0	+ 5.6	- 8.9
300	+ 10.8	- 6.0	+ 5.5	- 8.9

Sur la figure 25, nous avons représenté l'évolution des effets individuels et conjugué de la masse de matière végétale (1) et du débit de vapeur (2) sur la vitesse d'entraînement v_E en fonction de la durée t de traitement. Nous remarquons que l'augmentation de la masse (1) de la matière végétale influe négativement sur la vitesse d'extraction. Cette influence négative augmente avec le temps jusqu'à une durée d'une heure et demie de traitement. Au-delà de ce temps, l'évolution de cet effet devient constante. D'autre part, nous constatons que l'augmentation du débit de vapeur (2) influe négativement sur la vitesse v_E d'extraction, durant les 45 premières minutes, puis positivement, jusqu'à une durée d'une heure et demie de traitement. L'effet de ce paramètre devient ensuite constant.

Enfin, l'effet conjugué de ces deux paramètres opératoires sur la vitesse v_E d'extraction est négatif en deçà de deux heures d'entraînement à la vapeur d'eau. Au-delà de ce temps, l'évolution de cet effet conjugué devient constante.

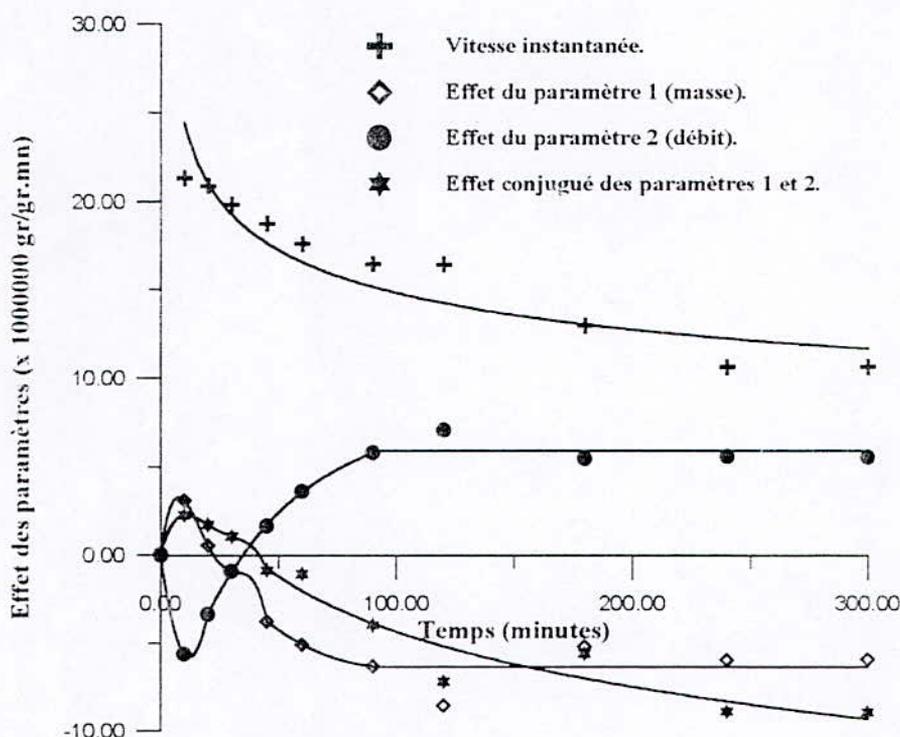


FIGURE 25: Evolution des effets des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement en fonction du temps.

A la lumière des résultats obtenus, nous pouvons conclure qu'à partir d'environ deux heures de traitement de la matière végétale, les effets individuels et conjugué, des deux paramètres étudiés, sur la vitesse du processus d'entraînement à la vapeur d'eau peuvent être considérés constants.

Sachant que l'augmentation du débit de vapeur n'a une influence positive sur le rendement en huile essentielle qu'au-delà d'une heure et demie de traitement, le fait d'opérer selon une progression de ce paramètre opératoire semble être économique. Ainsi, l'utilisation de débits relativement faibles, en début de processus, minimise l'influence négative de ce paramètre sur le rendement. Au-delà d'une heure et demi d'entraînement, nous pouvons envisager l'utilisation de débits plus importants car, dans ce cas, l'influence du débit de vapeur d'eau sur le rendement en huile essentielle est positive.

III.3 - EXTRACTION PAR SOLVANT.

L'extraction des plantes aromatiques par solvants organiques volatils est assurément une activité ancienne. Appliquée pour la première fois, en 1839 par Robiquet [76], à la récupération des produits aromatiques du narcisse, cette technique a vu son champ d'utilisation s'élargir.

Ce procédé d'extraction est, de nos jours, le moyen le plus efficace pour obtenir des huiles aussi bien végétales qu'animales.

Obtenus dans des conditions moins agressives, les extraits récupérés par cette technique restituent plus fidèlement que les huiles essentielles, l'odeur des plantes et la conservent plus longtemps, grâce aux antioxydants et aux fixateurs naturels d'odeur qu'ils renferment. Par conséquent, ces extraits trouvent un domaine d'application très vaste en médecine, en cosmétique et dans l'industrie alimentaire [77].

La mise en oeuvre de l'extraction par solvant de ces produits naturels est affectée par plusieurs facteurs parmi lesquels, nous citons:

- la nature de la matière végétale;
- la durée d'extraction;
- la nature du solvant;
- l'hydromodule;
- la température;
- le degré de division de la matière végétale [78].

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'influence sur le rendement de trois de ces paramètres en l'occurrence, la nature du solvant, le degré de division de la matière végétale et la durée d'extraction.

III.3.1 - Influence de la nature du solvant sur le rendement en extrait.

Si l'extraction par solvants est, de nos jours, le procédé le plus usité, il n'en demeure pas moins que le choix du solvant approprié est souvent délicat, vu les critères auxquels il doit répondre. En effet, le solvant doit être chimiquement inerte à l'égard des extraits et de l'appareillage. Il doit posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée, une faible viscosité et être, si possible, non toxique, ininflammable et non explosif [63].

Afin d'étudier l'influence de la nature du solvant sur le rendement R_C en extrait, nous avons effectué des extractions moyennant trois solvants différents, en l'occurrence, le pentane, le

tétrahydrofuranne et le méthanol et ce, en traitant chaque fois 30 grammes de graines entières dans un extracteur de type Soxhlet.

Le taux d'humidité de la matière végétale a été évalué au préalable à 9.6%.

Dans une seconde série d'essais, nous avons pensé à effectuer sur la matière végétale, préalablement épuisée par ces solvants, des hydrodistillations en vue d'extraire d'éventuelles huiles essentielles.

Le tableau.III-10 présente les rendements R_C en extrait et R_H en huile essentielle, obtenus lors de ces expérimentations.

TABLEAU.III.10: Rendements en extrait et en huile essentielle obtenus à l'issue des extractions par différents solvants suivies d'hydrodistillations menées sur les graines entières de coriandre déjà épuisées.

Nature du solvant	Rendement R_C en extrait (%)	Rendement R_H en huile essentielle(%)
Pentane	3.20	0.04
Tétrahydrofuranne	7.80	0.04
Méthanol	8.23	0

L'examen de ce tableau, montre que le rendement R_C en extrait varie de 3.20% pour le pentane à 8.23% pour le méthanol. Ce dernier présente une grande affinité pour les produits lourds contenus dans la matière végétale (cires et résines).

Ainsi, la comparaison de ces rendements est peu signifiante à cause de la sélectivité des différents solvants. Cependant, il reste que le choix de celui-ci repose, en premier lieu, sur l'usage auquel est destiné l'extrait.

Par ailleurs, du point de vue olfactif, notons que seul l'extrait alcoolique reflète fidèlement l'odeur de la matière végétale. En effet, l'hydrodistillation, après épuisement des graines dans les solvants précités, a fait état d'un rendement pratiquement nul dans le cas du méthanol, et de rendements comparables à ceux obtenus par hydrodistillation directe des graines, lors des traitements par le pentane et le tétrahydrofuranne.

Ces résultats viennent conforter ceux auxquels nous avons abouti lors de notre étude analytique, à savoir que le linalol, constituant majoritaire de l'huile essentielle, se trouverait lié chimiquement à une matrice, non solubilisable dans le pentane et le tétrahydrofuranne, au sein du végétal. Nous pouvons ainsi penser que le linalol libre est produit lors de l'hydrodistillation, de l'entraînement à la vapeur d'eau et de l'extraction par le méthanol, selon un processus d'hydrolyse ou d'alcoolyse.

III.3.2 - Influence du broyage sur le rendement en extrait.

Il est généralement admis que le transfert de la matière à extraire est favorisé lorsque la surface d'échange entre le solvant et le végétal est grande. Dans le cas de l'extraction solide-liquide, la division, voire le broyage du solide, est d'usage courant.

Cependant, pour l'extraction des concrètes, il est indispensable de savoir où se situent les dépôts d'essence avant d'envisager une division de la matière végétale. Cette dernière est recommandée pour l'extraction des végétaux dont les dépôts sont endogènes car elle permet au solvant de les atteindre rapidement. Par contre, pour les végétaux à dépôts exogènes, un découpage très fin ou un broyage sont à éviter car ils provoquent la destruction du cuticule et la perte de l'huile essentielle [76].

Afin de déterminer l'influence du broyage sur le rendement R_C en extrait, nous avons effectué, dans les mêmes conditions opératoires précédentes, des extractions en utilisant, dans ce cas, des graines réduites en poudre.

Les rendements R_C obtenus sont présentés dans le tableau.III-11 suivant:

TABLEAU.III.11: Influence du broyage des graines de coriandre sur le rendement R_C en extrait, lors des extractions par solvants volatils.

NATURE DU SOLVANT	RENDEMENT R_C EN EXTRAIT (%)	
	Graines entières	Graines réduites en poudre
Pentane	3.20	17.1
Tétrahydrofuranne	7.80	28.7
Méthanol	8.23	32.1

L'examen de ce tableau montre que les rendements R_C en extrait sont nettement améliorés par le broyage. Ainsi, la réduction préalable des graines en poudre a pour effet d'augmenter l'efficacité de l'extraction, ce qui était prévisible, vu l'augmentation de la surface d'échange et la localisation endogène des organes sécréteurs d'essence dans le fruit de coriandre.

Par ailleurs, l'analyse par chromatographie en phase gazeuse des fractions volatiles des extraits obtenus par épuisement des graines réduites en poudre et des graines entières au pentane, a donné des chromatogrammes similaires. Ainsi, ces résultats montrent que le broyage du substrat

végétal a une influence significative sur le rendement R_C en composés lipidiques non volatilisables, mais ne présente aucune incidence sur la composition chimique des fractions volatiles [79].

III.3.3 - Cinétique d'extraction par solvant volatil.

L'extraction par solvants des matières végétales est un processus assez complexe, basé sur les phénomènes de transfert de matière.

Par rapport à son comportement en présence du solvant d'extraction, un substrat végétal peut être divisé en quatre éléments suivants [80]:

- une partie solide non extractible, jouant le rôle de support inerte du soluté et donc non concerné directement par le processus d'extraction,
- une partie extractible, contenant outre le soluté désiré, d'autres produits,
- l'eau libre,
- l'air interstitiel.

L'eau et le support inerte sont généralement considérés comme un seul élément, en raison de leur insolubilité dans le solvant, si celui-ci est hydrophobe.

En étudiant en détail l'extraction par solvant des matières oléagineuses, Angelidis et coll.[81] décrivent le mécanisme de l'extraction en trois étapes:

- la première phase correspond à la pénétration du solvant dans le tissu végétal et dissolution de l'huile, située à la surface et à son voisinage immédiat,
- la seconde étape est contrôlée par la diffusion de l'huile à l'intérieur des pores, lesquels entre temps ont été remplis par le solvant,
- la troisième étape consiste en la diffusion de la solution au contact du solide vers la masse restante du solvant.

Afin de disposer d'informations cinétiques sur l'extraction par solvant des graines de coriandre, nous avons suivi l'évolution du rendement R_C en extrait en fonction de la durée de contact solvant-matière végétale et ce, pendant 6 heures, au moyen du dispositif expérimental schématisé sur la figure 26.

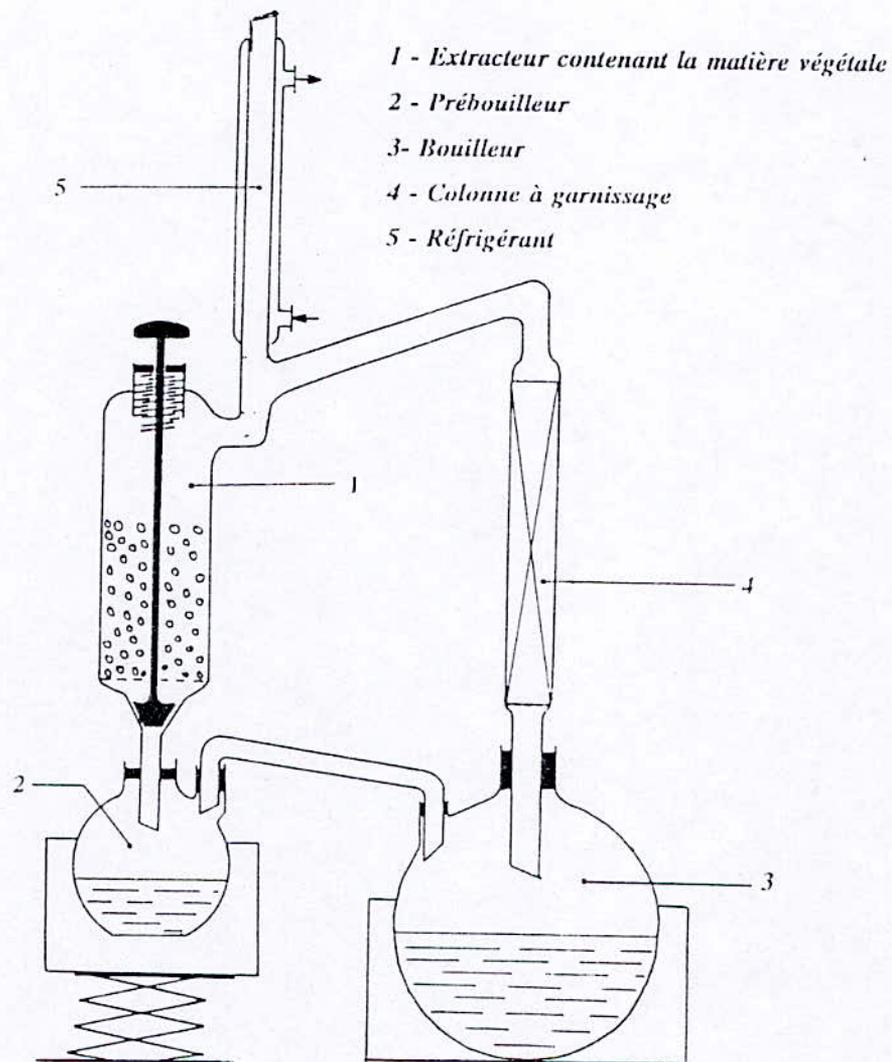


FIGURE 26 : Schéma du dispositif expérimental de l'extraction par circulation continue du solvant.

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- masse de matière végétale $M = 60$ grammes de graines entières,
- solvant d'extraction : tétrahydrofuranne,
- taux d'humidité $H = 9.6\%$,
- débit de solvant $D = 20$ ml/mn.

La matière végétale, placée dans une colonne en verre (diamètre = 8cm, longueur = 40cm) munie d'un système de réglage de débit de solvant, est immergée dans ce dernier. Cette colonne

surmonte un ballon de recette ou prébouilleur, relié à un système de distillation et de régénération de solvant. L'extracteur est alimenté, continuellement, par du solvant frais et la miscella est distillée également, de façon continue, permettant ainsi de minimiser la quantité de solvant à utiliser.

Les extraits, récupérés à intervalles de temps réguliers, sont ensuite traités dans un évaporateur rotatif sous vide afin qu'ils soient exempts de solvant.

Le tableau.III-12 présente les résultats obtenus, lors de ces expérimentations.

TABLEAU.III.12: Evolution du rendement R_C en extrait en fonction de la durée t d'extraction, par circulation continue du tétrahydrofurane.

Durée de traitement (mn)	Rendement en extrait R_C (%)
30	0.09
60	0.24
120	0.43
180	0.58
240	0.77
360	0.93

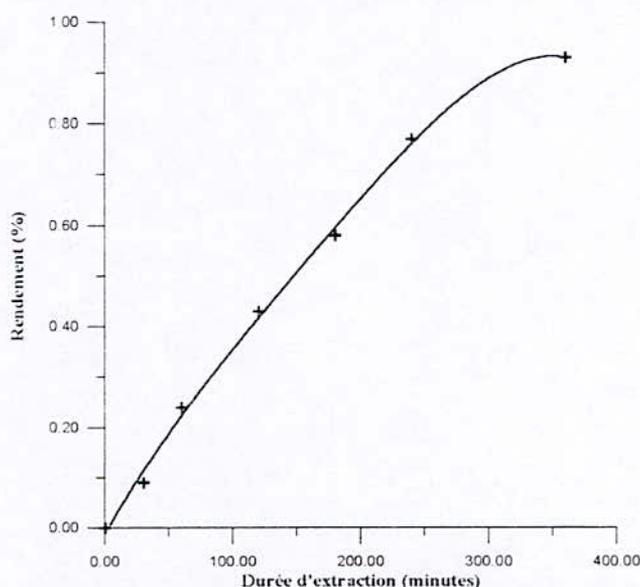


FIGURE 27: Evolution du rendement en extrait en fonction de la durée de traitement des graines de coriandre dans le tétrahydrofurane.

L'évolution du rendement R_C en extrait en fonction de la durée t de traitement, illustrée par la figure 27, montre que la matière végétale n'a pas été totalement épuisée par le solvant, du moment que le palier n'est pas atteint au bout de cette durée d'extraction. En effet, au bout de 6 heures d'extraction, le rendement en extrait n'est que de 0.93%, alors que l'épuisement au Soxhlet, conduit à un rendement nettement plus important, de 7.80%.

CHAPITRE IV:

ENTRAÎNEMENT A LA VAPEUR D'EAU DES FRUITS DE CORIANDRE A L'ECHELLE SEMI-PILOTE

	<i>Page</i>
<i>IV.1 - DESCRIPTION DE L'INSTALLATION ET PROTOCOLE OPERATOIRE</i>	67
<i>IV.1.1 - Description de l'installation</i>	67
<i>IV.1.2 - Protocole expérimental.</i>	69
<i>IV.2 - PLANIFICATION FACTORIELLE DES EXPERIENCES</i>	69
<i>IV.2.1- Expériences.</i>	70
<i>IV.2.2 - Résultats et discussions</i>	70
<i>IV.2.3 - Effets des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle</i>	73
<i>IV.2.4. - Effets des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement</i>	76
<i>IV.3 - INFLUENCE D'UNE VARIATION DE DEBIT DE VAPEUR D'EAU</i>	77
<i>IV.4 - INFLUENCE DE L'HUMIDIFICATION DES GRAINES SUR LE RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE</i>	78
<i>IV.5 - INFLUENCE DU BROYAGE DES GRAINES SUR LE RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE</i>	81
<i>IV.6 - COMPOSITION CHIMIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE</i>	82

Dans cette partie de l'étude, nous suivrons la cinétique d'extraction de l'huile essentielle des fruits de *Coriandrum sativum L.* par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote, en étudiant l'influence sur le rendement et sur la vitesse d'extraction des deux paramètres opératoires traités à l'échelle du laboratoire, à savoir: la masse de matière végétale et le débit de distillat. Cette étude sera menée, comme dans le chapitre précédent, en utilisant la méthode de planification factorielle des expériences.

Parallèlement, nous verrons l'influence de certains paramètres relatifs au procédé d'extraction et à la matière végétale, sur le rendement en huile essentielle (broyage et humidification de la matière végétale) [82].

IV.1 - DESCRIPTION DE L'INSTALLATION ET PROTOCOLE OPERATOIRE.

IV.1.1 - Description de l'installation.

L'appareil d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau est constitué (figure 28) :

- d'une chaudière destinée à produire de la vapeur sèche en régime permanent,
- d'un alambic contenant la matière végétale, appelé aussi cucurbite
- d'un condenseur des vapeurs provenant de l'alambic.

La chaudière

La chaudière a été réalisée au département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger [83]. Sa tôle est en acier inoxydable, résistant à la corrosion, de désignation AFNOR Z 12 25/20.

Le corps de la chaudière est un cylindre de 1000 mm de longueur, de 400 mm de diamètre intérieur et de 404 mm de diamètre extérieur. Il comporte:

- à sa partie supérieure, une conduite de vapeur, en acier doux, ayant la forme de la lettre "L", dont les dimensions sont :

- Diamètre intérieur : 60 mm
- Diamètre extérieur : 64 mm
- Hauteur : 580 mm
- Largeur : 730 mm

- à sa partie inférieure, une conduite en acier doux pour l'alimentation en eau et un robinet pour la vidange.

L'alambic

L'alambic est un cylindre en cuivre ayant les dimensions suivantes :

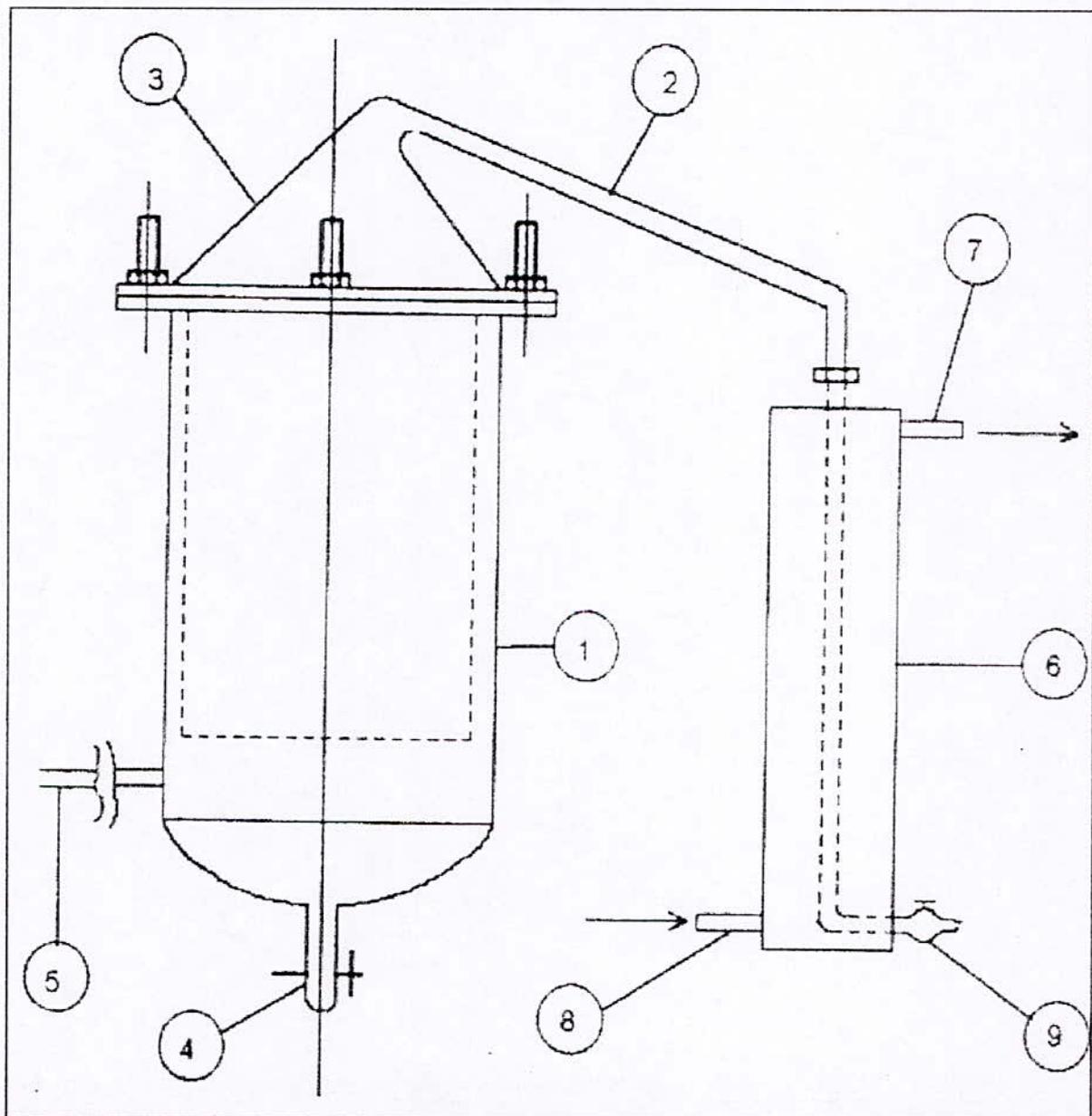
- Diamètre : 235 mm
- Hauteur : 270 mm.

Cet alambic est surmonté d'un chapiteau; la jonction se fait grâce à des écrous. Le chapiteau est prolongé, à sa partie supérieure, par un col de cygne relié au condenseur à l'aide d'un tube.

Le condenseur

Le condenseur est un cylindre à double paroi de 120 mm de diamètre et 530 mm de hauteur. La paroi interne est reliée par sa partie supérieure au col de cygne; sa partie inférieure se termine par un robinet par lequel le distillat est récupéré. La paroi externe est munie de deux ouvertures à ses extrémités qui assurent la circulation de l'eau de réfrigération.

La cucurbitte est munie à sa partie inférieure de deux robinets : l'un pour l'introduction de la vapeur d'eau, l'autre pour l'évacuation des eaux de condensation.



1 – alambic, 2 - col de cygne, 3 – chapiteau, 4 - robinet de purge des eaux de condensation, 5 - robinet d'alimentation en vapeur sèche, 6 – condenseur, 7 – sortie de l'eau de refroidissement, 8 - entrée de l'eau de refroidissement, 9 – sortie du distillat.

FIGURE 28 : Schéma de principe du dispositif expérimental d'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote.

IV.1.2 - Protocole expérimental.

Nous avons procédé à l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle contenue dans les graines de coriandre de la région de *Sétif*, située dans le Nord Est algérien.

Les graines sont déposées sur un ou deux plateaux (tamis) tout en évitant leur tassement. Le tamis est ensuite introduit dans l'alambic. Afin d'éviter tout contact entre les eaux de condensation et le tamis, ce dernier est surélevé par un support en cuivre.

Après avoir soigneusement fermé l'alambic (pour assurer l'étanchéité), la vapeur d'eau est envoyée. Celle-ci traverse les graines, entraînant avec elle les constituants volatils. Le mélange de vapeurs miscibles passe dans le condenseur. Le distillat est ensuite récupéré et l'huile essentielle est séparée du distillat par extraction liquide - liquide au moyen de l'éther diéthylique.

Afin de déterminer les conditions opératoires optimales permettant d'atteindre le meilleur rendement en huile essentielle extraite par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote, une série d'essais a été menée et nous a permis de préciser l'influence du débit de distillat, de la masse de la charge, de son degré de division et de son humidification.

Notons que la matière végétale provient du même lot déjà utilisé dans les essais précédents avec un taux d'humidité de l'ordre de 7.2%. La température du distillat a été fixée à 25°C.

IV.2 - PLANIFICATION FACTORIELLE DES EXPERIENCES.

Dans le but de déterminer d'une part, les effets individuels de la masse de graines de coriandre, du débit de vapeur d'eau et de leur effet conjugué sur le rendement en huile essentielle, et d'autre part, l'évolution de ces effets en fonction de la durée d'extraction, nous avons utilisé le même plan factoriel complet à deux niveaux 2^2 , comme celui choisi précédé à l'échelle laboratoire. Ceci permettra donc de comparer les résultats.

IV.2.1- Expériences.

Les essais ont été menés dans trois domaines expérimentaux définis dans le tableau IV.1. ci-après.

TABLEAU - IV.1: DOMAINES EXPERIMENTAUX.

Domaine	Masse (grammes)		Débit (millilitres/minute)	
	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 1	Niveau 2
I	100	200	3	15
II	100	300	3	15
III	200	300	3	15

IV.2.2 - Résultats et discussions.

Le suivi de l'évolution du rendement R_E en huile essentielle des graines de coriandre, obtenue par entraînement à la vapeur d'eau, pour les niveaux inférieurs et supérieurs du débit de vapeur et de masse de matière végétale, a donné les résultats récapitulés dans les tableaux IV.2.a, IV.2.b et IV.2.c. et représentés sur les figures 29.a, 29.b et 29.c.

TABLEAU.IV-2.a : Variation du rendement R_E en huile essentielle avec la durée d'extraction lors de la planification factorielle des expériences. Domaine I.

Variables réduites	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2
	-1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	+1
T (mn)	R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)	
15	0.023		0.016		0.027		0.025	
30	0.049		0.033		0.054		0.047	
60	0.58		0.055		0.079		0.077	
90	0.061		0.068		0.092		0.107	
120	0.068		0.084		0.111		0.132	
180	0.088		0.101		0.135		0.167	
240	0.101		0.116		0.154		0.198	
300	0.101		0.134		0.165		0.212	

TABLEAU.IV-2.b: Variation du rendement R_E en huile essentielle avec la durée d'extraction lors de la planification factorielle des expériences. Domaine II.

Variables réduites	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2
	-1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	+1
t (mn)	R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)	
15	0.023		0.016		0.023		0.015	
30	0.049		0.033		0.051		0.042	
60	0.58		0.055		0.062		0.072	
90	0.061		0.068		0.067		0.093	
120	0.068		0.084		0.072		0.113	
180	0.088		0.101		0.081		0.138	
240	0.101		0.116		0.098		0.146	
300	0.101		0.134		0.102		0.158	

TABLEAU.IV-2.c: Variation du rendement R_E en huile essentielle avec la durée d'extraction lors de la planification factorielle des expériences. Domaine III.

Variables réduites	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2	X_1	X_2
	-1	-1	-1	+1	+1	-1	+1	+1
t (mn)	R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)		R_E (%)	
15	0.016		0.025		0.023		0.015	
30	0.033		0.047		0.051		0.042	
60	0.055		0.077		0.062		0.072	
90	0.068		0.107		0.067		0.093	
120	0.084		0.132		0.072		0.113	
180	0.101		0.167		0.081		0.138	
240	0.116		0.198		0.098		0.146	
300	0.134		0.212		0.102		0.158	

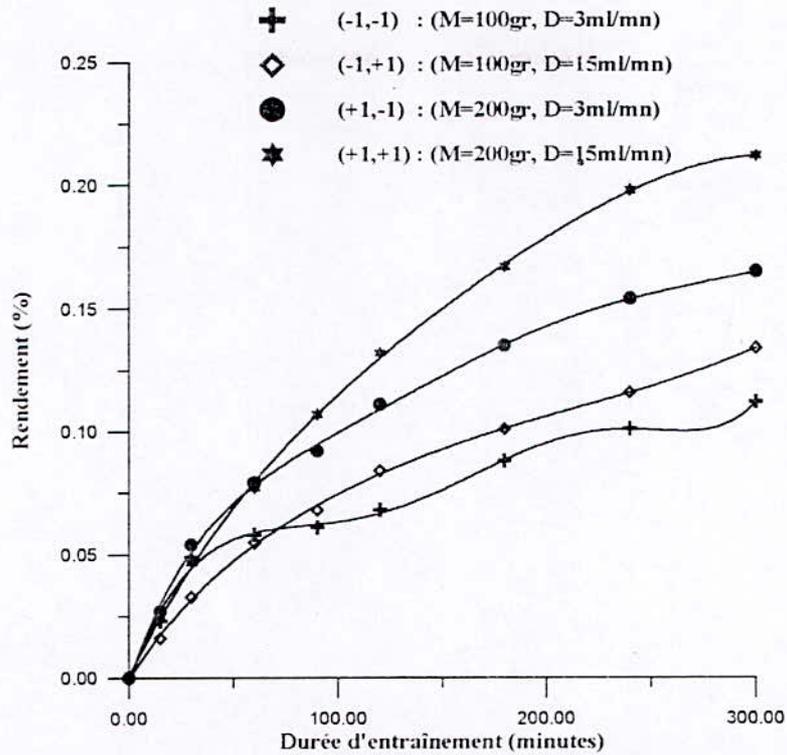


FIGURE 29.a : Evolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'entraînement. Domaine I.

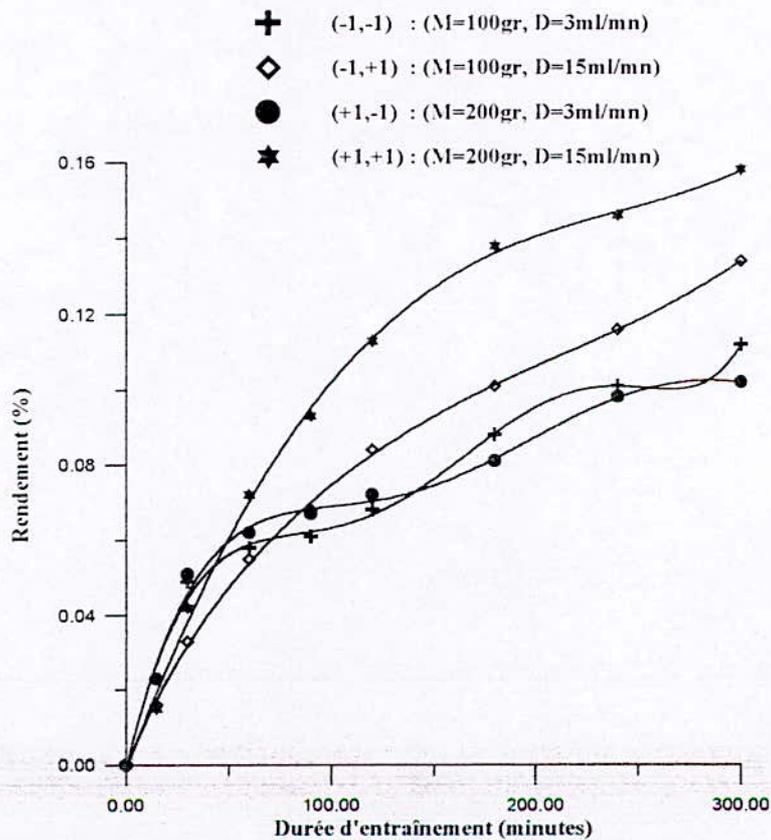


FIGURE 29.b : Evolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'entraînement. Domaine II.

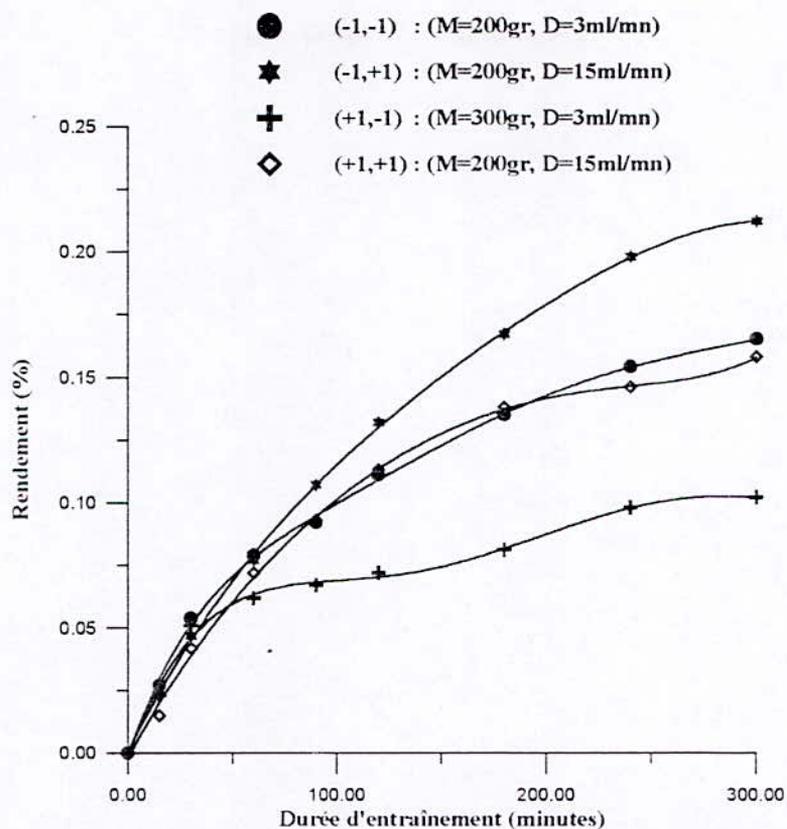


FIGURE 29.c : Evolution du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'entraînement. Domaine III.

L'examen des courbes obtenues révèle l'existence d'un pseudo-palier dans le cas d'utilisation d'un faible débit de vapeur d'eau avec des masses de matière végétale relativement élevées. Ce comportement pourrait s'expliquer par le fait que le processus d'entraînement est régi par deux lois physiques distinctes, ou alors les constituants de l'huile essentielle sont localisés dans des sites différemment accessibles par la vapeur d'eau.

IV.2.3 - Effets des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle.

L'utilisation d'un plan factoriel complet 2^2 conduit à la détermination de l'effet sur le rendement, de la masse de graines, a_1 , du débit de vapeur d'eau, a_2 et de leur interaction a_{12} .

Le traitement mathématique des résultats obtenus, nous a permis de suivre l'évolution, en fonction de la durée d'extraction, des effets individuels et conjugué de la masse de graines de coriandre et du débit de distillat sur le rendement en huile essentielle, et ce pour

les différents domaines expérimentaux traités I, II et III. Nous présentons ces évolutions sur les figures 30.a,30.b et 30.c.

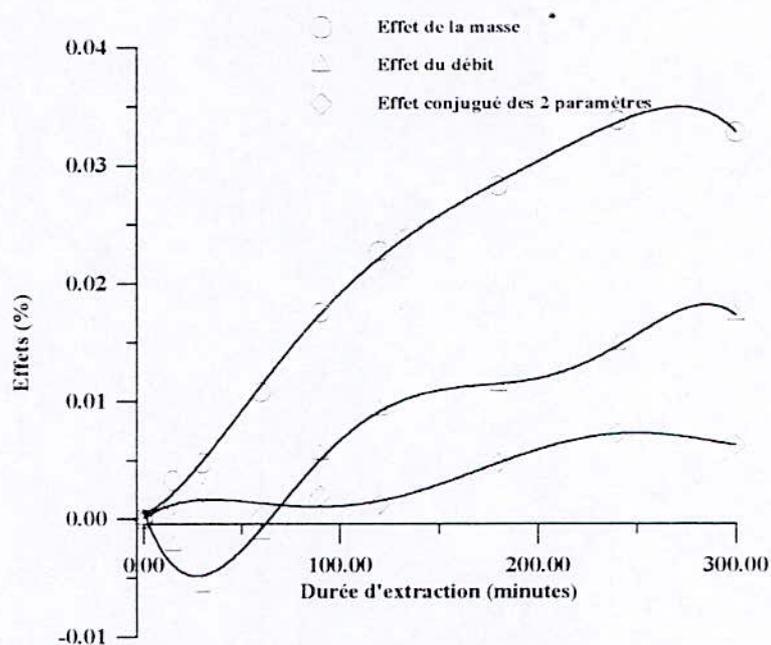


FIGURE 30.a : Variation des effets sur le rendement en huile essentielle, de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau. Domaine expérimental : I

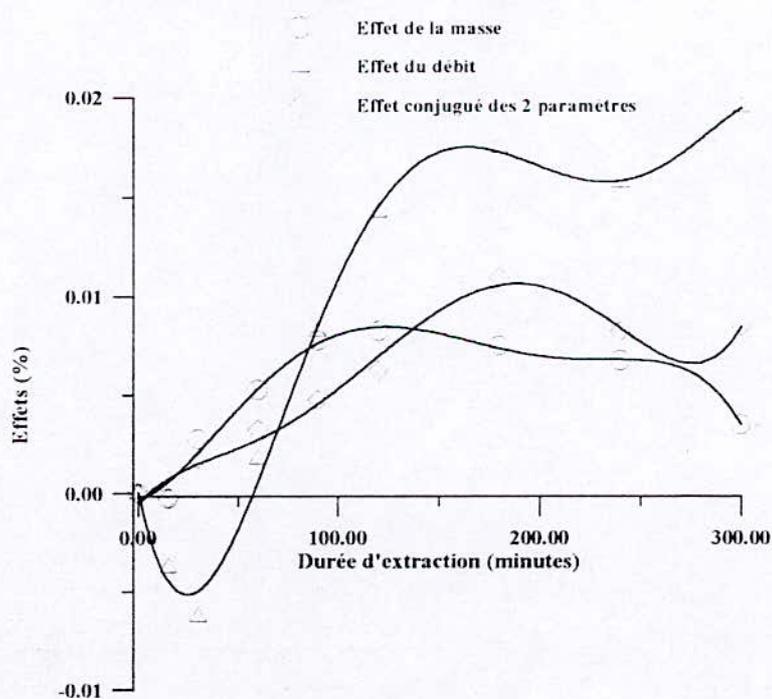


FIGURE 30.b : Variation des effets sur le rendement en huile essentielle, de la masse de graines de coriandre et débit de vapeur d'eau. Domaine expérimental : II

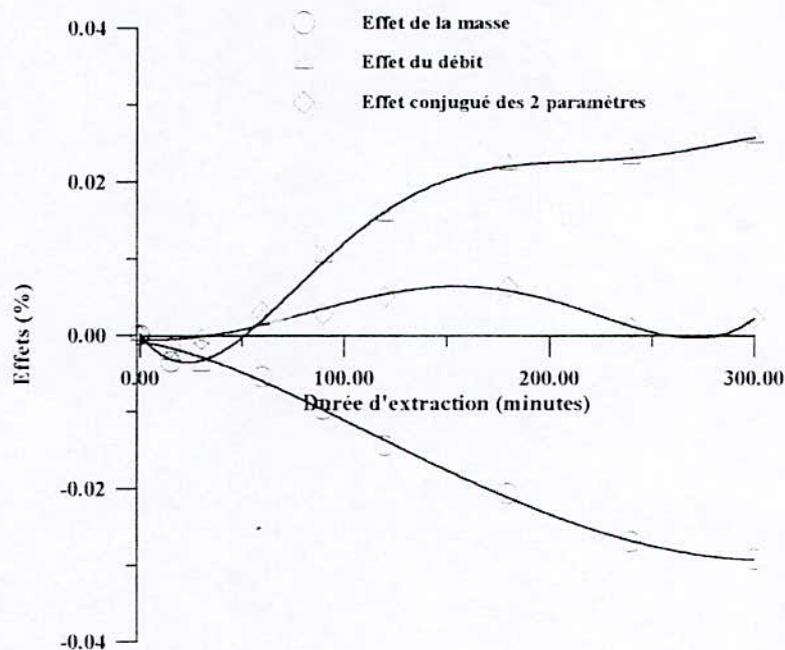


FIGURE 30.c: Variation des effets sur le rendement en huile essentielle de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau. Domaine expérimental : III

Le comportement des trois effets étudiés, en fonction de la durée d'extraction, montre que:

-l'effet de la masse de graines de coriandre sur le rendement en huile essentielle est positif et très important dans le domaine I ; il est positif, mais d'une importance moindre dans le domaine expérimental II, alors qu'il est négatif dans le domaine expérimental III. Ce résultat montre que la masse optimale de graines à traiter dans l'extracteur utilisé est de l'ordre de 200 grammes.

-l'effet du débit de vapeur d'eau sur le rendement en huile essentielle est négatif en début d'extraction et devient positif après la première heure de traitement et ce, pour les trois domaines expérimentaux.

-l'effet conjugué des deux paramètres étudiés est pratiquement nul pendant toute la durée d'extraction dans les domaines I et III, alors qu'il présente une plus grande importance dans le domaine II. Ceci peut être dû à la largeur du domaine des masses utilisées.

IV.2.4. - Effets des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement.

Comme pour l'étude à l'échelle du laboratoire relative à l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre, les effets des paramètres opératoires sur la vitesse d'extraction ont été calculés, pour le domaine II, entourant la masse optimale de matière végétale (200 grammes). La figure 31 récapitule les résultats de ces calculs.

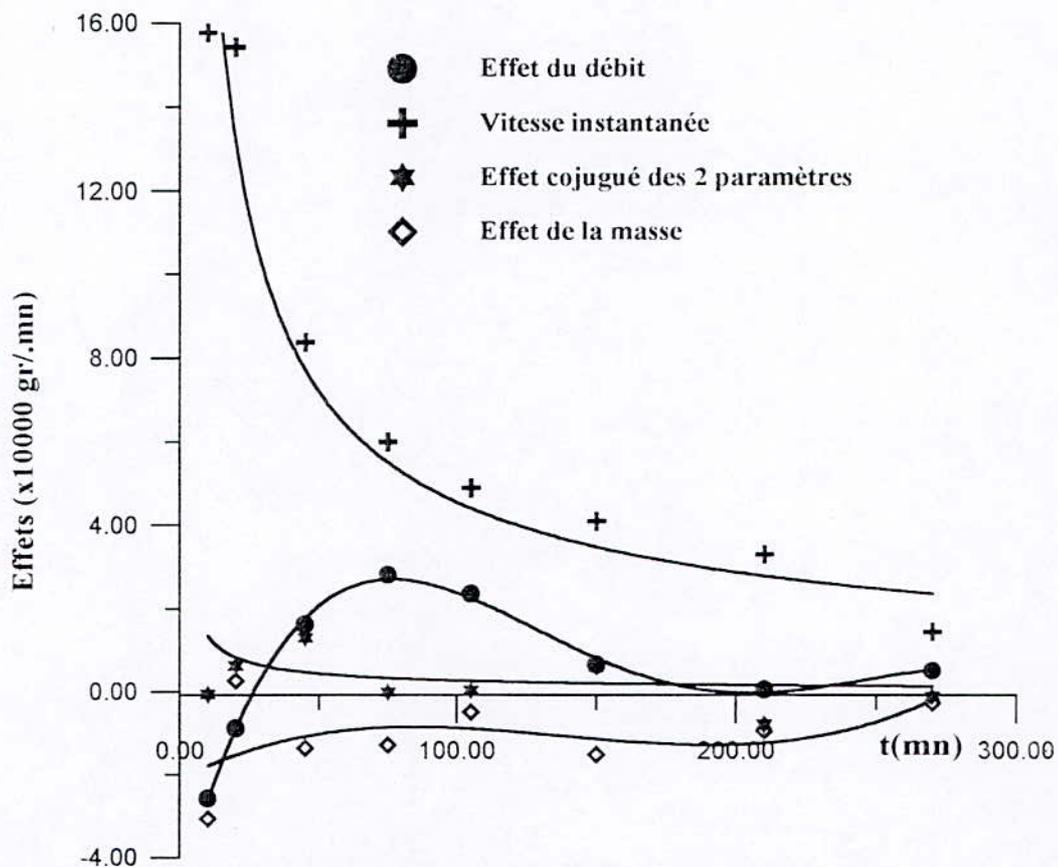


FIGURE 31: Evolution des effets de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau sur la vitesse instantanée d'entraînement.

Domaine expérimental II.

Ces résultats montrent que seul le débit de vapeur d'eau présente un effet non négligeable sur la vitesse instantanée d'entraînement.

IV.3 - INFLUENCE D'UNE VARIATION DE DEBIT DE VAPEUR D'EAU.

Compte tenu des résultats de la planification factorielle des expériences, nous avons procédé à l'extraction de 200 grammes de graines de coriandre (masse optimale) en utilisant un débit de vapeur d'eau de 3ml/mn durant la première heure et 15 ml/mn pour la suite. Les courbes présentées sur la figure.32 illustrent la cinétique de cet essai et celle de l'essai optimal, obtenu lors de la planification factorielle des expériences.

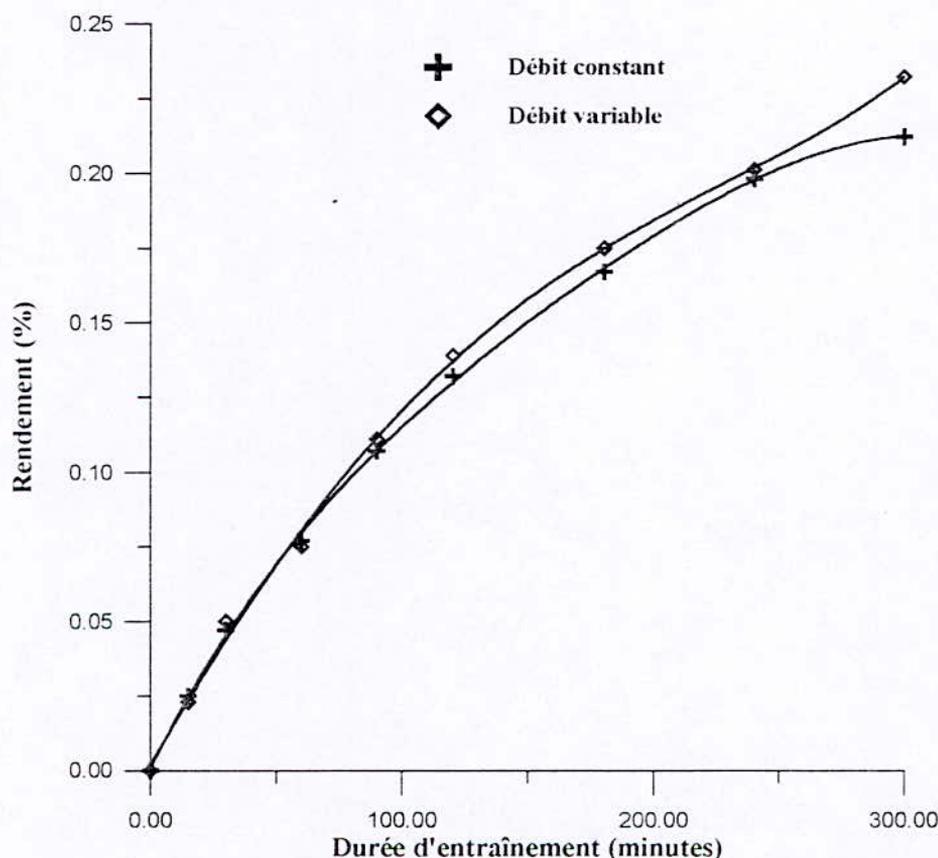


FIGURE 32 : Influence d'une variation de débit lors de l'entraînement à la vapeur d'eau

Les résultats ne montrent qu'une légère amélioration du rendement lors d'une augmentation de débit au cours de l'opération. Cette façon d'opérer nous a permis néanmoins d'économiser de la vapeur d'eau et par voie de conséquence de l'énergie.

Ces résultats permettent de conclure que la façon optimale d'utiliser notre extracteur pour l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre est de traiter 200 grammes de matière végétale par un débit croissant entre 3 et 15 millilitre par minute et ce pendant 3 heures.

IV.4 - INFLUENCE DE L'HUMIDIFICATION DES GRAINES SUR LE RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE.

Il a été constaté, lors des travaux menés à l'échelle laboratoire, que le fait de macérer les graines de coriandre dans l'eau, avant leur extraction par entraînement à la vapeur d'eau, avait un effet favorable sur l'augmentation du rendement en huile essentielle. Ceci nous a poussé à étudier l'influence de la durée de macération, dans l'eau, des graines de coriandre, sur le rendement et la cinétique d'entraînement de l'huile essentielle.

Les essais ont été réalisés dans des conditions optimales, à savoir :

- masse de graines de coriandre: 200 grammes,
- débit de vapeur d'eau : 15 ml/mn,
- durée d'extraction : 180 mn.

Pour des durées de macération, allant de 15 minutes à 24 heures, nous avons déterminé les rendements en huile essentielle. Les résultats de cette étude sont illustrés sur la figure 33.

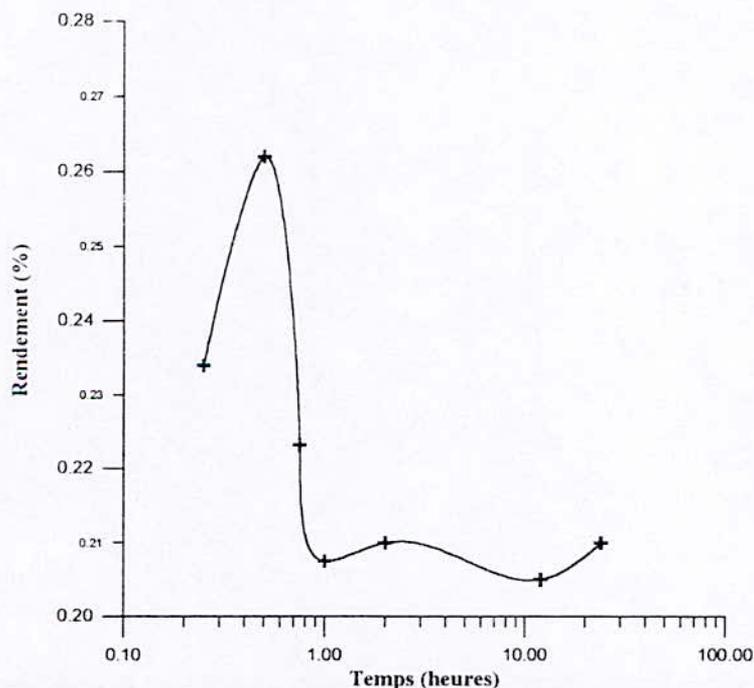


FIGURE 33: Variation du rendement en fonction de la durée de macération dans l'eau des graines de coriandre

Les résultats montrent que la macération a un effet positif sur le rendement et ce, pour des durées n'excédant pas une demi-heure. Ce résultat pourrait être expliqué par le fait

que cette opération de macération des graines dans l'eau a pour effet de gonfler la graine et de favoriser des réactions d'hydrolyse libérant l'huile essentielle. D'autre part, l'opération de macération augmente le taux d'humidité dans la graine, paramètre qui est en général un frein à l'entraînement de l'huile essentielle.

Pour cette raison, nous avons mesuré les masses d'eau retenues dans les graines après leur macération dans l'eau. Les résultats de ces mesures sont reportés sur la figure 34.

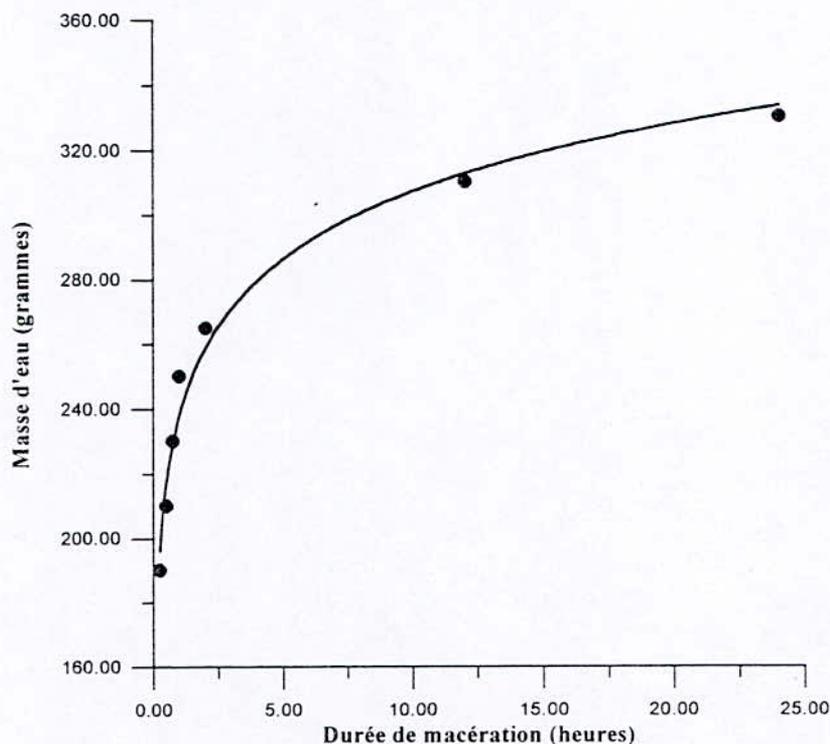


FIGURE34: Variation de la masse d'eau retenue dans les graines avec la durée de leur macération.

Les résultats montrent que le taux d'humidité augmente avec la durée de macération et qu'une masse d'eau importante retenue dans les graines a un effet négatif sur l'entraînement de l'huile essentielle, du moment que la vapeur doit être en mesure de vaporiser cette eau avant d'entraîner l'huile.

Vu les effets positif et négatif sur le rendement en huile essentielle de la macération des graines dans l'eau, nous avons suivi l'évolution du rendement en fonction du temps d'entraînement à la vapeur d'eau et ce, pour différentes durées de macération des graines de coriandre dans l'eau.

Les résultats obtenus lors de cette étude sont reportés sur la figure 35. Ces résultats montrent que la durée optimale de macération des graines de coriandre dans l'eau est d'environ une demi-heure.

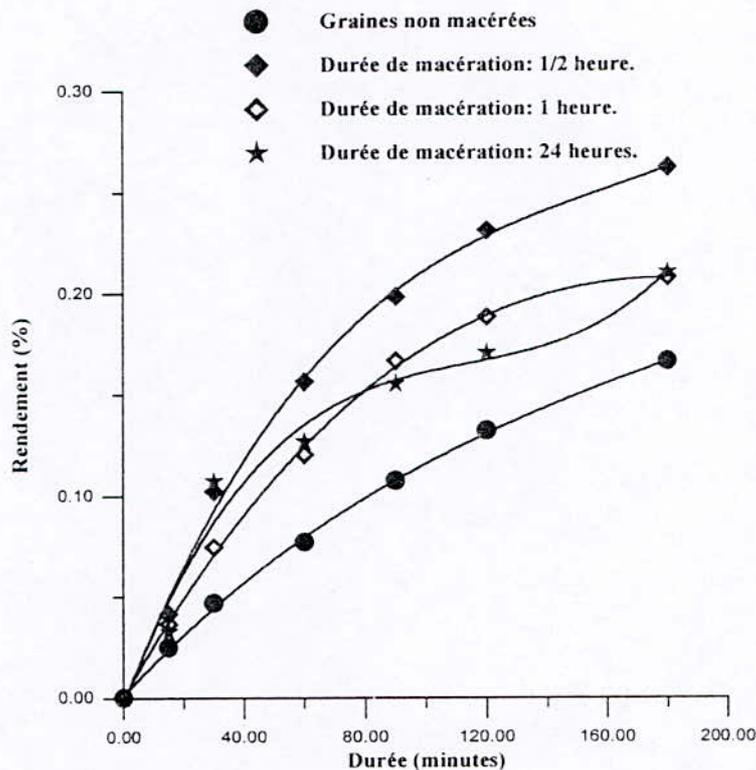


FIGURE 35: Variation du rendement en huile essentielle avec la durée d'entraînement à la vapeur d'eau pour différentes durées de macération des graines de coriandre.

Par ailleurs, nous constatons qu'au-delà de deux heures de macération des graines de coriandre dans l'eau, les allures des courbes rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'entraînement à la vapeur d'eau sont différentes de celles des autres courbes. Ceci pourrait être dû au fait que les graines retiennent initialement une quantité d'eau relativement importante et que lors de l'entraînement, il soit nécessaire, dans un premier temps, de vaporiser cette quantité d'eau, chose qui se ferait durant la première heure de traitement, d'où l'apparition d'un pseudo palier aux alentours d'une heure d'entraînement à la vapeur d'eau.

Cette étude nous a permis de montrer qu'une macération dans l'eau, des graines de coriandre, durant une demi-heure, préalablement à leur entraînement à la vapeur, a un effet nettement favorable sur le rendement en huile essentielle.

IV.5 - INFLUENCE DU BROYAGE DES GRAINES SUR LE RENDEMENT EN HUILE ESSENTIELLE.

Dans cette partie, nous nous sommes proposés d'extraire l'huile essentielle des graines de coriandre concassés (diamètre moyen : 2mm) dans les conditions optimales déterminées précédemment, à savoir :

- masse de graines de coriandre: 200 grammes,
- débit de vapeur d'eau : 15 ml/mn,
- durée d'extraction : 180 mn,
- durée de macération : 30mn.

La figure 36 traduit les évolutions du rendement en huile essentielle, pour les graines concassées et les graines entières traitées dans les mêmes conditions.

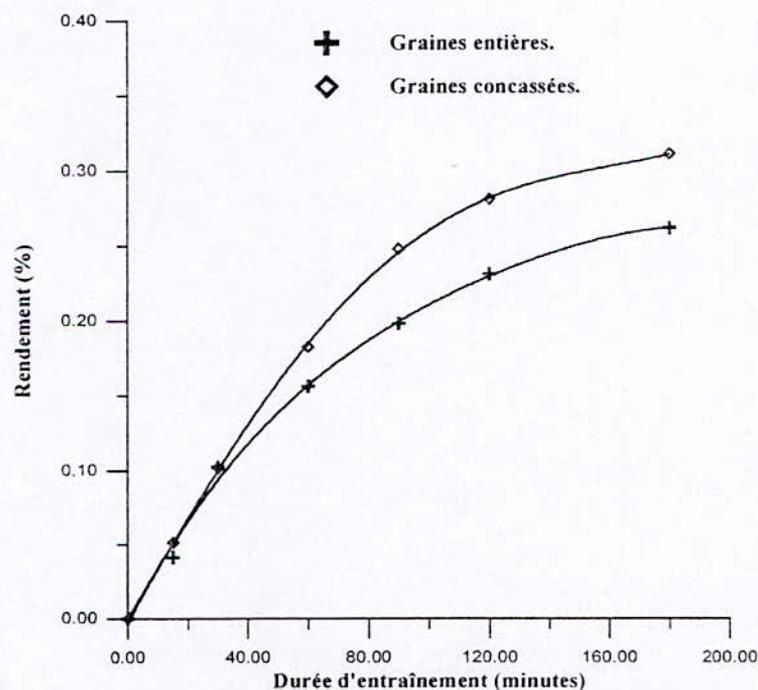


FIGURE 36: Influence du broyage des graines sur le rendement en huile essentielle

Ces résultats montrent que le broyage des graines a une influence non négligeable sur le rendement en huile essentielle. Ce comportement pourrait être dû au fait que dans la graine entière, une fraction de l'huile se trouve dans des sites inaccessibles à la vapeur d'eau et que le broyage a pour effet d'une part, d'augmenter la surface d'échange et d'autre part, en détruisant les parois cellulaires libérer cette huile.

IV.6 - COMPOSITION CHIMIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE.

Afin de vérifier la qualité de l'huile essentielle produite à l'échelle semi-pilote, nous avons analysé par chromatographie en phase gazeuse l'échantillon obtenu dans les conditions optimales. Nous avons comparé sa composition à celle de l'huile essentielle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle laboratoire. Les teneurs des principaux constituants sont données dans le tableau.IV.3.

TABLEAU.IV-3: Composition chimique de l'huile essentielle produite par entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre.

Composés	Teneur relative (%)	
	Echelle semi-pilote	Echelle laboratoire
α -pinène	0.49	0.31
myrcène	0.10	0.16
p-cymène	0.31	0.13
γ -terpinène	0.16	0.20
cinéole-1,8	0.12	0.08
linalol	82.9	80.33
camphre	2.09	1.36
terpinène4-ol	0.41	0.14
α -terpinéol	0.21	0.42
octanal	0.32	3.06
dodécane	0.20	0.53
acétate de géranyle	1.96	1.75
dodécanal	0.44	0.24
β -carvophyllène	0.18	0.33
α -humulène	0.63	0.79
nérolidol	0.06	0.14
acide myristique	0.1	2.44

Ces résultats montrent que la composition des huiles essentielles obtenues à l'échelle laboratoire et à l'échelle semi-pilote est comparable. Nous pouvons donc conclure que le changement d'échelle n'affecte en rien la qualité de l'huile essentielle des graines de coriandre, obtenue lors de l'entraînement à la vapeur d'eau.

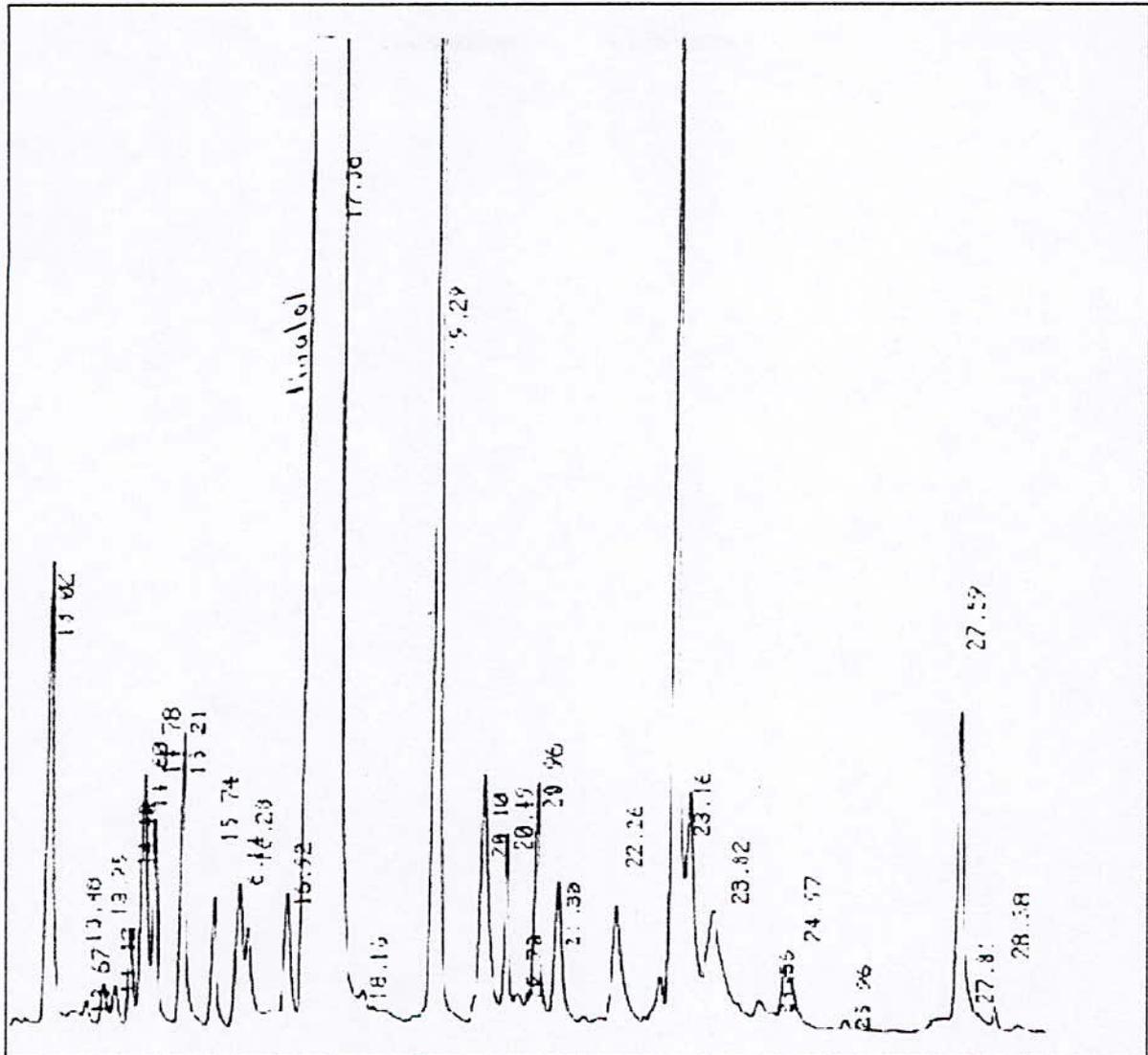


FIGURE 37 : Chromatogramme de l'huile essentielle des graines de coriandre, obtenue par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote.

Il en ressort de cette étude à l'échelle semi-pilote que la manière optimale d'utiliser notre installation d'entraînement à la vapeur d'eau est de traiter 200 grammes de graines de coriandre préalablement concassées et macérées dans une grande quantité d'eau pendant une demi-heure, avec un débit croissant de vapeur d'eau. Notons enfin que le changement d'échelle, le concassage des graines, ainsi que leur macération améliorent considérablement le rendement de l'opération sans en affecter la composition de l'huile extraite.

CHAPITRE V:

ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU DES FRUITS DE NIGELLE A L'ECHELLE SEMI-PILOTE

	<i>Page</i>
<i>V.1 - ESSAIS PRELIMINAIRES</i>	85
<i>V.1.1 - Choix des paramètres opératoires</i>	85
<i>V.1.2 - Choix du domaine de variation des paramètres expérimentaux</i>	85
<i>V.1.2.1 - Répartition des graines dans l'alambic</i>	85
<i>V.1.2.2 - Masse de matière végétale</i>	85
<i>V.1.2.3 - Débit du distillat</i>	86
<i>V.1.3 - Influence de l'humidification des graines sur le rendement en huile essentielle</i>	86
<i>V.1.4 - Influence du broyage des graines sur le rendement en huile essentielle</i>	87
<i>V.2 - PLANIFICATION FACTORIELLE DES EXPERIENCES</i>	88
<i>V.2.1 - Domaine d'étude expérimental</i>	88
<i>V.2.2 - Résultats et interprétation</i>	89
<i>V.2.3 - Effets des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle</i>	91
<i>V.2.4 - Effets des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement de l'huile essentielle</i>	92
<i>V.3 - VARIATION DE LA COMPOSITION DE L'HUILE ESSENTIELLE EN FONCTION DE LA DUREE D'EXTRACTION</i>	94

Bien que les graines de *Nigella sativa L.* soient douées de diverses propriétés médicinales et qu'elles fassent partie des condiments les plus utilisés par la cuisine algérienne, elles ont été très peu étudiées dans notre pays. Notons que la *Nigella sativa L.*, vu son importance, s'inscrit dans le tableau des plantes aromatiques et condimentaires faisant l'objet d'un programme de production élaboré par le Ministère de l'Agriculture et de la Pêche, durant la campagne agricole 1986-87 [84].

Ainsi, dans le cadre de la valorisation des espèces végétales en Algérie, nous nous sommes proposés d'étudier l'extraction de l'huile essentielle des graines de la *Nigella sativa L.* par entraînement à la vapeur d'eau. -

Au cours de cette étude, nous suivrons la cinétique d'extraction de l'huile essentielle à l'échelle semi-pilote, en étudiant l'influence sur le rendement de trois paramètres expérimentaux, à savoir : la masse de matière végétale, sa répartition dans l'alambic sur les plateaux et le débit du distillat.

Parallèlement, nous verrons l'influence de certains paramètres relatifs au procédé d'extraction et à la matière végétale, sur le rendement en huile essentielle (broyage et humidification).

Par ailleurs, nous suivrons la cinétique d'entraînement des constituants majeurs de l'huile essentielle.

Notons que les expériences ont été menées dans la même installation qui a servi à l'étude de l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre à l'échelle semi-pilote et selon le même protocole opératoire. Le substrat végétal utilisé provient de la région de *Biskra* dans le sud algérien.

V.1 - ESSAIS PRELIMINAIRES.

Avant de planifier les expériences, nous avons effectué certains essais préliminaires, dans le but de nous placer dans les conditions les plus favorables à l'entraînement de l'huile essentielle des graines de nigelle par la vapeur d'eau.

V.1.1 - Choix des paramètres opératoires.

- Le rendement en huile essentielle étant directement lié à la masse de matière végétale, nous avons fixé cette dernière comme premier paramètre.
- L'extraction se faisant à la vapeur d'eau, le débit de cette vapeur est proportionnel au débit du distillat. Nous avons donc retenu comme deuxième paramètre le débit du distillat.
- Au cours d'une simulation du procédé d'extraction à l'échelle laboratoire, nous avons observé un phénomène de colmatage. Nous avons alors jugé intéressant d'étudier l'influence de la répartition de la matière végétale dans l'alambic sur le rendement.

V.1.2 - Choix du domaine de variation des paramètres expérimentaux.

V.1.2.1 - Répartition des graines dans l'alambic.

Afin d'estimer l'effet de la répartition de la matière végétale sur le rendement en huile essentielle, nous avons effectué des essais en répartissant les graines de nigelle, d'une part, sur deux plateaux et d'autre part sur un seul plateau dans l'alambic. Les plateaux ou tamis ont les caractéristiques suivantes:

- Nature : cuivre
- Module : 23
- Norme : NF X11-501
- Ouverture : 0,16 mm
- Diamètre : 200 mm

V.1.2.2 - Masse de matière végétale.

La masse minimale a été fixée à 100 g. En effet, la répartition de cette masse sur deux plateaux correspondait au minimum de graines ne donnant pas lieu à des vides à la surface du tamis.

La masse maximale a été fixée à 300 g, un plateau seul ne pouvant pas contenir une masse supérieure.

Les quantités de matière végétale par unité de surface de tamis sont respectivement de $0,32 \text{ g/cm}^2$ pour la masse minimale, et de $0,95 \text{ g/cm}^2$ pour la masse maximale, réparties uniformément sur l'ensemble de la surface ou des tamis.

V.1.2.3 - Débit du distillat

Des essais préliminaires ont montré qu'à un débit inférieur à 14 ml/mn et pour une masse de 300 g , nous n'obtenions pas d'huile essentielle. Nous avons aussi remarqué qu'au-delà de 72 ml/mn , et pour une masse de 100 g , il nous était difficile de maintenir la température du distillat à une valeur inférieure à 25°C .

V.1.3 - Influence de l'humidification des graines sur le rendement en huile essentielle.

Afin d'étudier l'influence de l'humidification des graines, nous avons effectué des essais sur quatre échantillons de 300 g chacun, répartis sur un tamis, avec un débit de distillat de 70 ml/mn .

- Le premier échantillon n'était pas humidifié (A)
- Le deuxième échantillon a été humidifié pendant 12h (B)
- Le troisième échantillon a été humidifié pendant 24 heures (C).
- Le quatrième échantillon a été humidifié pendant une semaine (D).

L'humidification a été faite dans 500 ml d'eau de robinet à température ambiante.

Les résultats obtenus, en termes de rendement, sont présentés dans le tableau.V.1. Rappelons que le rendement (R_{HE}) est défini comme suit :

$$R_{\text{HE}} (\%) = 100 \cdot m_{\text{HE}}/m_s \quad (\text{V.1})$$

où : m_{HE} désigne la masse (en grammes) de l'huile essentielle extraite, et m_s représente celle de la matière végétale sèche.

Tableau.V-1: Influence de l'humidification des graines sur le rendement en HE.

R	Echantillon	Durée d'extraction (minutes)							
		15	30	60	90	120	180	240	300
(%)	A	0.01	0.06	0.12	0.34	0.44	0.68	0.74	0.082
X	B	0.02	0.15	0.33	0.52	0.70	0.87	0.93	1.15
10^2	C	0.29	0.57	0.70	0.76	0.89	1.07	1.26	1.46
	D	1.03	2.41	3.91	5.41	5.88	7.07	7.93	8.81

Nous constatons que le rendement en huile essentielle augmente en fonction de la durée d'humidification. Nous remarquons aussi une nette amélioration du rendement pour des graines humidifiées pendant une semaine. Cependant, lors de la manipulation, le produit obtenu dégageait une odeur nauséabonde. Nous avons alors soupçonné la formation de bactéries venant altérer la qualité et la composition de l'huile essentielle.

V.1.4 - Influence du broyage des graines sur le rendement en huile essentielle.

Les essais d'extraction ont été effectués dans les conditions suivantes :

- Masse : 100 g
- Débit du distillat : 70 ml/mn
- Nombre de plateaux : 2
- Durée d'extraction : 5 heures.

Tous les échantillons ont été au préalable macérés dans 250 ml d'eau, pendant 24 heures.

- Le premier essai a concerné des graines entières.
- Dans le second essai, les graines ont été concassées à l'aide d'un arbre rotatif muni à son extrémité d'une hélice. Cette opération a été menée à l'intérieur même de l'alambic.
- Pour le troisième essai l'échantillon de graines a été broyé dans un appareil électroménager. Afin de piéger les constituants volatils, le broyage a été effectué dans de l'eau. Après filtration, l'eau a été introduite dans la chaudière.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau V.2.

TABLEAU.V.2 : Influence du broyage des graines sur le rendement en huile essentielle.

ECHANTILLON	RENDEMENT (%)
Graines entières	0.70
Graines concassées	0.25
Graines broyées	0.09

Nous remarquons que les rendements en huile essentielle des graines pelées et broyées sont nettement inférieurs à celui des graines entières. Nous pensons qu'au cours de l'opération de pelage, une grande partie de l'huile essentielle s'est volatilisée. En ce qui concerne les graines broyées, nous supposons que ces dernières présentaient un phénomène de colmatage au cours de l'extraction. En effet, en ouvrant l'alambic en fin d'opération, nous avons remarqué que les graines formaient un gâteau.

Aussi, dans tous les essais qui suivront, les graines seront entières et humidifiées pendant 24 heures.

V.2 - PLANIFICATION FACTORIELLE DES EXPERIENCES

V.2.1 - Domaine d'étude expérimental.

Les essais préliminaires ont permis de déterminer notre domaine d'expérimentation. Les niveaux inférieurs et supérieurs des paramètres étudiés sont donnés dans le tableau V.3.

TABLEAU.V.3 - Niveaux inférieurs et supérieurs des paramètres étudiés

PARAMETRES	NIVEAU INFERIEUR	NIVEAU SUPERIEUR
Masse (g)	100	300
Débit du distillat (ml/mn)	15	70
Nombre de plateaux	1	2

Afin de passer au système de coordonnées sans dimension, nous avons effectué les calculs suivants :

$$X_1 = (Z_1 - Z_1^0) / Z_1 \quad (\text{Masse}) \quad (\text{V.2})$$

$$X_2 = (Z_2 - Z_2^0) / Z_2 \quad (\text{Débit du distillat}) \quad (\text{V.3})$$

$$X_3 = (Z_3 - Z_3^0) / Z_3 \quad (\text{Nombre de plateaux}) \quad (\text{V.4})$$

avec

$$Z_1^0 = (Z_1^{\max} + Z_1^{\min}) / 2 = (300 + 100) / 2 = 200 \text{ g}$$

$$Z_2^0 = (Z_2^{\max} + Z_2^{\min}) / 2 = (70 + 15) / 2 = 42,5 \text{ ml/mn}$$

$$Z_3^0 = (Z_3^{\max} + Z_3^{\min}) / 2 = (2 + 1) / 2 = 1,5$$

et

$$Z_1 = (Z_1^{\max} - Z_1^{\min}) / 2 = (300 - 100) / 2 = 100 \text{ g}$$

$$Z_2 = (Z_2^{\max} - Z_2^{\min}) / 2 = (70 - 15) / 2 = 27,5 \text{ ml/mn}$$

$$Z_3 = (Z_3^{\max} - Z_3^{\min}) / 2 = (2 - 1) / 2 = 0,5$$

Les conditions opératoires des huit expériences effectuées sont indiquées dans le tableau V.4.

TABLEAU.V.4 : Conditions opératoires de la planification factorielle des expériences

EXPERIENCE	Z ₁	Z ₂	Z ₃	X ₁	X ₂	X ₃
I	100	15	1	-1	-1	-1
II	300	15	1	+1	-1	-1
III	100	70	1	-1	+1	-1
IV	300	70	1	+1	+1	-1
V	100	15	2	-1	-1	+1
VI	300	15	2	+1	-1	+1
VII	100	70	2	-1	+1	+1
VIII	300	70	2	+1	+1	+1

V.2.2 - Résultats et interprétation

La variation du rendement en huile essentielle en fonction du temps d'extraction est présentée dans le tableau.V.5.

TABLEAU.V.5 - Variation du rendement en huile essentielle en fonction de la durée d'extraction.

	Expériences	Durée d'extraction (minutes)							
		15	30	60	90	120	180	240	300
R _{HE} (%)	I	0,0650	0,1500	0,2100	0,3100	0,4300	0,5400	0,5700	0,6700
	II	0,0250	0,0300	0,0410	0,0720	0,1300	0,1500	0,2000	0,2200
	III	0,0011	0,0013	0,0036	0,0095	0,0135	0,0146	0,0213	0,0262
	IV	0,0029	0,0057	0,0070	0,0076	0,0089	0,0107	0,0126	0,0146
	V	0,0002	0,0114	0,0275	0,0338	0,0346	0,0404	0,0534	0,0629
	VI	0,0017	0,0028	0,0034	0,0040	0,0153	0,0158	0,0169	0,0178
	VII	0,1200	0,5300	0,5400	0,5600	0,5700	0,5800	0,6900	0,7000
	VIII	0,0001	0,0350	0,0384	0,1120	0,1343	0,2763	0,2770	0,2779

Un premier examen des résultats issus de nos expériences montre que les meilleurs rendements sont obtenus lors du traitement d'une faible masse de graines de nigelle (domaines I et VII).

Nous remarquons, dans tous les cas, que la masse a un effet négatif sur le rendement, et que le débit du distillat et la répartition de la masse interagissent. En effet, pour une matière végétale non répartie (un plateau), nous remarquons que les meilleurs rendements sont obtenus pour de faibles valeurs de débit, alors que pour une matière végétale répartie sur deux plateaux, les meilleurs rendements sont obtenus pour des débits relativement élevés. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'utilisation d'un fort débit sur une matière végétale non répartie donnerait lieu à des chemins préférentiels, tandis que le passage d'un faible débit à travers celle-ci permettrait ainsi un contact prolongé entre la vapeur et les graines et conduirait à entraîner une plus grande quantité d'huile essentielle.

Dans le cas où la matière végétale est répartie, un faible débit de vapeur rencontrerait une résistance à son écoulement au niveau du premier plateau puis du deuxième plateau, ce qui pourrait favoriser la condensation d'une partie de la vapeur et diminuerait, par conséquent, l'entraînement de l'huile essentielle. En revanche, l'utilisation d'un fort débit passerait par les mêmes étapes, mais néanmoins la quantité relativement plus importante de vapeur d'eau permettrait l'entraînement d'une plus grande quantité d'huile essentielle.

Par ailleurs, l'examen des courbes $R_{HE} = f(t)$ de la figure 38 permet de formuler certaines conclusions.

En effet, toutes les courbes présentent des pseudo-paliers plus ou moins prononcés. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'extraction intéresserait soit des espèces chimiques différentes et successivement entraînaient, soit de l'huile essentielle contenue dans des sites différents, soit encore l'association simultanée de ces deux cas. La vérification de l'une de ces hypothèses émises sera faite au paragraphe V.3 par l'analyse chromatographique des échantillons recueillis au cours de cette étude cinétique.

Nous constatons également que le palier final est atteint dans les cas d'utilisation de forts débits et d'une répartition sur deux plateaux, que la masse soit faible élevée. Ceci laisse supposer que, dans ces conditions, l'extraction est totale et sa durée réduite.

Enfin, dans certains cas et en début d'extraction, la courbe cinétique est pratiquement asymptotique à l'axe des temps. Ce phénomène est d'ailleurs très prononcé dans les essais V et VII. Ce comportement laisse penser que, dans ces conditions, le régime permanent, voire l'extraction proprement dite, ne s'établit que dix minutes environ après le début du passage de la vapeur. Ce phénomène pourrait être la cause du non-équilibre thermique observé durant les premières minutes de l'opération. Notons que ce phénomène se rencontre également sur les autres courbes, mais de façon moins prononcée.

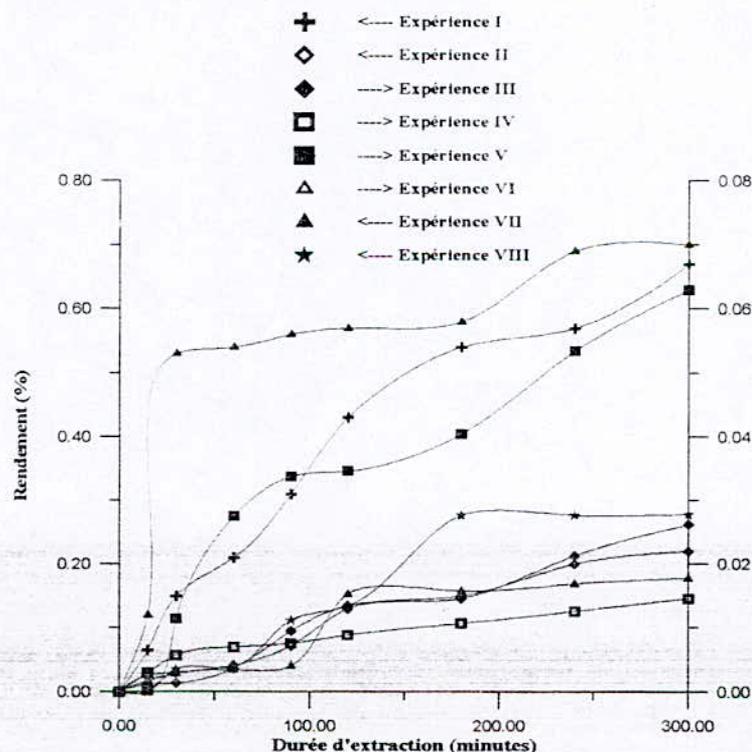


FIGURE 38: Variation du rendement en huile essentielle avec la durée d'extraction

V.2.3 - Effets des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle.

Afin d'étudier l'influence des paramètres opératoires sur le rendement R_{HE} , nous avons déterminé la variation des effets individuels et conjugués de la masse, du débit du distillat et du nombre de plateaux, sur R_{HE} , et ce, en fonction du temps d'extraction.

Pour chaque expérience, le rendement en huile essentielle peut être exprimé par la fonction polynomiale suivante:

$$R_{HE} = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{123}x_1x_2x_3 \quad (V.5)$$

où les coefficients a représentent les effets simples et conjugués des différents paramètres opératoires.

Ces effets sont résumés dans le tableau V.6 et représentés graphiquement sur le figure 39.

TABLEAU.V.6 - Variation des effets individuels et conjugués sur le rendement en fonction du temps d'extraction.

Durée (minutes)	15	30	60	90	120	180	240	300
$a_0 \cdot 10^4$	2,70	9,58	10,89	13,86	16,71	20,35	23,02	24,87
$a_1 \cdot 10^4$	-1,96	-7,74	-8,64	-8,97	-9,49	-9,03	-10,35	-11,61
$a_2 \cdot 10^4$	0,40	4,72	3,84	3,37	1,46	1,69	2,01	0,60
$a_3 \cdot 10^4$	0,35	4,90	4,35	3,88	2,15	2,47	2,92	15,98
$a_{12} \cdot 10^4$	-0,99	-4,52	-3,81	-2,28	-1,51	1,34	-0,19	0,77
$a_{13} \cdot 10^4$	-1,00	-4,85	-4,50	-2,97	-1,88	0,82	-0,89	-0,07
$a_{23} \cdot 10^4$	2,55	9,05	9,85	12,49	14,90	18,31	20,40	21,83
$a_{123} \cdot 10^4$	-2,04	-7,64	-8,12	-8,18	-8,90	-8,32	-9,22	-10,19

De tels résultats montrent que la masse des graines a toujours un effet négatif sur le rendement en huile essentielle pendant toute la durée d'extraction, tandis que le débit du distillat et la répartition de la matière végétale ont des effets positifs sur la quantité d'huile recueillie.

Nous remarquons que l'effet individuel du débit augmente rapidement en début de processus puis s'infléchit et croît légèrement de façon monotone. Quant à l'effet individuel de la répartition, celui-ci augmente durant la première demi-heure de traitement, puis tend à être constant jusqu'à environ quatre heures d'extraction.

Nous constatons enfin que tous les effets conjugués sont négatifs, à l'exception du débit-répartition qui lui est positif et croissant durant toute la période du traitement de la

matière végétale. En outre, cet effet est prédominant et sa courbe de variation présente la même allure que celle du rendement moyen.

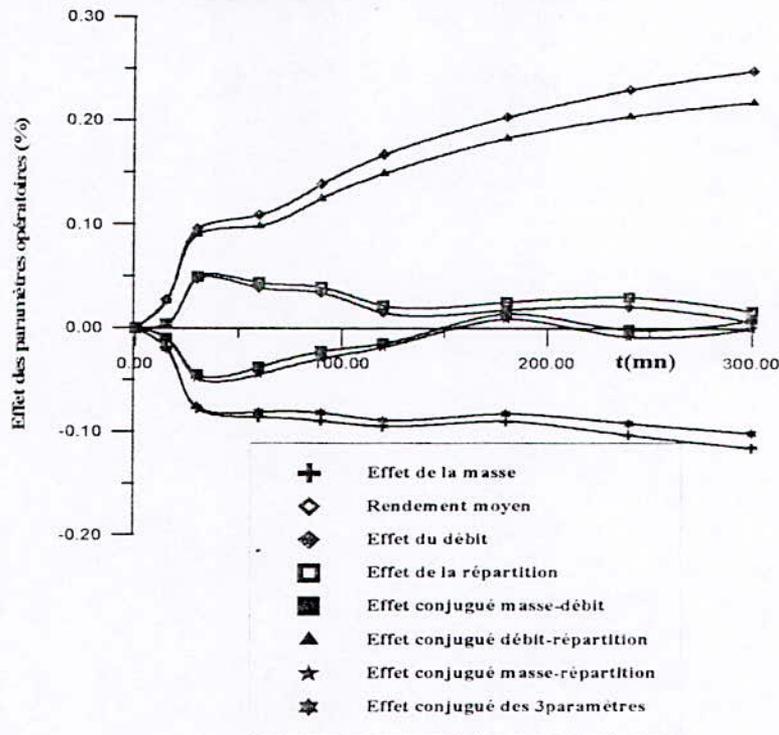


FIGURE 39: Variation des effets des paramètres opératoires sur le rendement en huile essentielle avec la durée d'entraînement à la vapeur d'eau.

Notons que l'effet conjugué de la masse - répartition d'une part, et celui de la masse-débit d'autre part, tendent à s'annuler au-delà de trois heures d'extraction.

V.2.4 - Effets des paramètres opératoires sur la vitesse d'entraînement de l'huile essentielle.

A partir des courbes $R_{HE} = f(t)$, nous avons déduit les vitesses instantanées d'extraction et ce, dans le but d'étudier l'influence des trois paramètres expérimentaux masse, débit et répartition sur la vitesse d'entraînement v_E .

De manière analogue, la vitesse d'entraînement v_E s'exprime par la fonction polynomiale de degré 1, équation V.6 ci-dessous.

$$V_E = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3 \quad (V.6)$$

L'évolution de l'ensemble des effets individuels et conjugués avec la durée d'entraînement est donnée dans le tableau V.7.

Nous constatons qu'en début d'extraction les effets individuels et conjugués des trois paramètres sont relativement importants et ils tendent tous vers zéro en fin de processus.

TABLEAU.V.7 - Variation des effets individuels et conjugués sur la vitesse d'extraction en fonction du temps d'extraction.

Durée (minutes)	15	30	60	90	120	180	240	300
$b_0 \cdot 10^6$	27,64	8,14	5,48	9,37	6,32	3,12	4,36	3,99
$b_1 \cdot 10^6$	-24,20	-5,87	-3,33	-3,92	-1,16	-1,19	-3,08	-3,39
$b_2 \cdot 10^6$	7,38	-2,18	-3,46	-5,24	-3,06	-0,23	-0,31	-3,32
$b_3 \cdot 10^6$	7,73	-0,30	-2,83	-5,48	-3,30	0,18	0,14	-2,68
$b_{12} \cdot 10^6$	-7,61	3,18	3,30	5,58	2,52	0,57	-0,73	2,96
$b_{13} \cdot 10^6$	-8,45	0,85	2,56	5,90	2,63	-0,07	-1,24	2,28
$b_{23} \cdot 10^6$	26,17	5,47	4,03	8,26	5,97	2,42	3,20	2,85
$b_{123} \cdot 10^6$	-24,16	-4,03	-2,01	-3,27	-1,05	-0,80	-2,16	2,52

Nous remarquons que l'effet individuel de la masse est négatif pendant toute la durée d'extraction, alors que ceux liés au débit et à la répartition sont positifs en début du traitement puis tendent vers zéro par valeurs négatives. Par ailleurs, l'effet conjugué de la masse et du débit d'une part, et celui de la masse et de la répartition d'autre part, présentent des valeurs négatives en début d'opération, puis au-delà de la première demi-heure deviennent positifs et le restent globalement pendant toute la durée d'extraction. Par contre, l'effet conjugué des trois paramètres est négatif et le demeure durant les cinq heures de traitement.

De manière générale, les résultats obtenus montrent, aux erreurs d'expériences près, qu'au-delà de deux heures trente minutes à trois heures d'extraction, les effets sont pratiquement constants. Ceci nous amène à penser que l'optimisation des paramètres opératoires concernerait au maximum les trois premières heures d'extraction.

La planification factorielle des expériences permet de conclure que l'effet prédominant est l'influence conjuguée du débit du distillat et de la répartition des graines. Ainsi, l'utilisation d'un fort débit sur une faible masse de matière végétale répartie sur deux plateaux aurait un effet considérable sur le rendement en huile essentielle et sur la vitesse d'extraction. Notons que l'effet conjugué de ces deux paramètres (débit, répartition) sur la vitesse d'extraction est positif et décroissant tout au long de l'opération. De plus, l'effet individuel du débit sur la vitesse d'extraction est négatif pratiquement durant les cinq heures de traitement.

En conclusion et sur la base de ces résultats, nous pouvons préconiser la manière optimale suivante d'opérer: Pour une masse relativement faible de graines de nigelle, répartie sur deux plateaux, utiliser un fort débit de vapeur qui ira vite en décroissant jusqu'à deux heures d'extraction. Ceci nous permettrait d'économiser de grandes quantités de vapeur d'eau

V.3 - VARIATION DE LA COMPOSITION DE L'HUILE ESSENTIELLE EN FONCTION DE LA DURÉE D'EXTRACTION.

Dans le but de suivre l'évolution de la composition chimique de l'huile essentielle, en fonction de la durée d'extraction, nous avons analysé, par chromatographie en phase gazeuse, les échantillons recueillis lors de l'étude cinétique et ayant donné le meilleur rendement. Ces analyses ont été menées dans les mêmes conditions que précédemment.

Notre étude a consisté à suivre l'évolution des trois constituants principaux de l'huile essentielle à savoir, le p-cymène, l' α -thuyène et le β -pinène. Rappelons que les rendements (R_{cons}) en ces constituants ont été calculés sur la base de l'équation suivante:

$$R_{\text{cons}} = R_{\text{HE}} \cdot T_{\text{cons}} \quad (\text{V.7})$$

avec : T_{cons} : teneur en constituant, R_{HE} : Rendement en huile essentielle

Les résultats des calculs effectués sont présentés dans le tableau V.8 ci-dessous. Notons que les rendements indiqués représentent des valeurs cumulées.

TABLEAU.V.8 - Rendement des constituants majeurs de l'huile essentielle extraite par entraînement à la vapeur d'eau

CONSTITUANTS		Durée (minutes)							
		15	30	60	90	120	180	240	300
R_{cons}	p-cymène	0,004	0,067	0,067	0,070	0,070	0,070	0,074	0,74
(%)	α -thuyène	0,006	0,040	0,040	0,042	0,042	0,043	0,049	0,049
x10	β -pinène	0,027	0,797	0,798	0,815	0,816	0,817	0,817	0,817

Les résultats obtenus montrent que la majeure partie des constituants volatils distille pendant la première demi-heure d'extraction. En effet, nous remarquons que pour les trois constituants choisis, les paliers de rendement sont atteints après cette durée. Ceci nous amène à penser que l'extraction prolongée intéresserait surtout des composés plus lourds, à savoir des acides gras. De ce fait, comme l'on ne s'intéresse qu'aux constituants volatils, il n'est pas utile de prolonger l'opération au-delà d'une heure.

Par ailleurs, ces résultats analytiques vérifient la première hypothèse émise relative au comportement des courbes rendement huile essentielle en fonction du temps. Rappelons que nous avons attribué l'allure de ces courbes aux extractions successives des différentes familles de constituants. Aussi, l'augmentation considérable du rendement en huile essentielle au-delà de cette durée intéresserait d'autres familles de produits.

CHAPITRE VI:

MODELISATION

	<i>Page</i>
<i>VI.1 - MECANISME DE L'EXTRACTION SOLIDE-FLUIDE.</i>	96
<i>VI.1.1 - Processus de transfert de matière.</i>	96
<i>VI.1.2 - Les équations régissant le transfert de matière.</i>	96
<i>VI.1.2.1 - La loi de Fick.</i>	97
<i>VI.1.2.2 - Transfert de matière dans le solide</i>	97
<i>VI.1.2.3 - Transfert de matière dans la phase fluide</i>	98
<i>VI.2 - LA MODELISATION DU PROCEDE D'ENTRAINEMENT A LAVAPEUR D'EAU</i>	99
<i>VI.2.1 - Introduction</i>	99
<i>VI.2.2 - Travaux antérieurs</i>	99
<i>VI.2.3 - Modèles proposés.</i>	99
<i>VI.2.3.1 - Modèle cinétique.</i>	100
<i>VI.2.3.1.1 - Hypothèses et équations</i>	100
<i>VI.2.3.1.2 - Les équations à intégrer</i>	101
<i>VI.2.3.1.3 - Les conditions initiales</i>	101
<i>VI.2.3.1.4 - Les conditions aux limites</i>	101
<i>VI.2.3.2 - Modèle diffusionnel.</i>	103
<i>VI.2.3.3.1 - Hypothèses et équations</i>	103
<i>VI.2.3.3.2 - Les équations à intégrer</i>	103
<i>VI.2.3.3.3 - Les conditions initiales</i>	103
<i>VI.2.3.3.4 - Les conditions aux limites.</i>	103
<i>VI.3 - RESOLUTION NUMERIQUE DES EQUATIONS DE TRANSFERT DE MATIERE</i>	104
<i>VI.3.1 - Normalisation</i>	104
<i>VI.3.2 - Discrétisation</i>	104
<i>VI.3.2.1 - Modèle cinétique.</i>	104
<i>VI.3.2.2 - Modèle diffusionnel.</i>	105
<i>VI.3.3 - Résolution des équations différentielles par la méthode de Runge-Kutta-Merson</i>	106
<i>VI.3.4 - Algorithme de résolution des équations différentielles.</i>	110
<i>VI.3.5 - Réajustement des variables</i>	111
<i>VI.3.5.1 - Réajustement au sens des moindres carrés</i>	111
<i>VI.3.5.2 - Méthode de Levenberg et Marquart</i>	113
<i>VI.3.5.3 - Algorithme de réajustement</i>	115
<i>VI.4 - APPLICATION DU PROGRAMME DE CALCUL</i>	117
<i>VI.4.1 - Application des modèles proposés aux graines de coriandre</i>	117
<i>VI.4.1.1 - Détermination des densités apparentes des graines et du lit de matière végétale.</i>	117
<i>VI.4.1.2 - Résultats de la modélisation</i>	117
<i>VI.4.1.2.1 - L'hydrodistillation</i>	117
<i>VI.4.1.2.2 - L'entraînement à la vapeur d'eau</i>	122
<i>VI.4.2 - Application du modèle cinétique aux graines de nigelle.</i>	126

L'extraction étant basée sur des phénomènes de transfert de matière; sa mise en oeuvre nécessite la résolution des problèmes délicats tels que la modélisation et la détermination de certains paramètres souvent inexistant dans les banques de données thermodynamiques.

La simulation est dans de nombreux cas, le meilleur moyen pour maîtriser les paramètres influençant une opération de génie chimique, ce qui permet d'éviter des expériences souvent coûteuses.

Les relations classiques utilisées en génie chimique pour les particules solides ne peuvent pas être appliquées pour la description de la plupart des espèces végétales. Leur géométrie n'est généralement pas uniforme, et leur structure interne est loin d'être homogène. Pour cela, notre intérêt s'est porté sur le fruit de coriandre (*Coriandrum sativum L.*) non seulement pour ses différentes utilisations, mais aussi pour sa forme géométrique de nature sphérique et ce, dans le but de décrire un modèle de transfert de matière qui reflète au mieux la réalité.

Nous tenterons, lors de cette étude, de proposer un modèle qui puisse représenter au mieux le procédé d'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile essentielle de coriandre d'Algérie pour lequel nous avons mené plusieurs expérimentations et analyses.

Par ailleurs, nous tenterons de mettre en évidence l'influence du facteur de forme sur l'extraction solide-fluide en essayant d'appliquer le modèle aux graines de *Nigella sativa L.* dont la forme géométrique peut être considérée comme cylindrique[85].

VI.1 - MECANISME DE L'EXTRACTION SOLIDE-FLUIDE.

VI.1.1 - Processus de transfert de matière.

Le transfert du soluté dans un solvant exige un certain temps pour être complet et il est essentiel de déterminer la vitesse globale de ce phénomène, c'est-à-dire la vitesse de transfert ou vitesse d'extraction, pour définir un appareil d'extraction. Cette vitesse résultante est régie par trois processus élémentaires d'échange de matière:

- la dissolution du soluté au sein des particules de solvant,
- la diffusion de la solution vers l'extérieur de la particule,
- la diffusion du soluté contenu dans la solution au contact du solide vers la masse restante de solvant.

La dissolution du soluté au sein des particules de solvant est généralement très rapide devant la durée du procédé entier de l'extraction. On peut, toutefois, rencontrer des cas où cette étape doit être prise en compte dans la détermination de la vitesse globale.

La diffusion du soluté vers la surface extérieure du solide joue un rôle important dans la cinétique du transfert de matière. Dans le cas typique de l'extraction des graines oléagineuses, le cheminement du soluté à travers les parois des cellules peut être très lent pour diverses raisons (tortuosité, faible diamètre des pores, ...). Le processus est régi par un phénomène de diffusion à travers une membrane ou dialyse.

Le passage du soluté de la solution au contact du solide vers la masse de solvant peut être considérée comme une simple opération de mélange dont la vitesse est telle que son influence sur la vitesse globale est très limitée. Si cette vitesse de passage du soluté de la surface vers la masse de solvant est suffisamment faible pour contrôler le processus de transfert de matière, une bonne agitation du fluide est alors nécessaire [86].

VI.1.2 - Les équations régissant le transfert de matière.

La notion de vitesse de transfert de matière au sein d'un substrat solide est difficile d'accès car il est impossible de définir l'allure des cheminements au travers desquels s'effectue le transfert.

Les divergences de vue apparaissent au sujet de la validité des lois de Fick pour la diffusion dans les tissus végétaux non homogènes ou pour les conditions aux limites, lors de la résolution des différentes équations.

Les expressions analytiques de la diffusion moléculaire pour un mélange binaire sont données par les lois de **Fick** [87].

VI.1.2.1 - La loi de Fick.

A température et pression constantes la densité de flux de transfert J_j^V d'un constituant i dans un mélange complexe est exprimée par l'équation (VI.1) ci-dessous

$$J_j^V = -D_{ij} \nabla C_i \quad (\text{VI.1})$$

dans laquelle

D_{ij} représente le coefficient de diffusion de (i) dans le mélange et C_i représente la concentration de l'espèce i .

Le flux de masse obéit à l'équation de bilan qui exprime la conservation de la masse dans un élément de fluide. L'équation s'obtient en écrivant que la variation de masse, dans un volume v , est égale à la somme des flux correspondants entrant dans ce volume v et de la quantité de matière apparue dans v . L'équation de bilan s'écrira donc :

$$\text{Ce qui entre (E)} - \text{Ce qui sort (S)} \pm \text{Ce qui se crée (R)} = \text{Ce qui s'accumule (A)}$$

Dans le cas général (formation et/ou disparition de i), l'équation de continuité relative au constituant i s'écrit comme suit:

$$\text{div} (C_i \nabla^V - D_{im} \nabla C_i) \pm R_i + \frac{\partial C_i}{\partial t} = 0 \quad (\text{VI.2})$$

Dans le cas où le terme de transport est négligeable, l'équation se simplifie et s'exprime par :

$$\text{div} (-D_{im} \nabla C_i) \pm R_i + \frac{\partial C_i}{\partial t} = 0 \quad (\text{VI.3})$$

VI.1.2.2 - Transfert de matière dans le solide

En considérant un transfert unidirectionnel, on aura

$$\frac{1}{r^{F-1}} \cdot \frac{\partial}{\partial r} (D_a \cdot r^{F-1} \cdot \frac{\partial C_i}{\partial r}) \pm R_i = \frac{\partial C_i}{\partial t} \quad (\text{VI.4})$$

En l'absence de réaction chimique, on obtient alors la deuxième loi de Fick (VI.5) suivante:

$$\frac{1}{r^{F-1}} \cdot \frac{\partial}{\partial r} (D_a \cdot r^{F-1} \cdot \frac{\partial C_i}{\partial r}) = \frac{\partial C_i}{\partial t} \quad (\text{VI.5})$$

où F est le facteur de forme géométrique, égal à 1, 2, et 3 respectivement pour le parallélépipède, le cylindre et le sphère, r est la distance radiale variant de 0 à R , C_i la concentration du soluté i dans la phase solide et D_a le coefficient de diffusion apparent.

VI.1.2.3 - Transfert de matière dans la phase fluide

De nombreux modèles ont été proposés, avec des succès divers, afin de décrire la diffusion du soluté contenu dans la solution au contact du solide vers la masse fluide. D'après le modèle de la couche limite, basé sur l'hypothèse que la particule est entourée d'un film mince, ce qui introduit une résistance supplémentaire au transfert de matière, le gradient de concentration est linéaire dans la couche et s'annule à l'extérieur [86].

Pour caractériser le transfert dans la phase fluide, on définit un coefficient de transfert en rapportant le flux interfacial F à une différence de concentrations caractéristique [88].

$$F = K_f \cdot A \cdot (q^* - q) \quad (\text{VI.6})$$

où A désigne l'aire de l'interface solide-fluide,

q^* la concentration du soluté au contact du solide,

q la concentration du soluté du côté du fluide et

K_f le coefficient de transfert de matière.

Le coefficient de transfert K_f est influencé par la viscosité ainsi que par la turbulence du milieu; une bonne agitation permet alors d'augmenter la diffusion à travers la couche limite [89].

Dans le cas de l'extraction des graines oléagineuses, le soluté est localisé dans des cellules végétales à parois très peu perméable. La résistance au passage du soluté à travers le solide est par conséquent beaucoup plus grande que dans la couche limite qui l'entoure.

D'autre part, la plupart des modèles utilisés pour interpréter le transfert de matière entre phases admettent que l'équilibre thermodynamique est atteint quasi instantanément en l'absence de réactions chimiques interfaciales et de substances tensioactives adsorbées à l'interface, ce qui a pour effet d'apporter une résistance supplémentaire [90].

Cet équilibre peut être assuré par la turbulence de la phase continue qui sera d'autant plus élevée que la différence de densité entre les deux phases est grande.

VI.2 - LA MODELISATION DU PROCEDE D'ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU.

VI.2.1 - Introduction

La mise en modèle des processus est une opération fondamentale. Elle répond à plusieurs objectifs dont l'importance relative dépend du phénomène étudié.

La modélisation de type génie chimique permet d'établir une relation décrivant le processus à partir des lois fondamentales de la physique et de la chimie telles que la conservation de masse, les équilibres entre phases, les lois de transfert, etc.

Une fois établi, le modèle permet de faire des prévisions et de formuler des recommandations; il ouvre donc la voie aux problèmes de l'optimisation [91].

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

VI.2.2 - Travaux antérieurs

Plusieurs modèles ont été proposés afin de décrire la cinétique de transfert de matière du processus d'extraction solide-liquide. A cet effet, nous pouvons citer les travaux effectués par Allouache et Sayah [92], ainsi que ceux réalisés par Amer-ouali et Mansouri [93] sur le bois de cèdre en réacteurs respectivement agité et en lit fixe.

Des expériences spécifiques d'extraction, effectuées par Lalou et Coll. [94], ont montré que les hémicelluloses présentes dans les coques de tournesol sont chimiquement liées aux parois cellulaires. Le processus de rupture de ces liaisons ne pouvait pas être négligé par rapport à la diffusion des espèces chimiques, donc les deux phénomènes devaient être pris en considération dans le modèle. Par contre, l'étape de diffusion du solvant dans le solide est négligeable devant les autres étapes.

VI.2.3 - Modèles proposés.

Les travaux que nous avons menés sur les graines de coriandre indiquent que le linalol constituant majoritaire de l'huile essentielle est lié à une matrice et serait donc libéré de cette combinaison lors de l'entraînement à la vapeur d'eau ou de l'hydrodistillation..

Dans le même contexte, nos travaux relatifs aux graines de *Nigella sativa L.* ont prouvé que les constituants majoritaires de l'huile essentielle, se trouvent liés à une matrice.

A partir de ces résultats, nous pouvons envisager d'établir deux modèles nous permettant de mettre en évidence l'influence de la vitesse de l'étape de libération du soluté sur la vitesse globale du processus de transfert de matière :

1-Dans le premier modèle cinétique, la libération du soluté et la diffusion de l'espèce chimique sont tous deux pris en compte.

2-Dans le second modèle diffusionnel, seule la diffusion est considérée.

VI.2.3.1 - Modèle cinétique.

VI.2.3.1.1 - Hypothèses et équations

Afin de décrire le processus de transfert de matière, nous utiliserons plusieurs hypothèses simplificatrices :

1- Dans le cas de l'entraînement à la vapeur, une simplification est faite en supposant que le lit fixe se comporte comme un réacteur piston [91].

2 - Compte tenu de l'incertitude rattachée à l'estimation des paramètres caractérisant les systèmes triphasiques, il n'est pas utile de développer des modèles sophistiqués. Ainsi dans le cas de l'hydrodistillation, en considérant que le système se comporte comme un lit fluidisé à trois phases et en supposant que les phases liquides et solides sont parfaitement mélangées, la phase gazeuse pourra être supposée en écoulement piston [91].

3 - La dispersion axiale et le terme de transport sont négligeables, ce qui revient à traiter le problème comme un processus de transfert entre la particule solide et la phase fluide.

4 - les particules solides sont assimilées à des formes géométriques simples de distance radiale caractéristique R .

5 - Puisque les propriétés moyennes de l'huile essentielle varient peu, celle-ci sera considérée comme un soluté unique ayant des propriétés physiques et diffusionnelles moyennes. Ce qui revient à dire que le soluté est considéré comme ayant la même propriété diffusionnelle, bien qu'il soit en réalité composé d'une grande variété de constituants [90].

6 - La répartition initiale du soluté est considérée comme étant homogène.

7 - En prenant en considération la symétrie du problème, les concentrations du soluté à l'état libre et lié, X_l et X_f respectivement ne dépendent que de la variable spatiale (r) et du temps (t) [94].

8 - La diffusion du solvant est négligeable devant les autres étapes du processus et la vitesse V_C de libération du soluté est décrite par l'équation suivante [94]:

$$V_c = K_c \cdot X_f \quad (\text{VI.7})$$

où K_c représente la pseudo-constante de vitesse.

9- A l'interface, il y a évaporation du soluté, de ce fait l'équilibre liquide-vapeur est atteint quasi instantanément et l'on pourra écrire $q(t) = m \cdot X_l$ (VI.8)

où $q(t)$ désigne la concentration du soluté dans la phase gazeuse et m le paramètre d'équilibre.

VI.2.3.1.2 - Les équations à intégrer

Les équations à résoudre s'écrivent respectivement

1- cas où le soluté est lié
$$\frac{\partial X_f(t, r)}{\partial t} = - K_c \cdot X_f(t, r) \quad (\text{VI.9.a})$$

2- cas où le soluté est à l'état libre

$$\frac{\partial X_l(t, r)}{\partial t} = D_a \cdot \frac{\partial^2 X_l(t, r)}{\partial r^2} + \frac{2 \cdot D_a}{r} \cdot \frac{\partial X_l(t, r)}{\partial r} + K_c \cdot X_f(t, r) \quad (\text{VI.9.b})$$

où D_a est le coefficient de diffusion apparent

VI.2.3.1.3 - Les conditions initiales

Au temps $t = 0$, nous pouvons écrire que les concentrations du soluté sont respectivement

- dans la phase continue (fluide) $q(0) = 0$,
- à l'état libre $X_l(0, r) = 0$ et
- lié $X_f(0, r) = X_0$.

Cette concentration initiale X_0 est assimilée à la quantité maximale extractible.

VI.2.3.1.4 - Les conditions aux limites

Nous envisageons que

1- au centre de la particule, la concentration en soluté est maximale du fait de la symétrie

du problème. Donc pour $r = 0$:
$$\frac{\partial X_l(t, 0)}{\partial r} = 0 \quad (\text{VI.10})$$

2- l'équilibre liquide-vapeur est atteint quasi instantanément. Donc

pour $r = R$:
$$X_l(t, R) = \frac{q(t)}{m} \quad (\text{VI.11})$$

3- à l'interface, nous considérons l'égalité des débits du soluté sortant des pores et celui qui passe dans la phase fluide. Le débit de soluté W à l'interface du côté solide est donné par la première loi de Fick soit

$$W = (10^{-2}) \cdot \left(\frac{-D_a \cdot A}{V_{\text{pores}}} \right) \cdot M \cdot \frac{\partial X_1(t, r)}{\partial r} \quad (\text{VI.12})$$

A représente l'aire interfaciale solide-fluide $A = V_{\text{particule}} \cdot a$.

$a = 3/R$ dans le cas d'une sphère.

$a = 2/R$ dans le cas d'un cylindre.

$a = 1/R$ dans le cas d'un parallélépipède.

R : représente la distance radiale.

$V_{\text{particule}}$: volume de la particule solide.

V_{pores} : volume du vide dans la particule solide.

M : masse de matière végétale sèche.

Le débit massique de soluté à l'interface du coté fluide est donné par:

$$W = (10^{-2}) \cdot M \cdot \frac{dq(t)}{dt} \quad (\text{VI.13})$$

où $q(t)$ désigne la concentration du soluté dans la phase fluide.

Pour tenir compte de l'accessibilité de plus en plus difficile du soluté au cours de l'avancement de l'opération d'extraction, un coefficient dépendant de la concentration résiduelle en soluté a été introduit par A.Lalou et Coll. [94], sous la forme:

$$D = D_0 \cdot X_f^\alpha \quad (\text{VI.14})$$

Où X_f est la concentration moyenne du soluté lié dans la particule solide qui est une fonction du temps et donnée par l'expression suivante:

$$X_f(t) = \frac{1}{R} \int_0^R X_f(t, r) dr \quad (\text{VI.15})$$

Le modèle décrit dans cette partie comporte quatre paramètres, K_c , D_0 , α et m , tous devant être déterminés. La résolution de ces systèmes d'équations ne pouvant pas être établie analytiquement, nécessitera l'utilisation de méthodes numériques.

VI.2.3.2. - Modèle diffusionnel.

VI.2.3.2.1 - Hypothèses et équations

Dans ce cas nous considérons que le transport du soluté dans les particules est un phénomène purement diffusionnel. De ce fait, toutes les hypothèses simplificatrices, émises auparavant restent valables, à l'exception du terme cinétique qui s'annule ($X_f = 0$).

VI.2.3.2.2 - Les équations à intégrer

Dans le cas d'un transfert sans réaction chimique le système se réduit à l'équation suivante:

$$\frac{\partial X_1(t, r)}{\partial t} = D_a \cdot \frac{\partial^2 X_1(t, r)}{\partial r^2} + \frac{2 \cdot D_a}{r} \cdot \frac{\partial X_1(t, r)}{\partial r} \quad (\text{VI.16})$$

où D_a est le coefficient de diffusion apparent

VI.2.3.2.3 - Les conditions initiales

La totalité du soluté se trouvant à l'état libre, nous pouvons écrire

$$X_1(0, r) = X_0 \quad (\text{VI.17})$$

VI.2.3.2.4 - Les conditions aux limites.

Notons que les conditions aux limites développées pour l'établissement du modèle de transfert cinétique restent toutes valables dans ce cas. Il en va de même pour le coefficient de diffusion apparent D_a qui, pour tenir compte de l'accessibilité de plus en plus difficile du soluté au cours de l'avancement de l'opération d'extraction, sera supposé dépendant de la concentration résiduelle du soluté et s'écrira de la même manière que précédemment :

$$D = D_0 \cdot X_1^\alpha \quad (\text{VI.18})$$

Où : X_1 est la concentration moyenne du soluté libre dans la particule solide qui est une fonction du temps :

$$X_f(t) = \frac{1}{R} \int_0^R X_1(t, r) dr \quad (\text{VI.19})$$

La résolution de ces équations se fera de la même manière que dans le premier cas, où les paramètres D_0 , α et m seront déterminés par réajustement.

VI.3 - RESOLUTION NUMERIQUE DES EQUATIONS DE TRANSFERT DE MATIERE

VI.3.1 - Normalisation

Les équations de transfert de matière ont été transformées en utilisant les variables adimensionnelles suivantes:

$$\xi = r / R \text{ avec } 0 < \xi < 1 \quad (\text{VI.20})$$

$$\tilde{t} = \frac{t}{\tau} \text{ avec } 0 < \tilde{t} < 1 \quad (\text{VI.21})$$

Le système d'équations pour le modèle cinétique est le suivant:

$$\frac{\partial x_1(\tilde{t}, \xi)}{\partial \tilde{t}} = F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha \cdot \left(\frac{\partial^2 x_1(\tilde{t}, \xi)}{\partial \xi^2} + \frac{2}{\xi} \cdot \frac{\partial x_1(\tilde{t}, \xi)}{\partial \xi} \right) + K_c \cdot \tau \cdot x_2(\tilde{t}, \xi) \quad (\text{VI.22})$$

$$\frac{\partial x_2(t, \xi)}{\partial t} = -K_c \cdot \tau \cdot x_2(t, \xi) \quad (\text{VI.23})$$

Dans le modèle diffusionnel, l'équation différentielle est de la forme :

$$\frac{\partial x_1(\tilde{t}, \xi)}{\partial \tilde{t}} = F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha \cdot \left(\frac{\partial^2 x_1(\tilde{t}, \xi)}{\partial \xi^2} + \frac{2}{\xi} \cdot \frac{\partial x_1(\tilde{t}, \xi)}{\partial \xi} \right) \quad (\text{VI.24})$$

avec : R : la distance radiale.

τ : le temps de contact final.

x_1, x_2, y : les variables réduites définies comme suit,

$$x_1 = X_l / X_0, \quad x_2 = X_f / X_0, \quad y = q / X_0$$

X_l, X_f : les concentrations respectives du soluté libre et lié.

q : la concentration du soluté dans la phase fluide.

X_0 : la concentration initiale en soluté.

F_0 : le nombre de Fourier relatif au temps de contact final, $F_0 = D_0 \cdot \tau / R^2$.

VI.3.2 - Discrétisation

La distance radiale de la particule solide sera subdivisée en **(NI-1)** intervalles d'égale largeur **dr**, le pas sur la distance est donné par: **hl = 1/ (NI-1)**.

VI.3.2.1 - Modèle cinétique.

La concentration du soluté dans le solide est décrite par NI fonctions :

*Pour le soluté à l'état libre : $CI^{(i)}(t) = x_1(\xi, t)$

*Pour le soluté lié : $Cf^{(i)}(t) = x_2(\xi, t)$

En outre, pour la résolution de ce système nous devons tenir compte des conditions initiales et aux limites, qui s'écrivent dans le cas du modèle cinétique comme suit :

- $t = 0$ $CI^{(i)}(0) = 0.$
 $Cf^{(i)}(0) = 1$
- $i = 1$ $dCI^{(i)}(t) / d\xi = 0$
- $i = NI$ $y(t) = CI^{(NI)}(t) / m.$

Le système à résoudre dans ce cas est le suivant :

Pour $i = 1$, nous utiliserons le développement côté centre :

$$\frac{dCI^{(i)}}{dt} = \frac{2}{3} \cdot \frac{F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha}{hI^2} \cdot (CI^{(3)} - CI^{(2)}) + K_c \cdot \tau \cdot Cf^{(i)} = f_1(CI^{(3)}, CI^{(2)}, Cf^{(1)})$$

$$\frac{dCf^{(i)}}{dt} = -K_c \cdot \tau \cdot Cf^{(i)} = g(Cf^{(1)})$$

Pour $i = 2, \dots, NI-1$, nous utiliserons les différences centrées :

$$\frac{dCI^{(i)}}{dt} = \frac{F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha}{hI^2} \left(\left(1 - \frac{F-1}{2(i-1)}\right) \cdot CI^{(i-1)} - 2 \cdot CI^{(i)} + \left(1 + \frac{F-1}{2(i-1)}\right) \cdot CI^{(i+1)} \right) + K_c \cdot \tau \cdot Cf^{(i)}$$

$$= f_2(CI^{(i-1)}, CI^{(i)}, CI^{(i+1)}, Cf^{(i)})$$

$$\frac{dCf^{(i)}}{dt} = -K_c \cdot \tau \cdot Cf^{(i)} = g(Cf^{(i)})$$

Pour $i = Ni$, on utilisera dans ce cas les différences centrées côté gauche :

$$\frac{dCI^{(NI)}}{dt} = \frac{F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha}{hI^2} \left(CI^{(NI-2)} + \left(1 + \frac{F-1}{i-1}\right) \cdot CI^{(NI)} - \left(2 + \frac{F-1}{i-1}\right) \cdot CI^{(NI-1)} \right)$$

$$+ K_c \cdot \tau \cdot Cf^{(NI)}$$

$$= f_3(CI^{(NI-2)}, CI^{(NI)}, CI^{(NI-1)}, Cf^{(NI)})$$

$$\frac{dCf^{(NI)}}{dt} = -K_c \cdot \tau \cdot Cf^{(NI)} = g(Cf^{(NI)})$$

II.3.2.2 – Modèle diffusionnel.

Pour la résolution du système, dans le cas du modèle diffusionnel, les conditions initiales et celles aux limites s'écrivent:

- $t = 0$ $CI^{(i)}(0) = 1.$
- $i = 1$ $dCI^{(i)}(t) / d\xi = 0.$

• $i = NI \quad y(t) = CI^{(NI)}(t) / m.$

Ainsi le système à résoudre devient

pour $i = 1 :$

$$\frac{dCI^{(1)}}{dt} = \frac{2}{3} \cdot \frac{F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha}{hl^2} \cdot (CI^{(3)} - CI^{(2)}) = f1(CI^{(3)}, CI^{(2)})$$

pour $i = 2, \dots, NI-1 :$

$$\begin{aligned} \frac{dCI^{(i)}}{dt} &= \frac{F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha}{hl^2} \left(\left(1 - \frac{(F-1)}{2(i-1)}\right) \cdot CI^{(i-1)} - 2 \cdot CI^{(i)} + \left(1 + \frac{F-1}{2(i-1)}\right) \cdot CI^{(i+1)} \right) \\ &= f2(CI^{(i-1)}, CI^{(i)}, CI^{(i+1)}) \end{aligned}$$

pour $i = NI :$

$$\begin{aligned} \frac{dCI^{(NI)}}{dt} &= \frac{F_0 \cdot D_0 \cdot X_f^\alpha}{hl^2} \left(CI^{(NI-2)} + \left(1 + \frac{(F-1)}{i-1}\right) \cdot CI^{(NI)} - \left(2 + \frac{(F-1)}{i-1}\right) \cdot CI^{(NI-1)} \right) \\ &= f3(CI^{(NI-2)}, CI^{(NI)}, CI^{(NI-1)}). \end{aligned}$$

La discrétisation de la variable spatiale, par la méthode des différences finies, nous permet d'obtenir un système d'équations différentielles ordinaires.

Les équations discrètes obtenues sont intégrées au cours du temps par une des méthodes de Runge-Kutta. Nous avons opté pour la méthode de Runge-Kutta-Merson d'ordre 4, celle-ci permet d'apporter des corrections aux concentrations à chaque étape. C'est une méthode adaptable à toutes les situations et très sophistiquée, aussi bien sur le plan mathématique, que sur le plan physique [95].

VI.3.3 - Résolution des équations différentielles par la méthode de Runge-Kutta-Merson

La méthode de Runge-Kutta est fondée sur une relation de récurrence de la forme :

$$G_{j+1} = G_j + [c_1K_1 + c_2K_2 + \dots + c_oK_o] \quad o : \text{ordre de la méthode.}$$

Celle-ci est d'autant plus précise que son ordre est élevé ; ainsi pour la méthode de Runge-Kutta-Merson, l'erreur par pas est de l'ordre de ht à la puissance 4 [96].

Pour un système de n d'équations différentielles du premier ordre :

$$G_1(t) = f1(t, x_1, x_2, \dots, x_m)$$

.....

.....

.....

$$G_n(t) = fn(t, x_1, x_2, \dots, x_m),$$

les paramètres utilisés dans ce cas sont des vecteurs à n composants.

La détermination des coefficients K_o (o variant de 1 à 5) se fait, dans le cadre de cette méthode, par les équations qui suivent, pour un nombre de variables m , on a $K_o = [K_o^{(1)}, K_o^{(2)}, \dots, K_o^{(m)}]^t$, $o = 1, \dots, 5$

$$\begin{aligned}
 K_1^{(z)} &= \frac{ht}{3} \cdot f_1(t, x^{(1)}, x^{(2)}, \dots, x^{(m)}) \\
 Q1^{(z)} &= x^{(z)} + K_1^{(z)} \\
 K_2^{(z)} &= \frac{ht}{3} \cdot f_1(t + \frac{ht}{3}, Q1^{(1)}, Q1^{(2)}, \dots, Q1^{(m)}) \\
 Q2^{(z)} &= x^{(z)} + 0.5 \cdot K_1^{(z)} + 0.5 \cdot K_2^{(z)} \qquad z = 1, \dots, m \\
 K_3^{(z)} &= \frac{ht}{3} \cdot f_1(t + \frac{ht}{3}, Q2^{(1)}, Q2^{(2)}, \dots, Q2^{(m)}) \\
 Q3^{(z)} &= x^{(z)} + \frac{3}{8} \cdot K_1^{(z)} + \frac{9}{8} \cdot K_3^{(z)} \\
 K_4^{(z)} &= \frac{ht}{3} \cdot f_1(t + \frac{ht}{3}, Q3^{(1)}, Q3^{(2)}, \dots, Q3^{(m)}) \\
 Q4^{(z)} &= x^{(z)} + \frac{3}{2} \cdot K_1^{(z)} - \frac{9}{2} \cdot K_3^{(z)} + 6 \cdot K_4^{(z)} \\
 K_5^{(z)} &= \frac{ht}{3} \cdot f_1(t + \frac{ht}{3}, Q4^{(1)}, Q4^{(2)}, \dots, Q4^{(m)})
 \end{aligned}$$

La méthode de Runge-Kutta impose d'utiliser un pas ht inférieur à 0.1. Pour un nombre d'intervalles égal à $(NJ-1)$, ce pas ht est donné par $ht = 1 / (NJ-1)$, $j = 1, \dots, NJ$.

La modification apportée par Merson permet de faire une estimation explicite de l'erreur, $e^{(z)}$, de troncature dont l'expression est la suivante:

$$e^{(z)} = 1/5 \cdot (K_1^{(z)} - 9/2 \cdot K_3^{(z)} + 4 \cdot K_4^{(z)} - 9/2 \cdot K_5^{(z)}) \quad , z = 1, \dots, m.$$

Dans le cas où cette erreur est plus grande qu'une certaine précision, un pas égal à $ht/2$ est alors choisis et le processus itératif est répété [95].

Dans le cas du modèle cinétique, l'on devra résoudre un système de $2 \cdot NI$ équations différentielles pour chaque discretisation i . Pour cela, nous devons considérer deux coefficients $K1$ et $K2$ qui sont en fait des matrices de dimensions $5 \times NI$ et qui sont déterminés à l'aide des équations suivantes :

$$\begin{aligned}
 i = 1 \quad & \left\{ \begin{aligned}
 K1_1^{(i)} &= \frac{ht}{3} \cdot f_1(C1_j^{(2)}, C1_j^{(3)}, Cf_j^{(1)}) \\
 K2_1^{(i)} &= \frac{ht}{3} \cdot g(Cf_j^{(1)})
 \end{aligned} \right.
 \end{aligned}$$

$i = 2, \dots, NI-1$	$K1_1^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot f2(CI_j^{(i-1)}, CI_j^{(i)}, CI_j^{(i+1)}, Cf_j^{(i)})$ $K2_1^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Cf_j^{(i)})$
$i = NI$	$K1_1^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot f3(CI_j^{(NI-2)}, CI_j^{(NI-1)}, CI_j^{(NI)}, Cf_j^{(NI)})$ $K2_1^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Cf_j^{(NI)})$
$i = 1, \dots, NI$	$Q11_j^{(i)} = CI_j^{(i)} + K1_1^{(i)}$ $Q12_j^{(i)} = Cf_j^{(i)} + K2_1^{(i)}$
$i = 1$	$K1_2^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot f1(Q11_j^{(2)}, Q11_j^{(3)}, Q12_j^{(1)})$ $K2_2^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q12_j^{(1)})$
$i = 2, \dots, NI-1$	$K1_2^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot f2(Q11_j^{(i-1)}, Q11_j^{(i)}, Q11_j^{(i+1)}, Q12_j^{(i)})$ $K2_2^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q12_j^{(i)})$
$i = NI$	$K1_2^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot f3(Q11_j^{(NI-2)}, Q11_j^{(NI-1)}, Q11_j^{(NI)}, Q12_j^{(NI)})$ $K2_2^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q12_j^{(NI)})$
$i = 1, \dots, NI$	$Q21_j^{(i)} = CI_j^{(i)} + 0.5 \cdot K1_1^{(i)} + 0.5 \cdot K1_2^{(i)}$ $Q22_j^{(i)} = Cf_j^{(i)} + 0.5 \cdot K2_1^{(i)} + 0.5 \cdot K2_2^{(i)}$
$i = 1$	$K1_3^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot f1(Q21_j^{(2)}, Q21_j^{(3)}, Q22_j^{(1)})$ $K2_3^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q22_j^{(1)})$
$i = 2, \dots, NI-1$	$K1_3^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot f2(Q21_j^{(i-1)}, Q21_j^{(i)}, Q21_j^{(i+1)}, Q22_j^{(i)})$ $K2_3^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q22_j^{(i)})$
$i = NI$	$K1_3^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot f3(Q21_j^{(NI-2)}, Q21_j^{(NI-1)}, Q21_j^{(NI)}, Q22_j^{(NI)})$ $K2_3^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q22_j^{(NI)})$

$$\begin{array}{l}
 \mathbf{i = 1, \dots, NI} \\
 \mathbf{i = 1} \\
 \mathbf{i = 2, \dots, NI-1} \\
 \mathbf{i = NI} \\
 \mathbf{i = 1, \dots, NI} \\
 \mathbf{i = 1} \\
 \mathbf{i = 2, \dots, NI-1} \\
 \mathbf{i = NI}
 \end{array}
 \left|
 \begin{array}{l}
 Q31_j^{(i)} = C1_j^{(i)} + 3/8.K1_1^{(i)} + 9/8.K1_3^{(i)} \\
 Q32_j^{(i)} = Cf_j^{(i)} + 3/8.K2_1^{(i)} + 9/8.K2_3^{(i)} \\
 K1_4^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot f1(Q31_j^{(2)}, Q31_j^{(3)}, Q32_j^{(1)}) \\
 K2_4^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q32_j^{(1)}) \\
 K1_4^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot f2(Q31_j^{(i-1)}, Q31_j^{(i)}, Q31_j^{(i+1)}, Q32_j^{(i)}) \\
 K2_4^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q32_j^{(i)}) \\
 K1_4^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot f3(Q31_j^{(NI-2)}, Q31_j^{(NI-1)}, Q31_j^{(NI)}, Q32_j^{(NI)}) \\
 K2_4^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q32_j^{(NI)}) \\
 Q41_{(j)}^{(i)} = C1_j^{(i)} + 3/2.K1_1^{(i)} - 9/2.K1_3^{(i)} + 6.K1_4^{(i)} \\
 Q42_j^{(i)} = Cf_j^{(i)} + 3/2.K2_1^{(i)} - 9/2.K2_3^{(i)} + 6.K2_4^{(i)} \\
 K1_5^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot f1(Q41_j^{(2)}, Q41_j^{(3)}, Q42_j^{(1)}) \\
 K2_5^{(1)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q42_j^{(1)}) \\
 K1_5^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot f2(Q41_j^{(i-1)}, Q41_j^{(i)}, Q41_j^{(i+1)}, Q42_j^{(i)}) \\
 K2_5^{(i)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q42_j^{(i)}) \\
 K1_5^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot f3(Q41_j^{(NI-2)}, Q41_j^{(NI-1)}, Q41_j^{(NI)}, Q42_j^{(NI)}) \\
 K2_5^{(NI)} = \frac{ht}{3} \cdot g(Q42_j^{(NI)})
 \end{array}
 \right.$$

Une fois les coefficients **K1** et **K2** calculés, nous pourrions déterminer les concentrations dans le solide à tout instant j :

$$\mathbf{i = 1, \dots, NI}
 \left|
 \begin{array}{l}
 C1_{j+1}^{(i)} = C1_j^{(i)} + 1/6.(K1_1^{(i)} + 2.K1_2^{(i)} + 2.K1_3^{(i)} + K1_4^{(i)}) \\
 Cf_{j+1}^{(i)} = Cf_j^{(i)} + 1/6.(K2_1^{(i)} + 2.K2_2^{(i)} + 2.K2_3^{(i)} + K2_4^{(i)})
 \end{array}
 \right.$$

Dans le cas du modèle diffusionnel, le problème se réduit à un système d'équations différentielles plus simples à résoudre. En effet, toutes les équations ayant servi à l'établissement du modèle cinétique sont reprises, à l'exception des termes cinétiques $K_2^{(i)}$ pris égaux à zéro.

Le calcul de la concentration du soluté dans le fluide $y(t)$ se fait à partir de l'égalité des

flux :

$$-D_a \cdot a \cdot \frac{V_{\text{humide}}}{V_{\text{poreux}}} \cdot \frac{\partial X_1}{\partial \xi} = \frac{R}{\tau} \cdot \frac{dy(t)}{dt} \quad (\text{VI.25})$$

où : a est la surface spécifique $a = F / R$.

Après une discrétisation côté gauche on obtient :

$$-D_a \cdot \frac{(C_{j}^{(NI)} - C_{j-1}^{(NI)})}{hl} \cdot \frac{F}{R} = \frac{\varepsilon \cdot R}{\tau} \cdot \frac{(y_{j+1} - y_j)}{ht}$$

$$y_{j+1} = y_j - \frac{F \cdot ht \cdot X^\alpha \cdot F_0 \cdot ht}{\varepsilon \cdot hl} \cdot (C_{j}^{(NI)} - C_{j-1}^{(NI)})$$

Où : $X = X_f$ pour le cas du modèle cinétique.

$X = X_l$ pour le cas du modèle diffusionnel.

ε la porosité du grain.

L'expression donnant la concentration du soluté libre à l'interface $C_i^{(NI)}$ est de la forme :

$$C_{j}^{(NI)} = \frac{y_j}{m}$$

Cette condition aux limites reste valable pour les deux modèles cinétique et diffusionnel.

Les deux modèles font intervenir un coefficient de diffusion apparent, qui varie en fonction du temps, celui-ci est déterminé à partir de l'expression suivante :

$$D = D_0 \cdot X^\alpha$$

où $X = \frac{X_0}{\xi} \int_0^1 C_f(t) d\xi$ dans le cas du modèle cinétique,

et $X = \frac{X_0}{\xi} \int_0^1 C_l(t) d\xi$ dans le cas du modèle diffusionnel.

Les intégrales précédentes sont calculées à l'aide de la méthode des trapèzes

VI.3.4 - Algorithme de résolution des équations différentielles.

L'algorithme de résolution est constitué par les étapes suivantes :

$$r_i = y_i - f(x_i), i = 1, \dots, n.$$

où y_i sont les valeurs que prend une variable réelle sur n abscisses distinctes x_i . Cette méthode d'approximation permet de s'affranchir au mieux des erreurs commises dans les mesures [96].

La norme euclidienne sur \mathbf{R}^n est la norme notée φ_2 et définie pour tout vecteur $\mathbf{X} = (x_i)$ par :

$$\varphi_2(\mathbf{X}) = \left[\sum_{i=1}^n |x_i|^2 \right]^{1/2}$$

Il s'agit de minimiser la fonction $\varphi_2(\mathbf{R})$ de \mathbf{R}^{n+1} dans \mathbf{R} , définie par :

$$\varphi_2(\mathbf{R}) = \left[\sum_{i=1}^n |r_i|^2 \right]^{1/2} = \left[\sum_{i=1}^n (Y_i - F(X_i))^2 \right]^{1/2}$$

La minimisation de $\varphi_2(\mathbf{R})$ est équivalente à la minimisation de la fonction $\varphi_2^2(\mathbf{R})$, donnée par :

$$\varphi_2^2(\mathbf{R}) = \sum_{i=1}^n |r_i|^2$$

Dans notre cas, l'on souhaite déterminer le vecteur de variables $\mathbf{H} = (h_j) = [\mathbf{D}, \mathbf{K}_c, \mathbf{m}, \alpha]^T$ à partir de np mesures, en minimisant le critère quadratique :

$$E = \sum_{i=1}^{np} (y \text{ exp}_i - y \text{ mod}_i)^2 \tag{VI.25}$$

Une condition nécessaire pour que E admette un extremum au point $\mathbf{H} = (h_j)$ est que le gradient de la fonction $\mathbf{E}(\mathbf{H})$ soit nul.

Or on a :

$$\begin{aligned} \nabla \mathbf{E}(\mathbf{H}) = \mathbf{0} &\Leftrightarrow \frac{\partial E}{\partial h_j}(h_1 \dots h_m) = 0, \quad j = 1, \dots, m \quad (\text{où } m = 4) \\ &\Leftrightarrow -2 \sum_{i=1}^{np} (y \text{ exp}_i - y \text{ mod}_i) \cdot \frac{\partial y \text{ mod}_i}{\partial h_j}(h_1 \dots h_m) = 0 \end{aligned} \tag{VI.26}$$

On définit :

$$\mathbf{H}^t = [\mathbf{D}, \mathbf{K}_c, \mathbf{m}, \alpha]$$

$$d'où \Delta \mathbf{H}^t = [\Delta \mathbf{D}, \Delta \mathbf{K}_c, \Delta \mathbf{m}, \Delta \alpha]$$

- 1- Lecture des paramètres du problème.
- 2- Initialisation de j et de e (erreur) : $j = 1$, $e = 0$.
- 3- Initialisation des concentrations $Cf^{(i)}$ et $Cl^{(i)}$, $i = 1, \dots, NI$.
- 4- Calcul des coefficients $K1_0^{(i)}$ et $K2_0^{(i)}$, $i = 1, \dots, NI$.
- 5- Calcul du paramètre $X(t)$.
- 6- Calcul du nouveau coefficient de diffusion D à l'instant $(j + 1)$.
- 7- Calcul des nouvelles concentrations dans le solide $V^{(i)}$ et $W^{(i)}$ et dans le fluide y_{j+1} , à l'instant $(j + 1)$, $i = 1, \dots, NI$.
- 8- Calcul du temps t , $t = \tau.(j-1) / (NJ-1)$.
- 9- Initialisation de i : $i = 1$.
- 10- Si $t = t_{exp}$ mettre $y_{mod\ i} = y_j$ ($y_{mod\ i}$ représente la concentration obtenue par calcul)
- 11- Mettre : $i = i + 1$.
- 12- Si $i < np$ alors aller à l'étape 10.
- 13- Mettre : $j = j + 1$.
- 14- Si $j \leq NJ$ alors :
 - mettre $Cl^{(i)} = V^{(i)}$ $Cf^{(i)} = W^{(i)}$, $i = 1, \dots, NI$.
 - aller à l'étape 4.
- 15- Calcul de l'erreur $e1$ et $e2$.
- 16- Si $e1 > \epsilon$ ou $e2 > \epsilon$ alors :
 - mettre $ht = ht/2$
 - $NJ = 1/ht + 1$
 - aller à l'étape 2.
- 17- Imprimer $y_{mod\ i}$, $i = 1, \dots, np$

VI.3.5 - Réajustement des variables.

Lorsqu'on dispose d'une fonction P , pour laquelle on ne connaît que les données correspondant à des relevés de mesures expérimentales, le problème général de l'approximation consiste à déterminer une fonction F aussi proche que possible de P . Cette fonction F dépend de certaines variables qui doivent être réajustées [96].

VI.3.5.1 - Réajustement au sens des moindres carrés

Dans l'approximation au sens des moindres carrés, la fonction F minimise $\|R\|$, où $\| \cdot \|$ désigne la norme euclidienne sur \mathbf{R}^n et $\mathbf{R} = (\mathbf{r}_i)$ est le vecteur des "résidus". Alors l'on peut écrire

Il existe de nombreuses méthodes d'optimisation pour trouver le minimum d'une fonction $E(h)$, les plus connues sont celles du gradient ou de Gauss Newton. Cependant, la méthode de Levenberg et Marquart présente l'avantage de condenser les deux algorithmes en un seul [97].

VI.3.5.2 - Méthode de Levenberg et Marquart

Le développement du gradient de E en série de Taylor au voisinage d'un vecteur H proche de $H_{optimal}$ et en se limitant au premier ordre s'écrit [97]:

$$\nabla E (H + \Delta H) = \nabla E (H) + \nabla^2 E (H) \cdot \Delta H \tag{VI.27}$$

avec : $H_{opt} = H + \Delta H$ et $\nabla^2 E (H)$ hessien ou matrice des dérivés secondes s'écrivant

$$\nabla^2 E = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} & A_{14} \\ A_{21} & A_{22} & A_{23} & A_{24} \\ A_{31} & A_{32} & A_{33} & A_{34} \\ A_{41} & A_{42} & A_{43} & A_{44} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\partial^2 E}{\partial D^2} & \frac{\partial^2 E}{\partial D \partial K_c} & \frac{\partial^2 E}{\partial D \partial m} & \frac{\partial^2 E}{\partial D \partial \alpha} \\ \frac{\partial^2 E}{\partial K_c \partial D} & \frac{\partial^2 E}{\partial K_c^2} & \frac{\partial^2 E}{\partial K_c \partial m} & \frac{\partial^2 E}{\partial K_c \partial \alpha} \\ \frac{\partial^2 E}{\partial m \partial D} & \frac{\partial^2 E}{\partial m \partial K_c} & \frac{\partial^2 E}{\partial m^2} & \frac{\partial^2 E}{\partial m \partial \alpha} \\ \frac{\partial^2 E}{\partial \alpha \partial D} & \frac{\partial^2 E}{\partial \alpha \partial K_c} & \frac{\partial^2 E}{\partial \alpha \partial m} & \frac{\partial^2 E}{\partial \alpha^2} \end{bmatrix}$$

Comme par définition l'optimum correspond à $\nabla E(H_{opt}) = 0$, alors nous avons :

$$\nabla E (H + \Delta H) = 0$$

Le système linéaire à résoudre s'écrira:

- pour la méthode de Newton :

$$\nabla^2 E \cdot \Delta H = -\nabla E$$

- pour la méthode de Levenberg-Marquart :

$$[\nabla^2 E + \lambda \cdot I] \cdot \Delta H = -\nabla E \tag{VI.28}$$

L'introduction du terme $(+ \lambda \cdot I)$ revient à forcer la matrice $[\nabla^2 E + \lambda \cdot I]$ à être définie positive.

Le calcul du gradient ∇E se fait à partir de l'expression suivante :

$$\nabla E = -2 \sum_1^{np} G_i \cdot e_i$$

avec :

$$e_i = (y_{exp_j} - y_{mod_i}) \text{ et}$$

$$G_i = \left[\frac{\partial y_{mod_i}}{\partial h_1}, \dots, \frac{\partial y_{mod_i}}{\partial h_j}, \dots, \frac{\partial y_{mod_i}}{\partial h_m} \right]^t \quad i = 1, \dots, np$$

Pour les dérivées secondes ou la matrice hessienne l'on fait appel à l'approximation de Gauss Newton :

$$\begin{aligned}
 A_{11} &= 2 \sum_1^{np} (g_i^{(1)})^2 & A_{12} &= 2 \sum_1^{np} g_i^{(1)} \cdot g_i^{(2)} & A_{13} &= 2 \sum_1^{np} g_i^{(1)} \cdot g_i^{(3)} \\
 A_{14} &= 2 \sum_1^{np} g_i^{(1)} \cdot g_i^{(4)} & A_{22} &= 2 \sum_1^{np} (g_i^{(2)})^2 & A_{23} &= 2 \sum_1^{np} g_i^{(2)} \cdot g_i^{(3)} \\
 A_{24} &= 2 \sum_1^{np} g_i^{(2)} \cdot g_i^{(4)} & A_{33} &= 2 \sum_1^{np} (g_i^{(3)})^2 & A_{34} &= 2 \sum_1^{np} g_i^{(3)} \cdot g_i^{(4)} \\
 A_{44} &= 2 \sum_1^{np} (g_i^{(4)})^2
 \end{aligned}$$

La détermination de la matrice hessienne et du vecteur gradient nécessite le calcul de la dérivée partielle d'ordre 1 de la fonction $y \text{ mod } i$, ($i=1, \dots, np$) par rapport à h_j au point H . Pour cela, nous avons utilisé une formule de différence à pas variable et un procédé d'extrapolation [96].

Cette méthode se présente comme suit :

On choisit un pas initial $P=(p_j)$ avec $p_j > 0, j=1, \dots, m$. On pose :

$$\left. \begin{aligned}
 p_k^{(0)} &= 2p_j \\
 p_{k+1}^{(0)} &= p_k^{(0)} / 2 \\
 y \text{ mod } i^{(1)} &= f(h_1^{(0)}, \dots, h_j^{(0)} - p_{k+1}^{(0)}, \dots, h_m^{(0)}) \\
 y \text{ mod } i^{(2)} &= f(h_1^{(0)}, \dots, h_j^{(0)} + p_{k+1}^{(0)}, \dots, h_m^{(0)}) \\
 d_{k+1}^{(0)} &= \frac{y \text{ mod } i^{(2)} - y \text{ mod } i^{(1)}}{2p_{k+1}^{(0)}} \\
 \text{si } k > 0, d_k^{(1)} &= \frac{4d_{k-1}^{(0)} - d_k^{(0)}}{3}
 \end{aligned} \right\} \begin{array}{l} k=0, 1, \dots \\ j=1, \dots, m \\ i=1, \dots, np \end{array}$$

On fixe un nombre maximal \max d'itérations et on arrête le processus dès que ce nombre est dépassé ou bien dès que $|d_j^{(1)} - d_{j-1}^{(1)}|$ ($2 \leq j \leq \max$) est inférieur à la précision ε : dans ce dernier cas, $d_k^{(1)}$ est une approximation de la dérivée partielle au point h_j .

La matrice $\nabla^2 E$ du système linéaire (VI.28) est symétrique définie positive. Ce système peut être résolu par la méthode de **Gauss** avec pivot total, dans le cas du modèle cinétique et par la méthode de **Cramer**, dans le cas du modèle diffusionnel [97].

La méthode de **Levenberg-Marquart** [98] consiste à former une suite en posant:

$$\mathbf{H}^{(s+1)} = \mathbf{H}^{(s)} + \Delta \mathbf{H}, \quad s = 0, 1, \dots$$

Après initialisation des paramètres \mathbf{h}_j et de λ (ce dernier étant choisi le plus petit possible pour se rapprocher de la convergence de Newton), la valeur de la fonction $\mathbf{E}(\mathbf{H})$ est déterminée au point $\mathbf{H}^{(s)}$.

- Si $\mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s+1)}) \geq \mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s)})$, la valeur de λ est augmentée et le système linéaire (VI.28) est résolu à l'aide de la nouvelle valeur de λ .

- Si $\mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s+1)}) < \mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s)})$, la valeur de λ est réduite et le système est réinitialisé, en prenant les nouvelles valeurs de λ et de $\mathbf{H}^{(s)}$.

L'algorithme de **Levenberg-Marquart** présente l'avantage de converger très vite dès qu'on est proche de la solution. En résumé, cette méthode est une combinaison astucieuse entre la méthode du gradient et celle de Newton évitant par la même leurs propres limitations [97].

VI.3.5.3 - Algorithme de réajustement

L'algorithme de réajustement suit les étapes si-dessous

- 1- Initialisation de s ($s = 0$) et de h_j , $j = 1, \dots, m$.
- 2- Calcul de $\mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s)})$ pour une estimation initiale des paramètres h_j .
- 3- Initialisation de λ , mettre $\lambda = 0.001$.
- 4- Calcul du gradient et du hessien au point $\mathbf{H}^{(s)}$.
- 5- Résoudre le système linéaire (VI.28) et calculer $\mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s+1)})$.
- 6- Si $\mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s+1)}) \geq \mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s)})$, • mettre : $Z = Z + 1$ et
 $\lambda = \lambda / r$ (où r est un nombre entier supérieur à 1)
 • aller à l'étape 5.
- 7- SI $\mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s+1)}) < \mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s)})$: • calculer la précision pr , $pr = (\mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s+1)}) - \mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s)})) / \mathbf{E}(\mathbf{H}^{(s+1)})$.
 • Si $pr < \text{eps}$ et ($Z \neq 0$) alors :
 imprimer les paramètres h_j . imprimer les concentrations y_{mod_i} ($i = 1, \dots, np$) correspondant aux paramètres h_j .
 • Si $pr > \text{eps}$ mettre :
 $Z = Z + 1$,
 $\lambda = \lambda \cdot r^{-Z}$,
 $\mathbf{H}^{(s)} = \mathbf{H}^{(s+1)}$ et
 aller à l'étape 4.

Remarque :

La procédure de calcul d'une intégrale σ par la formule composite des trapèzes est la suivante :

Pour un pas h fixe, on a $h = 1 / (N-1)$

$$T_1 = h/2 \cdot (f(1) + f(N))$$

$$r = h \cdot \sum_{i=1}^N f(i)$$

$$t_k = t_{k-1} / 2 + r$$

Si $|t_k - t_{k-1}|$ est nul à une précision donnée ε , t_k est l'approximation recherchée de σ .

Si cela n'est pas le cas, les termes $t_i^{(k-i+1)}$ ($i = k, \dots, 1$) sont évalués à l'aide de la formule de

Romberg :

$$t_i^{(k-i+1)} = (2^{(k-i+1)} t_{i+1}^{(k-i+1)} - t_i^{(k-i+1)}) / (2^{(k-i+1)} - 1)$$

On arrête les calculs dès qu'un nombre **max** est dépassé (non convergence) ou bien dès que

$|t_i^{(k-i+1)} - t_{i-1}^{(k-i+1)}|$ ($2 \leq i \leq k+1$, $1 \leq k \leq m$) est nul à une précision ε fixe.

VI-4 - APPLICATION DU PROGRAMME DE CALCUL

VI.4.1 - Application des modèles proposés aux graines de coriandre.

VI.4.1.1 - Détermination des densité apparentes des graines et du lit de matière végétale.

La spécificité de ces particules réside dans leur forme sphérique et leur structure interne poreuse.

L'application des modèles développés nécessite la connaissance de certains paramètres liés au solide à savoir le diamètre moyen des graines et leur porosité.

Concernant ce diamètre moyen, nous l'avons mesuré à partir d'une population d'une centaine de particules issues d'un échantillonnage. La valeur moyenne trouvée est de 3.8 millimètres. Notons que l'écart par rapport à cette valeur est pratiquement nul.

Quant à la porosité de la graine, celle-ci a été déduite par la mesure de la quantité maximale d'eau qu'elle peut absorber. Nous supposons que l'eau occupe le volume vide dans la graine. Cette façon de procéder nous a permis d'estimer la porosité des graines de coriandre à 0.43. Nous avons également déterminé d'une part, la masse volumique apparente de la particule solide estimée à 367.5 Kg/m^3 et d'autre part, la masse volumique apparente du lit qui est de 256.2 Kg/m^3 . De là nous déduisons la porosité du lit qui est de 0.38.

VI.4.1.2 - Résultats de la modélisation

VI.4.1.2.1 - L'hydrodistillation

Notre objectif majeur est de construire un modèle qui permette de décrire les cinétiques d'extraction de l'huile essentielle. Afin d'aboutir à cela, nous nous sommes intéressés, en premier lieu, au constituant majoritaire de huile essentielle de coriandre qui est le linalol, en utilisant les données de l'étude cinétique de son extraction, menée sur 60g de matière végétale avec un débit de distillat de 3.8 ml/mn et déjà développée dans le chapitre II.

Les simulations effectuées sur la courbe cinétique de ce constituant, à l'aide des deux modèles, sont représentées sur les figures 40.a et 40.b.

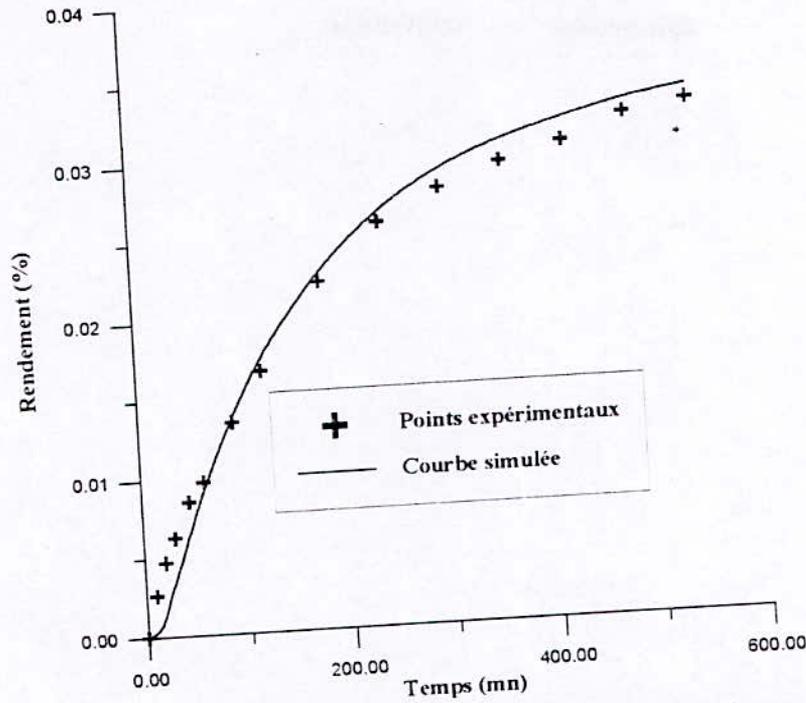


FIGURE 40.a: Simulation à l'aide du modèle cinétique, de l'entraînement du linalol, lors de l'hydrodistillation des graines de coriandre.

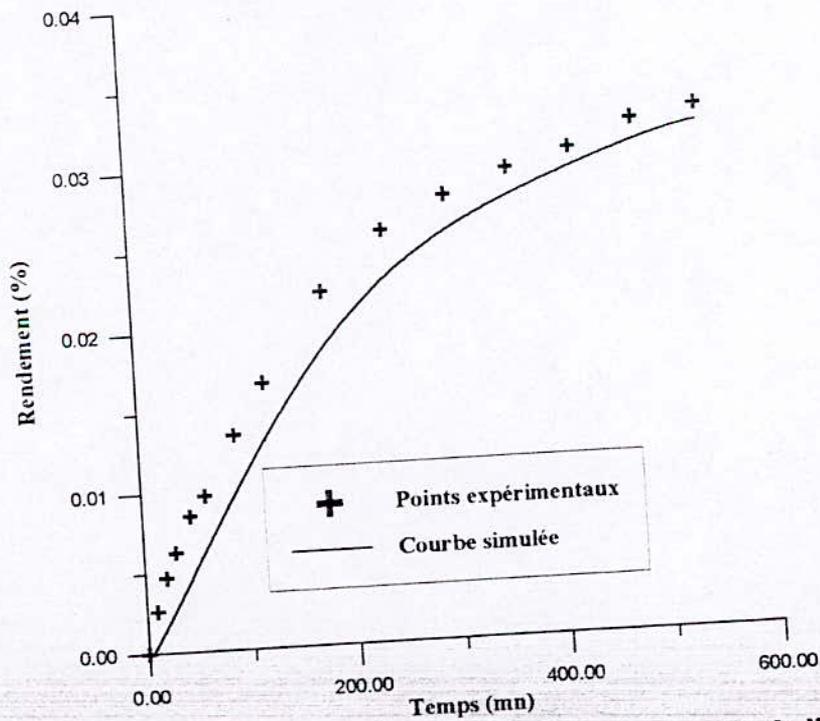


FIGURE 40.b: Simulation à l'aide du modèle diffusionnel, de l'entraînement du linalol, lors de l'hydrodistillation des graines de coriandre.

L'application de ces deux modèles à l'huile essentielle globale a donné les courbes cinétiques représentées sur les figures 41.a et 41.b.

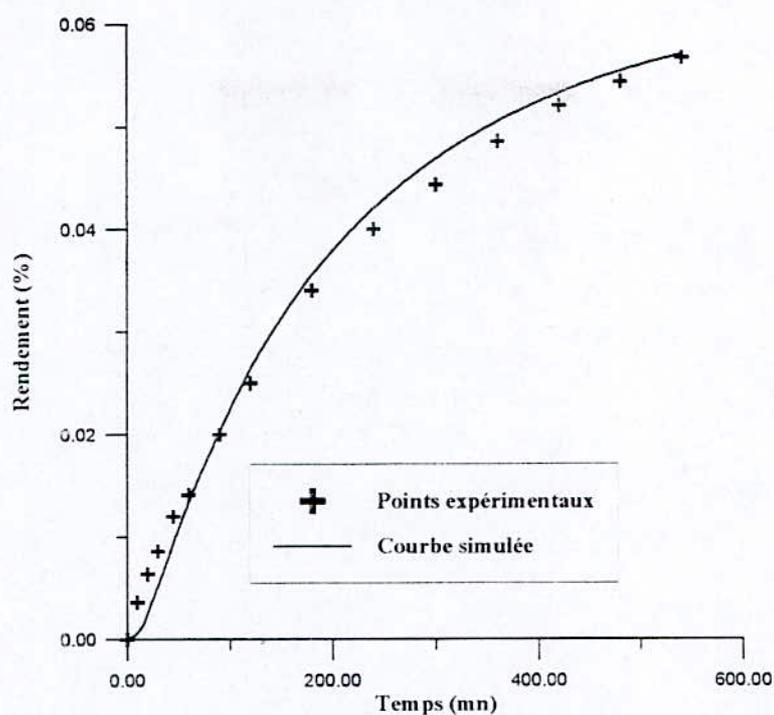


FIGURE 41.a: Simulation à l'aide du modèle cinétique, de l'entraînement de l'huile essentielle extraite des graines de coriandre par hydrodistillation.

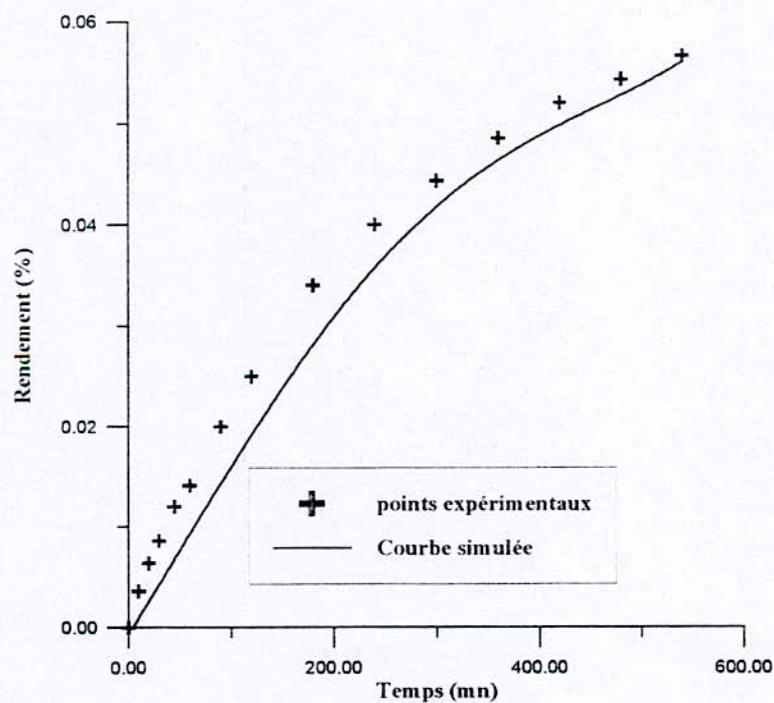


FIGURE 41.b: Simulation à l'aide du modèle diffusionnel, de l'entraînement de l'huile essentielle extraite des graines de coriandre par hydrodistillation.

Dans les tableaux VI.1 et VI.2 sont reportées les valeurs des paramètres évalués respectivement à l'aide du modèle cinétique et du modèle diffusionnel.

TABLEAU.VI.1 : Paramètres déterminés à l'aide du modèle cinétique

Paramètres	$D_0(10^{-9} \text{cm}^2/\text{S})$	$K_C(10^{-3} \text{S}^{-1})$	$\alpha(10^{-2})$	m
Linalol	9.87	5.26	6.43	0.26
Huile essentielle	9.86	5.02	5.01	0.29

TABLEAU.VI.2 : Paramètres déterminés à l'aide du modèle diffusionnel.

Paramètres	$D_0(10^{-9} \text{cm}^2/\text{s})$	$\alpha(10^{-1})$	m
Linalol	4.03	3.88	0.26
Huile essentielle	4.67	2.95	0.29

L'examen des courbes des figures 40 et 41 montre que le modèle cinétique permet une meilleure description du comportement du système, que ce soit pour le linalol ou l'ensemble de l'huile essentielle. Par contre, les courbes relatives au modèle diffusionnel, ne tenant pas compte de la vitesse de libération du soluté, présentent un écart par rapport aux courbes expérimentales, durant les premières heures d'extraction. Cet écart tend à s'atténuer au fur et à mesure de l'évolution de l'opération, pour devenir relativement faible au-delà de la cinquième heure de traitement de la matière végétale. Ceci montre que la libération du soluté a une influence plus importante sur la vitesse globale de transfert de matière, en début d'extraction. En conclusion, nous pouvons dire que le processus de transfert de matière est régi, durant les premières heures d'extraction, simultanément par les deux phénomènes de diffusion et de libération du soluté. Par contre en fin d'extraction, c'est le phénomène de diffusion qui prédomine.

Par ailleurs, les tableaux VI.1 et VI.2 montrent que les coefficients de diffusion évalués par le modèle diffusionnel présentent des valeurs relativement plus faibles que celles du modèle cinétique. Cette différence peut s'expliquer par le fait que l'étape de libération du soluté présentant une vitesse supplémentaire n'a pas été prise en considération dans le modèle diffusionnel; ceci se traduit donc par une diminution du coefficient de diffusion apparent.

Cependant, du fait que le modèle cinétique traduise bien la cinétique d'extraction de l'ensemble de l'huile essentielle, nous avons pensé à appliquer nos deux modèles aux autres constituants majoritaires de cette huile, à savoir l'acide myristique et l'octanal. Les résultats des simulations sont représentés sur les figures 42 et 43.

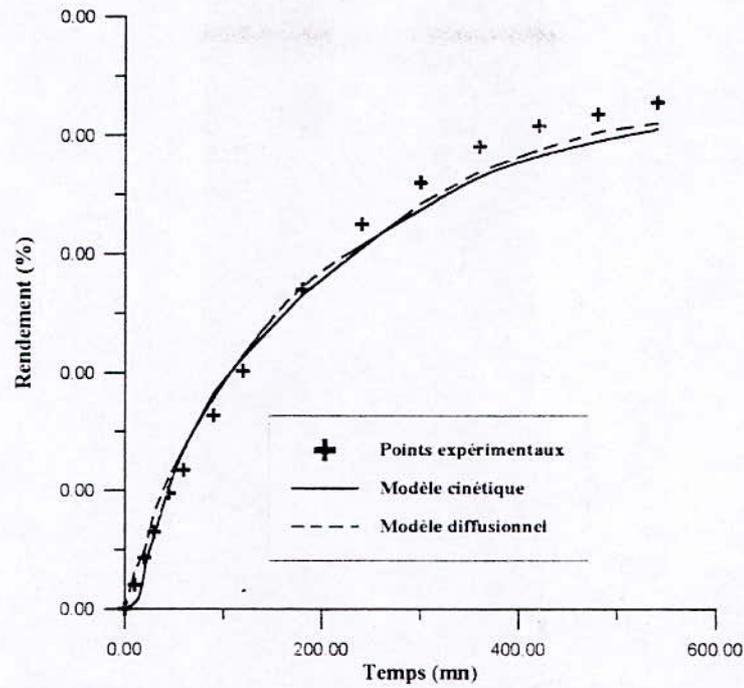


FIGURE 42: Simulation de l'hydrodistillation de l'octanal des graines de coriandre.

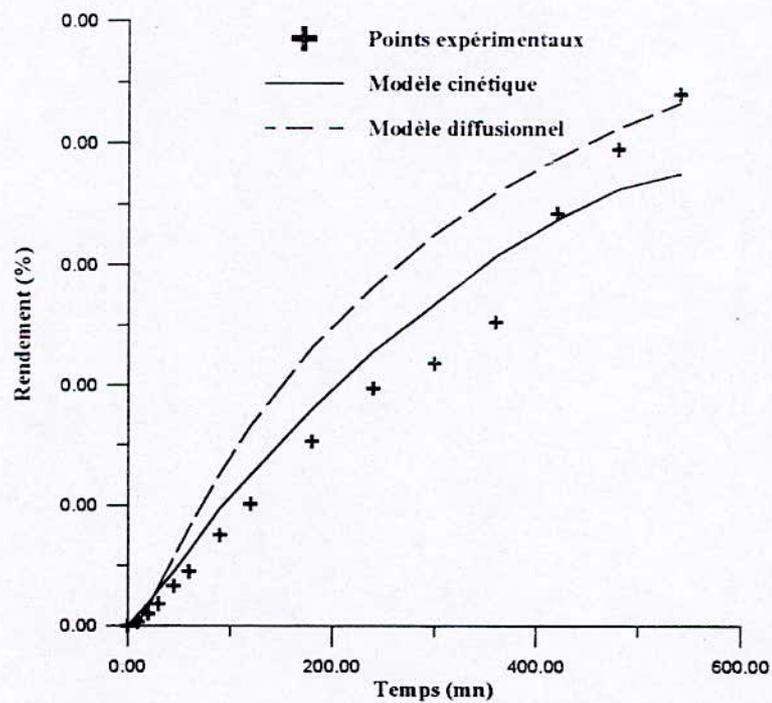


FIGURE 43: Simulation de l'hydrodistillation de l'acide myristique des graines de coriandre.

Les valeurs des paramètres sont reportées dans les tableaux VI.3 et VI.4 suivants:

TABLEAU.VI.3 : Paramètres évalués à l'aide du modèle cinétique.

Paramètres	D_0 ($10^{-9} \text{cm}^2/\text{s}$)	K_c (10^{-3}s^{-1})	α (10^{-2})	m
Octanal	10.2	10.26	3.83	0.3
Acide myristique	6.81	9.36	6.85	0.27

TABLEAU.VI.4 : Paramètres évalués à l'aide du modèle diffusionnel.

Paramètres	D_0 ($10^{-9} \text{cm}^2/\text{s}$)	α (10^{-1})	m
Octanal	11.21	2.59	0.29
Acide myristique	5.87	4.06	0.28

Dans le cas de l'octanal, la figure 42 montre que les deux courbes sont presque confondues, ce qui nous permet de dire que les deux modèles cinétique et diffusionnel décrivent avec une bonne précision le processus d'extraction. Par ailleurs, nous remarquons que le coefficient de diffusion D_0 et la constante d'équilibre m ont sensiblement la même valeur dans les deux cas. La valeur de la pseudo-constante de vitesse K_c relativement élevée dans ce cas (représentant une constante fictive), laisse supposer que c'est la diffusion qui régit le phénomène.

Quant aux simulations effectuées sur la courbe cinétique de l'acide myristique (figure 43), celles-ci révèlent des écarts importants entre la courbe expérimentale et celles obtenues à l'aide des deux modèles. La complexité du phénomène d'extraction de ce constituant fait que la cinétique de ce dernier ne peut être décrite par l'un ou l'autre des deux modèles; même si le modèle diffusionnel en permet une meilleure description. En effet, l'examen de la courbe expérimentale révèle une augmentation de la vitesse d'extraction au-delà de cinq heures, ce qui pourrait s'expliquer par le fait que ce constituant se trouve localisé dans des sites difficilement accessibles à la vapeur.

En conclusion, ces résultats montrent que le modèle cinétique que nous proposons simule bien l'extraction, par hydrodistillation, de l'huile essentielle de coriandre et du linalol, son constituant principal (plus de 70%); ce qui à notre avis vient conforter l'hypothèse faisant état d'une libération du soluté lié accompagnant l'hydrodistillation des graines de coriandre.

VI.4.1.2.2-L'entraînement à la vapeur d'eau

Partant du fait que l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur sont basés sur le même processus de transfert de matière et que les huiles essentielles, obtenues par les deux procédés, présentent des compositions similaires, nous avons appliqué les mêmes modèles pour simuler la cinétique d'extraction de l'huile essentielle des graines de coriandre par entraînement à la vapeur d'eau, aux échelles laboratoire et semi-pilote.

Dans le tableau VI.5 ci-dessous, nous rappelons les conditions opératoires dans lesquelles les expériences ont été réalisées.

TABLEAU.VI.5 : Conditions opératoires

Echelle	Masse (grammes)	Débit (millilitres/minute)
Laboratoire	80	13.5
Semi-pilote	200	15

La figure 44 illustre les résultats de la simulation de l'entraînement à la vapeur d'eau, à l'échelle laboratoire, des graines de coriandre.

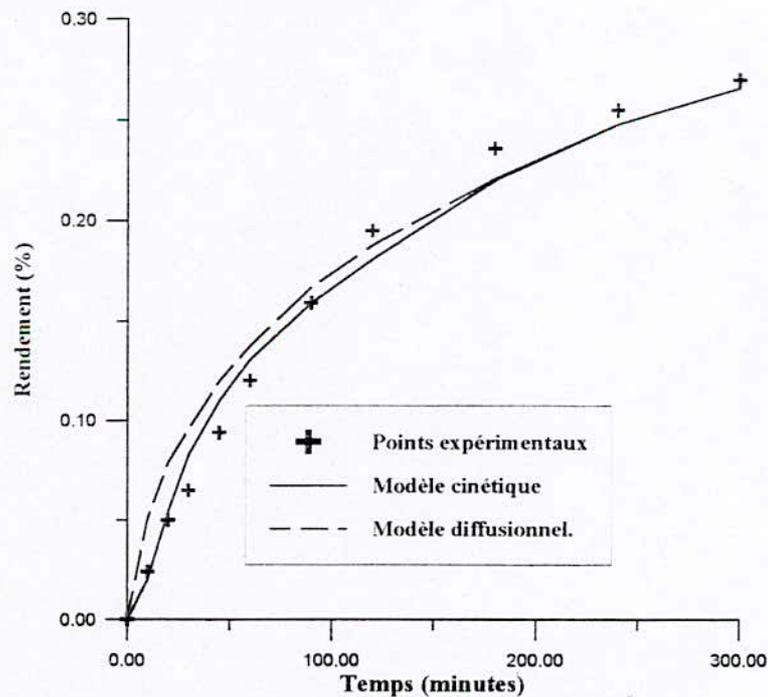


FIGURE 44: Simulation de l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle du laboratoire, des graines de coriandre.

Les paramètres, obtenus par le biais des deux modèles, pour la simulation de l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre, à l'échelle laboratoire, sont présentés dans le tableau.VI.6.

TABLEAU.VI.6: Paramètres de simulation de l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre, à l'échelle laboratoire.

MODELE	D_0 ($10^{-8} \text{cm}^2/\text{s}$)	K_c (10^{-2}s^{-1})	α (10^{-1})	m
Cinétique	13.81	2.78	1.25	0.31
Diffusionnel	10.72	---	1.98	0.3

Les valeurs des paramètres D_0 et K_c obtenues dans le cas de l'entraînement à la vapeur, diffèrent considérablement de celles observées lors de l'hydrodistillation. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les rendements obtenus par entraînement à la vapeur sont particulièrement élevés. En effet, l'extraction à la vapeur offre de meilleures conditions au phénomène d'osmose, de même que le mouvement de la vapeur accélère la force de diffusion à tel point que toute l'huile essentielle contenue dans les graines peut être collectée. En revanche, dans le cas de l'hydrodistillation, l'eau à l'état liquide, présente en quantité plus importante, exerce une résistance supplémentaire qui s'oppose à la diffusion du soluté à travers les pores des fruits de coriandre.

Les courbes de la figure 44 sont tout à fait similaires à celles obtenues dans le cas de l'hydrodistillation. Toutefois, l'écart entre la courbe expérimentale et celle représentative du modèle diffusionnel s'étale sur une période de temps moins importante que celui observé dans le cas de l'hydrodistillation ; ceci pouvant s'expliquer par la valeur plus élevée de la pseudo-constante de vitesse K_c . En effet, le terme cinétique n'a un impact significatif que pour la période de temps allant jusqu'à 2,5 heures contre 5 heures, dans le cas de l'hydrodistillation. Au-delà de ce temps, le processus est essentiellement régi par le phénomène de diffusion.

Par ailleurs, les coefficients de diffusion dans les deux cas présentent des valeurs comparables, ceci traduit le fait que le terme cinétique n'a pas une influence aussi significative que dans le cas de l'hydrodistillation.

Le modèle cinétique développé permet donc de décrire avec une précision convenable la cinétique d'extraction de l'huile essentielle, par entraînement à la vapeur à l'échelle laboratoire. Cependant, le passage à une échelle supérieure est nécessaire, si l'on veut tester la validité de

notre modèle. Aussi, nous avons simulé l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre à l'échelle semi-pilote. Les résultats de cette simulation sont illustrés par la figure 45 et les paramètres caractérisant la courbe cinétique sont reportés dans le tableau VI.7.

TABLEAU VI.7 : Paramètres évalués à l'aide du modèle cinétique

Paramètres	$D_0(10^{-8}\text{cm}^2/\text{s})$	$K_c (10^{-2} \text{ s}^{-1})$	$\alpha (10^{-1})$	m
Modèle cinétique	9.97	2.51	1.35	0.31

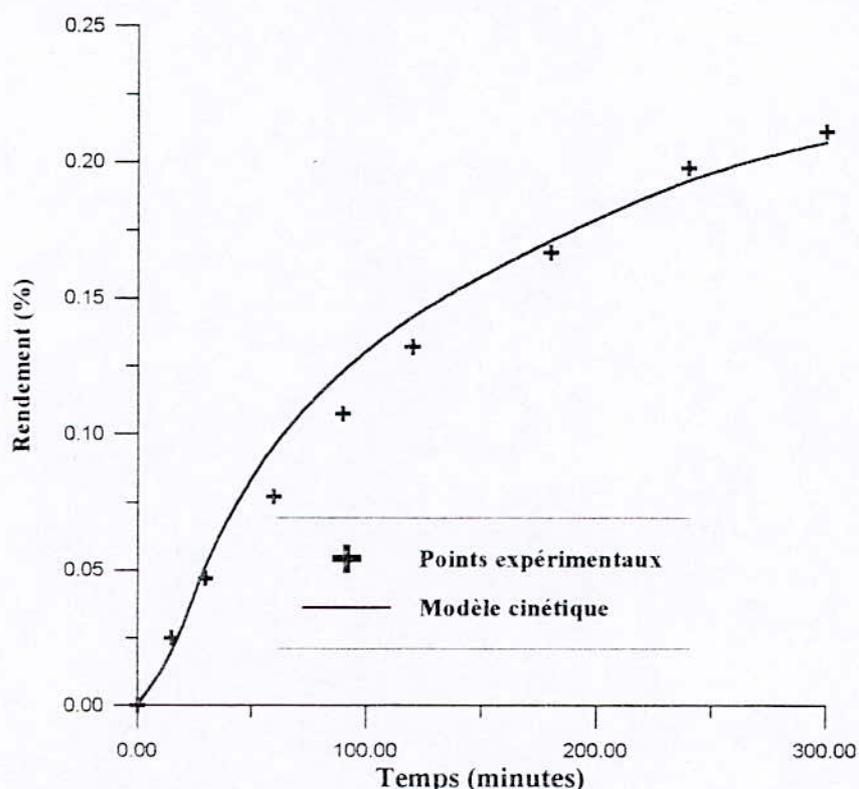


FIGURE 45: Simulation de l'entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote, des graines de coriandre.

Nous remarquons que les résultats obtenus à l'échelle semi-pilote sont comparables à ceux observés à l'échelle laboratoire.

Notons que le modèle cinétique que nous proposons traduit fidèlement le comportement du processus d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre, tant à l'échelle semi-pilote qu'à l'échelle laboratoire.

Ce modèle peut être aussi utilisé pour étudier l'influence de certains paramètres tels que la température ou le facteur de forme pour des particules solides autres que des sphères.

VI.4.2 - Application du modèle cinétique aux graines de nigelle.

Dans le but d'étendre le domaine d'application de notre modèle cinétique, nous avons pensé à son utilisation pour simuler les résultats de l'étude cinétique relative à l'extraction de l'huile essentielle des graines de *Nigella sativa L.*, par entraînement à la vapeur d'eau.

Les graines de *Nigella sativa L.* peuvent être considérées comme des cylindres de diamètre équivalent moyen de 2 millimètres ayant une porosité de 0.34.

Nous tenterons de simuler, à l'aide du modèle cinétique, l'extraction de l'huile essentielle de nigelle obtenue par entraînement à la vapeur d'eau, à l'échelle semi-pilote, dans les conditions opératoires optimales (masse de matière végétale : 200g, débit de distillat : 15ml / mn).

Les résultats de la simulation sont illustrés par la figure 46.

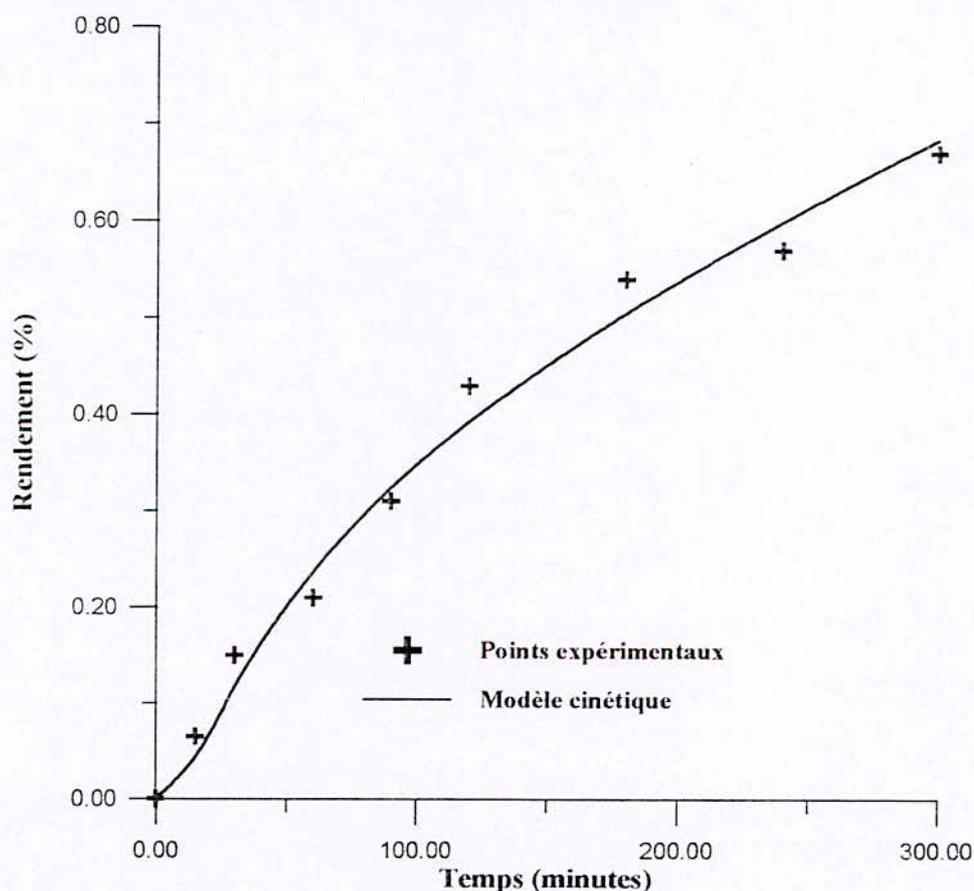


FIGURE 46: Simulation, par le modèle cinétique, de l'extraction de l'huile essentielle des graines de nigelle par entraînement à la vapeur d'eau à l'échelle semi-pilote.

Les paramètres caractérisant le modèle cinétique sont présentés dans le tableau.VI.8 suivant:

TABLEAU.VI.8 : Paramètres du modèle cinétique appliqué à l'extraction des graines de nigelle.

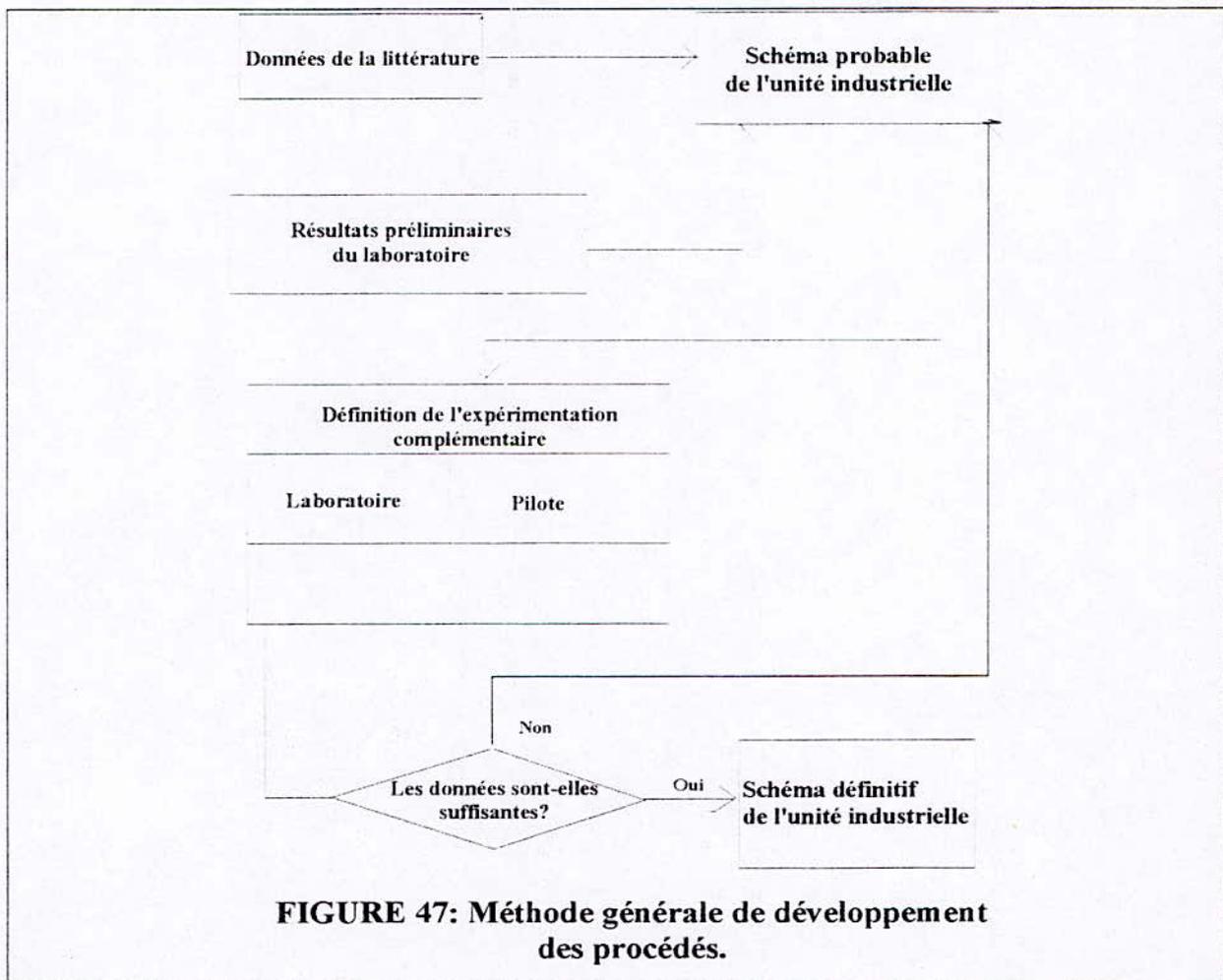
Paramètres	$D_0(10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s})$	$K_c (10^{-3} \text{ s}^{-1})$	$\alpha (10^{-2})$	m
Modèle cinétique	91.79	1.44	6.63	0.22

Le modèle cinétique permet de représenter avec une certaine précision le processus d'extraction de huile essentielle de nigelle. Nous remarquons une bonne concordance entre les valeurs expérimentales et les valeurs simulées au début du processus, tandis qu'à la fin de l'extraction l'écart entre les courbes est sensiblement plus important; ce résultat était prévisible du fait que nos travaux ont montré que l'huile essentielle de cette graine était récupérée principalement durant la première heure de traitement du substrat végétal.

CHAPITRE VII: ***SIMULATION***

<i>VII.1 - DESCRIPTION DE L'UNITE D'EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE</i>	129
<i>VII.1.1 - Section de récupération de l'huile essentielle</i>	129
<i>VII.1.2 - Section de récupération de l'eau parfumée</i>	129
<i>VII.1.3 - Section de récupération de la tisane</i>	130
<i>VII.1.4 - Réseaux d'acheminement</i>	130
<i>VII.1.5 - Bacs de stockage</i>	131
<i>VII.2 - SIMULATION DE L'UNITE D'EXTRACTION</i>	131
<i>VII.2.1 - Données de base.</i>	131
<i>VII.2.2 - Logiciel de simulation ASPEN PLUS</i>	132
<i>VII.2.2.1 - Modèles utilisés</i>	133
<i>VII.4.2 - Choix du modèle thermodynamique</i>	134
<i>VII.4.3 - Résultats de la simulation</i>	135

A partir des résultats préliminaires provenant du laboratoire et des renseignements tirés de la littérature, il est possible de sélectionner le type d'extracteur à utiliser à l'échelle industrielle. Ce choix est basé sur plusieurs critères, à savoir : les technologies utilisables à l'échelle industrielle, le caractère continu ou discontinu des opérations envisagées, le critère économique, etc. La figure 47 indique les différentes composantes de la méthodologie de développement des procédés.



Dans cette partie de l'étude, nous allons tenter de simuler une unité industrielle d'extraction d'huile essentielle par entraînement à la vapeur d'eau. Nous mettrons à profit les résultats obtenus précédemment avec les fruits de coriandre.

VII.1 - DESCRIPTION DE L'UNITE D'EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE

Cette unité comprend trois sections distinctes de récupération respectivement de l'huile essentielle, de l'eau parfumée et de la tisane, auxquelles sont associés les réseaux d'acheminement et l'unité de bacs de stockage. La figure 48 présente des différents blocs de cette unité.

VII.1.1 - Section de récupération de l'huile essentielle

La section de récupération de l'huile essentielle comporte les équipements suivants :

- une chaudière précédée d'un préchauffeur notés chaud.1,
- un extracteur solide-fluide,
- un condenseur des vapeurs de tête de l'extracteur,
- un dispositif de décantation du mélange condensât, solvant d'extraction et enfin,
- une colonne de distillation en continu pour la récupération du solvant et l'obtention de l'huile essentielle.

A partir de silos de stockage, les graines de coriandre sont convoyées vers un compartiment où elles subissent un lavage avant d'être acheminées vers l'extracteur. Les graines en sortiront épuisées de leurs constituants volatils et odorants.

La vapeur légèrement surchauffée, provenant de la chaudière, pénètre dans l'extracteur à une température de 122°C et à une pression de 2 bars. Toutefois, une partie de celle-ci, jouant le rôle de fluide caloporteur, servira à calorifuger l'extracteur, pour éviter toute condensation à l'intérieur. A la sortie, la vapeur chargée d'huile essentielle arrive au condenseur. Le mélange eau – essence, ainsi obtenu, auquel est additionné le solvant d'extraction, afin de récupérer les constituants hydrosolubles éventuels, subit une décantation. La phase organique recueillie est alors envoyée vers une colonne de distillation qui permettra la récupération du solvant et l'obtention de l'huile essentielle.

VII.1.2 - Section de récupération de l'eau parfumée

La section « eau parfumée » comprend

- un préchauffeur des eaux de décantation,
- un évaporateur et
- un condenseur des vapeurs de tête.

Afin de valoriser tous les produits d'extraction, les eaux de décantation, préchauffées au préalable, passent un évaporateur. Ceci permettra, après condensation des vapeurs de tête, de récupérer une eau parfumée. Quant au résidu, il est acheminé vers le circuit d'eau de la chaudière.

REPRESENTATION DU PFD EN BLOCS D'OPERATIONS UNITAIRES

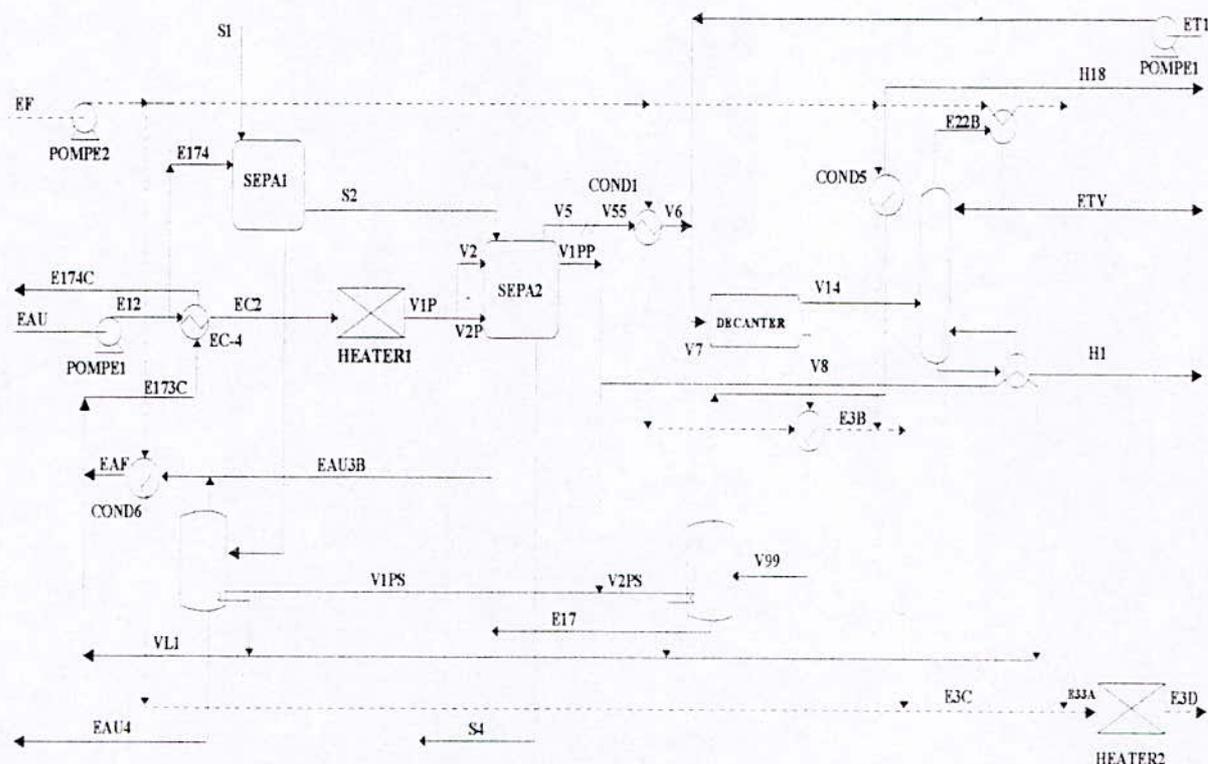


FIGURE 48: Schéma des différents blocs de l'unité

VII.1.3 - Section de récupération de la tisane

Cette section de récupération de la tisane est constituée

- d'un évaporateur des eaux de lavage et
- d'un condenseur des vapeurs de tête.

Les eaux provenant du compartiment de lavage sont acheminées vers un évaporateur permettant de récupérer un résidu représentant la tisane, La vapeur récupérée est par contre réinjectée dans le circuit d'eau de la chaudière.

VII.1.4 - Réseaux d'acheminement

L'unité globale nécessite pour son fonctionnement trois réseaux d'acheminement distincts qui sont:

- 1- le réseau du solide,
- 2- le réseau d'eau de chaudière,
- 3- le réseau d'eau de refroidissement.

VII.1.5 - Bacs de stockage

L'unité enfin pour être complète dispose des bacs de stockage suivants :

- 1- Bac de stockage du solvant d'extraction,
- 2- Bac de stockage de l'huile essentielle,
- 3- Bac de stockage de l'eau parfumée,
- 4- Bac de stockage de la tisane,
- 5- Bac de stockage de l'eau de refroidissement et
- 6- Bac de stockage de l'eau de chaudière.

VII.2 - SIMULATION DE L'UNITE D'EXTRACTION

La modélisation des procédés permet de traiter de façon rigoureuse le fonctionnement des projets pilotes. Ceci permettra une optimisation des procédés par une meilleure utilisation de l'énergie, un accroissement de la productivité, ainsi qu'une réduction des coûts de fonctionnement.

Après avoir introduit les informations relatives au schéma de fabrication, nous obtiendrons une représentation complète du fonctionnement de l'installation, comprenant les compositions, les débits et les propriétés des produits ainsi que les performances des divers blocs unitaires [99].

VII.2.1 - Données de base.

L'unité d'extraction est conçue pour traiter une tonne par heure de solide; le pourcentage massique d'huile essentielle présente dans le substrat végétal est estimée à 0.35%, le reste étant considéré comme inerte vis-à-vis de l'entraînement à la vapeur d'eau. La composition de l'huile essentielle est rappelée dans le tableau VII.1 ci-dessous

TABLEAU VII.1 : Principaux composants de l'huile essentielle

Composés	Teneur massique(%)
linalol	89.0
dodecane	0.6
α -humulene	0.9
octanal	3.4
acide-myristique	2.7
acétate de Geranyl	3.5

Le procédé permettra d'obtenir :

- de l'huile essentielle,
- de l'eau parfumée par évaporation des eaux de décantation à raison de 5 %
massique
- de la tisane par évaporation de 80 % des eaux de lavage.

VII.2.2 - Logiciel de simulation ASPEN PLUS

ASPEN PLUS (Advanced System for Process Engineering) est un outil de modélisation des procédés. Pour son exécution l'utilisateur devra :

1- Définir la configuration du schéma de fabrication en suivant les étapes suivantes :

- définir les opérations unitaires du procédé.
- définir les flux qui s'écoulent entre ces opérations unitaires.
- sélectionner les modèles correspondant aux opérations unitaires.

2- Spécifier les composants chimiques utilisés dans le procédé, dans la mesure où ces derniers existent dans les banques de données du simulateur. Dans le cas contraire, ils doivent être définis et introduits dans la base de données.

3- Choisir les modèles thermodynamiques les plus appropriés, à partir de ceux existant dans les banques du simulateur, pour représenter les propriétés physiques des composés et de leurs mélanges.

4- Spécifier les conditions opératoires et les flux des diverses alimentations.

5- Spécifier les conditions opératoires pour les différents blocs unitaires du procédé.

Le langage d'entrée est composé de paragraphes, de phrases et de données d'entrée individuelles; trois mots clés correspondent à cette hiérarchie : primaire, secondaire et tertiaire.

Le paragraphe est un groupe logique de données, telles que les données décrivant un flux ou un bloc unitaire. Tous les paragraphes commencent avec un mot clé primaire.

La phrase ayant un format d'entrée libre commence par un mot clé secondaire. Enfi, le mot clé tertiaire sert à introduire les données [99].

Exemple

FLOWSHEET

BLOCK B IN = L OUT = V

BLOCK B HEATER

PARAM TEMP = 122 [°C] PRES = 2 [BAR]

VII.2.2.1 - Modèles utilisés

Le tableau VII.2 présente les divers modèles correspondant aux différents équipements de l'unité d'extraction.

TABLEAU VII.2 : Modèles utilisés

EQUIPEMENT	MODELE DANS ASPEN PLUS
POMPE	PUMP
ECHANGEUR DE CHALEUR	HEATX ou HEATER
SEPARATEUR DE FLUX	SEP
MELANGEUR	MIXER
COLONNE DE FRACTIONNEMENT	RADFRAC
DIVISEUR DE FLUX	FSPLIT
PRECHAUFFEUR, REFROIDISSEUR	HEATER
EVAPORATEUR	FLASH2
DECANTEUR	DECANTER

Le modèle **PUMP** permet de calculer la puissance requise à la pression de sortie de la pompe et vice versa.

Le modèle **HEATER** est utilisé pour représenter toute opération faisant intervenir une variation de température.

Le modèle **FLASH2** est utilisé pour représenter les évaporateurs, les séparateurs flash et ceux par gravité, ainsi que tout séparateur à un seul étage.

Le modèle **DECANTER**, utilisé pour modéliser les séparateurs liquide-liquide, permet de calculer la distribution liquide-liquide à partir de l'équation d'état utilisée.

Les modèles **HEATER**, **FLASH2** et **DECANTER** permettent de déterminer les conditions thermiques et de phase du mélange lorsque les conditions de sortie sont spécifiées.

Le modèle **HEATX** est utilisé pour représenter le transfert de chaleur entre deux flux, dans un échangeur de chaleur.

Le modèle **SEP** est utilisé lorsque les détails de la séparation sont inconnus ou ne sont pas importants, mais la répartition des composants dans les flux de sortie est quant à elle connue.

Le modèle **RADFRAC**, utilisé pour tout type de fractionnement, tel que l'absorption, l'extraction liquide-liquide, la distillation, permet, à l'aide d'une méthode plateau par plateau d'effectuer le calcul d'équilibre pour chaque étage.

VII.4.2 - Choix du modèle thermodynamique

Toutes les opérations unitaires nécessitent le calcul de propriétés physiques et thermodynamiques, de ce fait, il est impératif de choisir l'option thermodynamique la plus appropriée.

Pour le calcul des équilibres entre phases, nous avons choisi l'option thermodynamique **SYSOP3**, option basée sur l'équation d'état **REDLICH-KWONG-SOAVE** [100]. En effet, celle-ci permet d'obtenir des résultats convenables pour les mélanges non polaires ou moyennement polaires.

L'équation de **REDLICH-KWONG-SOAVE** s'écrit

$$P = \frac{RT}{V - b_m} - \frac{a_m}{V(V + b_m)} \quad (\text{VII.1})$$

où

$$b_m = \sum_i n_i b_i$$

$$b_i = 0.08664035 \cdot R \cdot \frac{T_{ci}}{P_{ci}}$$

$$a_m = \sum_j \sum_i X_i \cdot X_j (a_i \cdot a_j)^{0.5} (1 - K_{ij})$$

$$a_i = a_{ci} \alpha(T)$$

$$a_{ci} = 0.42748025 \frac{(R \cdot T_{ci})}{P_{ci}}$$

$$\alpha(T) = [1 + F_w (1 - \sqrt{T_r})]^2$$

F_w est une fonction quadratique du facteur acentrique w :

$$F_w(w) = 0.48508 + 1.55171w - 0.15613w^2$$

La relation élémentaire d'équilibre pour chaque constituant i est la suivante :

$$f_i^1 = f_i^2$$

avec f_i^1 la fugacité du constituant i dans la phase 1 et

f_i^2 celle du constituant i dans la phase 2.

Les propriétés thermodynamiques de la vapeur d'eau et de l'eau pure sont obtenues à partir des tables thermodynamiques **NBS / NRC** [100].

Pour le calcul de la solubilité de l'eau dans la phase organique, nous avons utilisé l'option **SOLU-WATER = 2** qui permet de calculer cette solubilité à partir de corrélations prédéfinies, introduisant une correction pour les systèmes insaturés.

Cette solubilité est calculée comme étant la fraction moyenne pondérée des solubilités de l'eau dans chaque espèce chimique présente dans la phase organique [101] :

$$x_w = a / (1 + a) \quad (\text{VII.2})$$

$$a = \sum x_i \cdot (x_{wi} / 1 - x_{wi}) \quad (\text{VII.3})$$

où x_i est la fraction molaire de l'espèce i chimique dans la phase organique et x_{wi} , la solubilité de l'eau dans l'espèce chimique i .

La valeur de x_{wi} est obtenue à partir du modèle **WATSOL** qui s'écrit :

$$\ln x_{wi} = C_{1i} + C_{2i} / T + C_{3i} T \quad (C_{4i} \leq T \leq C_{5i})$$

avec T , la température opératoire et

C_{1i} , C_{2i} , C_{3i} , C_{4i} , C_{5i} , les constantes contenues dans des banques de données.

Pour le calcul de la viscosité et de la conductivité thermique, il a été fait appel au modèle de **CHUNG-LEE-STARLING** qui est fonction des paramètres critiques et des facteurs acentriques, ainsi que des coefficients d'interactions entre les espèces chimiques considérées[101].

Afin d'estimer la tension superficielle de la phase organique, nous avons utilisé la corrélation de **HAKIM-STEINBERG-STIEL** [101].

VII.4.3 - Résultats de la simulation

Une manière d'exploiter une simulation est de voir l'impact de la variation des différents paramètres sur le résultat de l'opération. Dans ce contexte, nous avons fait varier le débit de solvant, afin de déterminer son influence sur la quantité et la qualité des produits recueillis. Le tableau VII.3 récapitule ces résultats.

TABLEAU VII.3 Résultats de la simulation montrant l'influence du débit de solvant.

Débit de solvant (kg/h)	Débit d'H.E (kg/h)	Température de fond de colonne (°C)	Solvant entraîné avec l'H.E (% Massique)
5	2.84	206	0.91
25	2.95	124	2.27
50	3.07	84	8.10
100	3.27	70	14.10
150	3.57	64	20.96
200	3.82	56	26.10

Ces résultats montrent que l'utilisation d'un faible débit de solvant présente l'avantage d'obtenir une huile essentielle pratiquement pure, toutefois, la température élevée en bas de colonne aurait pour effet de dégrader certains constituants présents dans cette huile, contribuant alors à une perte considérable de la qualité du produit. Aussi, nous avons choisi un débit de 100 kg/h de solvant, pour lequel la quantité de solvant entraînée est inférieure à 15 %. Les détails de cette simulation sont présentés en annexes.

TABLEAU.VII4: Influence de la nature du solvant d'extraction sur les résultats de l'opération de distillation.

ETAGE	PENTANE			HEXANE		
	Température	Enthalpie (cal/mol)		Température	Enthalpie (cal/mol)	
		Liquide	Vapeur		Liquide	Vapeur
1	36.137	41041	34781	69.306	45394	38351
2	36.137	41041	34781	69.306	45395	38351
3	36.279	41158	34777	69.463	45478	38345
4	36.335	41214	34776	69.812	45722	38335
5	71.223	57338	33716	113.44	56220	36724
Température maximale	71.223			113.443		
Fraction massique de solvant dans l'huile	0.155			0.15		
Alimentation	Entre les étages 1et 2			Entre les étages 1et 2		
Taux de reflux molaire	1.5			1.5		
Taux de rebouillage	128.450			127.936		

Par ailleurs nous avons utilisé le même programme pour simuler le fonctionnement d'une unité plus petite traitant 100 kg/heure et nous avons étudié l'influence de la nature du solvant sur les résultats de la séparation solvant/huile essentielle.

Ainsi l'utilisation de l'hexane ou du pentane, comme solvants d'extraction de l'huile essentielle, avec un débit de 10 kg/heure, a donné les résultats reportés dans le tableau VII.4.

Ces résultats montrent que le taux de solvant dans l'huile essentielle reste élevé, aussi bien dans le cas du pentane que celui de l'hexane. Vu, les risques que posent l'utilisation et le stockage du pentane, nous préconisons l'utilisation de l'hexane, tout en prévoyant une petite installation de distillation sous vide réduit traitant le produit de la distillation atmosphérique et qui permet de concentrer la solution afin qu'elle réponde aux normes.

CHAPITRE VIII:

DIMENSIONNEMENT DE L'UNITE D'EXTRACTION

VIII.1 - ALIMENTATION EN SOLIDE	139
VIII.1.1 - Notions théoriques	139
VIII.1.2 - Calculs	139
VIII.2 - L'EXTRACTEUR	140
VIII.2.1 - Détermination du nombre d'unités de transfert	140
VIII.2.2 - Détermination du nombre n , d'étages théoriques et de l'efficacité E_m	141
VIII.2.3 - Dimensions de l'extracteur	142
VIII.2.3.1 - Données	142
VIII.2.3.2 - Etapes de Calcul	143
VIII.3 - LES POMPES	153
VIII.3.1 - Notions théoriques	153
VIII.3.1.1 - Caractéristiques des pompes centrifuges	153
VIII.4 - LA CHAUDIERE (CH-1)	154
VIII.4.1 - Notions théoriques	154
VIII.4.1.1 - Généralités	154
VIII.4.1.2 - Puissance de la chaudière	155
VIII.5 - LE DECANTEUR (DC-1)	156
VIII.5.1 - Notions théoriques	156
VIII.5.2 - Dimensionnement du décanteur	156
VIII.6 - COLONNE DE SEPARATION SOLVANT-HUILE ESSENTIELLE	158
VIII.6.1 - Notions théoriques	158
VIII.8 - LES ECHANGEURS DE CHALEUR	160
VIII.8.1 - Notions théoriques	160
VIII.8.1.1 - Les échangeurs faisceaux – calandre	160
VIII.8.1.2 - Les condenseurs	161
VIII.8.1.3 - Les évaporateurs	161
VIII.8.1.3.1 - Evaporation à l'intérieur des tubes	161
VIII.8.1.3.2 - Evaporation à l'extérieur des tubes	162
VIII.9 - LA TOUR DE REFROIDISSEMENT (T-1)	163
VIII.9.1 - Notions théoriques	163
VIII.10-ESTIMATION PRELIMINAIRE DE L'UNITE D'EXTRACTION	164
VIII.10.1 - Eléments de chiffrage pour une estimation	164

Dans cette dernière partie de notre travail, nous nous sommes intéressés au dimensionnement des éléments principaux de l'unité industrielle que nous avons simulée. Nous présenterons aussi, d'une part les caractéristiques et le calcul de l'extracteur qui est l'élément clef de l'installation et d'autre part les résultats du calcul des autres équipements (les détails de calcul des différents équipements seront donnés en annexe).

Par ailleurs, nous nous intéresserons à l'estimation des coûts des éléments principaux de cette unité d'extraction d'huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau et par la méthodes des ratios, nous évaluerons le coût global de la réalisation d'un tel projet.

VIII.1 - ALIMENTATION EN SOLIDE

VIII.1.1 - Notions théoriques

Le convoyage du solide par bande transporteuse est le moyen le plus employé en industrie. En effet, on peut l'utiliser aussi bien pour le convoyage de grandes quantités de solides (allant jusqu'à 5000 tonnes/heure), sur des dizaines de mètres et à des vitesses supérieures à 5 m/s, que pour le convoyage de quelques kilogrammes sur des distances très courtes [102]. Sur la figure 59 nous schématisons le fonctionnement du système d'alimentation en solide.

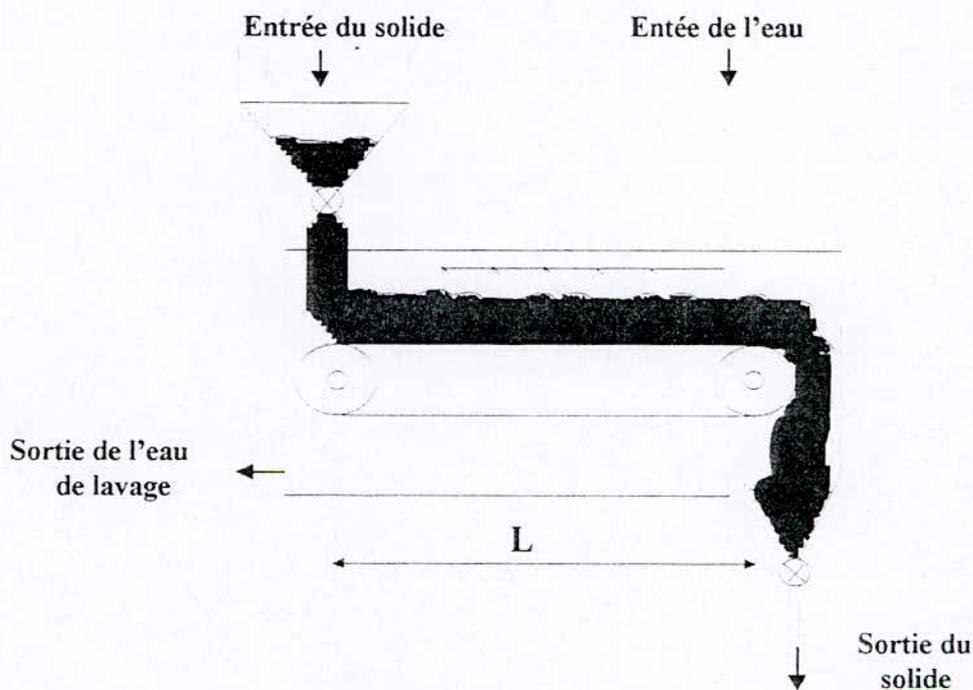


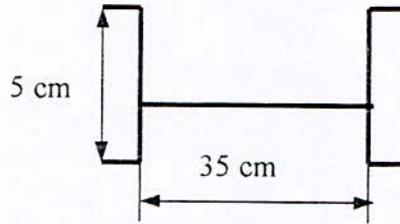
FIGURE 49 : Système d'alimentation du solide.

VIII.1.2 - Calculs

Le solide est distribué en continu par une bande transporteuse perforée dont le diamètre des orifices se situe entre 500 et 750 μ . Pour des solides ayant un diamètre moyen inférieur à 50mm, l'épaisseur correspondante du tapis est de 35 cm. En outre, pour une capacité de 1000 kg/h, la vitesse v de la bande transporteuse est de 1.75×10^{-2} m/s et la puissance linéaire nécessaire pour le convoyage du solide est d'environ de 1 kcal/h.m [102].

Afin d'éviter que le solide ne se déverse de part et d'autre de la bande transporteuse, celle-ci compte de chaque côté une plaque perforée de 5 cm de hauteur.

Si on considère un temps de contact, t_s , de 5 mn, la longueur L de la bande transporteuse sera de 5.25 m ($L = v \cdot t_s$).



L'eau est distribuée à travers des buses d'arrosage et son flux se situe entre 38 et 136 m³/h.m² [103].

VIII.2 - L'EXTRACTEUR

VIII.2.1 - Détermination du nombre d'unités de transfert

Dans le cas général de l'extraction solide-fluide, le solide n'est pas une phase au sens thermodynamique car il ne joue qu'un rôle de support inerte bien qu'il intervienne par sa structure au niveau de la cinétique de transfert.

La quantité de matière transférée par unité de temps d'une phase à l'autre s'écrit :

où
$$K_{od} a V (C_s - C_s^*) \tag{VIII.1}$$

K_{od} désigne le coefficient global de transfert relatif à la phase solide (dispersée),

a , l'aire interfaciale spécifique par unité de volume,

V , le volume total des deux phases à l'étage,

C_s et C_s^* les valeurs de sortie des concentrations C et C^* exprimées en Kg /m³ ; C^* étant la concentration théorique d'équilibre de la phase dispersée avec la phase continue.

Les bilans matière sur le soluté qui est transféré entre l'entrée (indice e) et la sortie (indice s) s'écrivent pour chaque phase [86] :

$$\phi_{de} \cdot C_e - \phi_{ds} \cdot C_s = K_{od} \cdot a \cdot V (C_s - C_s^*) \tag{VIII.2.a}$$

$$\phi_{ce} \cdot C_s^* - \phi_{cs} \cdot C_e = \alpha \cdot K_{od} \cdot a \cdot V (C_s - C_s^*) \tag{VIII.2.b}$$

avec ϕ_d et ϕ_c les débits volumiques de chaque phase (d : dispersée, c : continue) et α coefficient de partage du soluté entre les deux phases.

Lorsqu'il y a conservation des débits de chacune des phases, hypothèse correcte, étant donné la faible quantité de soluté, les relations de bilan se simplifient et s'écrivent :

$$C_e - C_s = N_{ud} (C_s - C_s^*) \tag{VIII.3.a}$$

$$C_s^* - C_e^* = \Lambda N_{ud} (X_s - X_s^*) \quad (\text{VIII.3.b})$$

N_{ud} désigne le nombre adimensionnel ($K_{od} \cdot a \cdot v / \phi_d$) qui est le nombre d'unités de transfert (NUT) relatif à la phase dispersée (solide) et Λ le facteur d'extraction caractérisant les conditions opératoires et défini par les relations [86]:

$$\Lambda = \alpha \phi_c / \phi_d \quad \text{et} \quad N_{uc} = N_{ud} / \Lambda. \quad (\text{VIII.4})$$

La relation qui lie le coefficient de partage α à la constante d'équilibre m , obtenue par le biais de la modélisation est la suivante :

$$\alpha = \frac{m \cdot V_d}{V_c}$$

$$\text{d'où} \quad \Lambda = \frac{m \cdot V_d}{V_c} \cdot \frac{(V_c / 3600\tau)}{(V_d / 3600\tau)} = m = 0.34.$$

avec V_d le volume du solide,

V_c volume du fluide,

ϕ_c le débit volumique du fluide,

τ le temps d'extraction.

Pour un contact à contre courant, le nombre d'unités de transfert relatif à la phase dispersée est donné par la relation de **Colburn** [86]:

$$N_{td} = \frac{1}{1-\Lambda} \ln \left[\frac{(1-\Lambda)}{C_s'} + \Lambda \right] \quad (\text{VIII.5})$$

avec C_s' la concentration adimensionnelle de soluté dans la phase dispersée.

$$C_s' = \frac{mC_s - Y_e}{mC_e - Y_e} = \frac{C_s}{C_e} = 0.4$$

$$\text{d'où} \quad N_{ud} = 1.48$$

$$\text{et} \quad N_{uc} = 4.34$$

VIII.2.2 - Détermination du nombre n_t d'étages théoriques et de l'efficacité E_m

Le nombre d'étages théoriques qui sont nécessaires pour réaliser l'opération est égal à [86]:

$$n_t = \frac{1}{\ln \Lambda} \ln \left(\frac{X'_S}{1 + \Lambda(X'_S - 1)} \right) \quad (\text{VIII.6})$$

$$n_t = 2.69$$

Les conditions d'idéalité sont rarement réalisées dans les opérations industrielles, ce qui conduit à définir la notion de rendement ou d'efficacité d'étage, afin de pouvoir utiliser, dans la pratique, les résultats des calculs théoriques. L'expression de l'efficacité de Murphee, pour le cas d'un contact continu à contre courant, en considérant un écoulement piston pour la phase continue, est donnée par[86] :

$$E_M = (1 - \exp(-N_c \Lambda)) / (1 - (1 - \Lambda) \exp(-N_c \Lambda)) \quad (\text{VIII.7})$$

$$E_M = 0.81$$

VIII.2.3 - Dimensions de l'extracteur

Il arrive souvent dans la pratique industrielle que les impératifs économiques ne laissent pas le temps de faire une étude approfondie d'un procédé chimique, dans un tel cas, on est réduit à extrapoler du laboratoire à l'unité pilote (semi-pilote), puis du pilote (semi-pilote) à l'unité industrielle.

Lorsque l'extracteur a été dimensionné comme un lit fixe, en considérant une activité constante dans le temps, quoique variable dans l'espace, il importe de dessiner tous les accessoires inhérents à la mobilité du solide. Il nous faut définir le mode d'introduction de la charge et le mode de soutirage de l'effluent [91].

La conception d'un extracteur à lit fixe est généralement faite sur la base de la vitesse spatiale, déterminée au cours d'expériences faites au laboratoire ou en unité pilote. Cette vitesse spatiale indique la quantité de solvant frais (vapeur d'eau) correspondant à l'unité de volume de lit par unité de temps. Cette donnée de base permet donc de connaître le débit de vapeur d'eau à mettre en œuvre [104].

VIII.2.3.1 - Données

1 - Données expérimentales

- Masse volumique apparente du solide $\rho_g = 267.9 \text{ kg/m}^3$,

2 - Estimation de la longueur de l'extracteur L

$$L = v_d \cdot \tau \quad L = 19.63 \text{ m} \approx 20 \text{ m}$$

On considère une structure horizontale, comportant 4 modules superposés, abritant chacun une vis sans fin. Chaque module, cylindrique, offre un parcours intérieur L_t de 5 mètres. La matière végétale est entraînée en continu de haut en bas de l'installation. La vapeur est, par contre injectée au bas de l'extracteur.

3 - Détermination du débit de vapeur d'eau nécessaire W_c

La vapeur est injectée au bas de l'extracteur; elle va traverser un lit de particules de volume V_{lit} .

$$V_{lit} = A \cdot L$$

$$V_{lit} = 6.577 \text{ m}^3$$

Le débit de vapeur nécessaire est de $W_c = V_{lit} \cdot (VVH)$

$$W_c = 980 \text{ kg/h}$$

4 - Détermination de la vitesse superficielle de la vapeur d'eau v_c

Les propriétés physiques de la vapeur d'eau aux conditions d'entrée sont respectivement

$\rho_v = 0.94 \text{ Kg/m}^3$ et $\mu_v = 1.263 \cdot 10^{-2} \text{ cP}$. Ainsi la vitesse v_c s'écrira :

$$v_c = \frac{(W_c / 3600)}{\rho_v \cdot (D - d)}$$

$$v_c = 0.85 \text{ m/s}$$

5 - calcul de la vitesse terminale de chute libre des particules solides v_T

Le nombre de Reynolds s'écrit :

$$Re = \frac{v_c \cdot D \cdot \rho_v}{\mu_v} = 42188$$

Selon [91], pour $Re > 10^3$, v_T est donné par l'expression suivante :

$$v_T = \left[\frac{3 \cdot d_p \cdot (\rho_s - \rho_v) \cdot g}{\rho_v} \right]^{1/2} \quad (\text{VIII.10})$$

avec l'accélération de la pesanteur, $g = 9.81 \text{ m/s}^2$.

$$v_T = 5.78 \text{ m/s}$$

Puisque $v_c < v_T$, le dimensionnement est correct.

6 - Calcul de la perte de charge

La perte de charge dans l'extracteur est obtenue à partir de la relation d'**Ergun** [91]:

$$\frac{\Delta P}{L} = A \frac{(1 - \varepsilon_{lit})^2}{\varepsilon_{lit}^3} \cdot \frac{\mu_c \cdot v_c}{d_p^2} + B \cdot \frac{(1 - \varepsilon_{lit})}{\varepsilon_{lit}^3} \frac{\rho_c \cdot v_c^2}{d_p} \quad (\text{VIII.11})$$

où ε_{lit} est la porosité du lit et d_p le diamètre moyen des particules.

$A = 1.5 \times 10^{-10}$ et $B = 1.75 \times 10^{-6}$ (pour des lits homogènes, constitués par des particules sphériques de dimensions similaires).

$$\text{d'où} \quad \frac{\Delta P}{L} = 0.0152 \text{ bar/m}$$

$$\Delta P = L \times \frac{\Delta P}{L}$$

$$\Delta P = 0.305 \text{ bar}$$

La vis convoyeuse va créer une turbulence, donc une perte de charge supplémentaire. Cette perte de charge peut atteindre de 50 à 100 % de la valeur de celle que l'on aurait dans la même longueur de tube sans la vis [91]. De ce fait la perte de charge à travers les tubes de l'extracteur en tenant compte de la vis convoyeuse est : $\Delta P_{totale} = 2 \cdot \Delta P$, $\Delta P_{totale} = 0.610 \text{ bar}$.

7 - Nombre de spires de la vis convoyeuse par tube Z

$$Z = \frac{L_t}{R}$$

$$Z = 16 \text{ spires/tube.}$$

8 - Vitesse de rotation de la vis convoyeuse N

$$N = \frac{L_t}{(R)(\tau)}$$

$$N = 8.55 \times 10^{-2} \text{ tr/mn.}$$

9 - Calcul de l'épaisseur minimale (e) de la tôle d'acier interne

Selon le code ASME - section VIII- div.1[103], l'épaisseur minimale de la tôle d'acier inoxydable de forme cylindrique en majorant de 4.25 mm pour tenir compte des risques de corrosion, est donnée par la relation suivante :

$$e = \frac{P \cdot D}{2\sigma E - 1.2P} \cdot 10^3 + 4.25 \quad (\text{VIII.12})$$

où P désigne la pression effective,

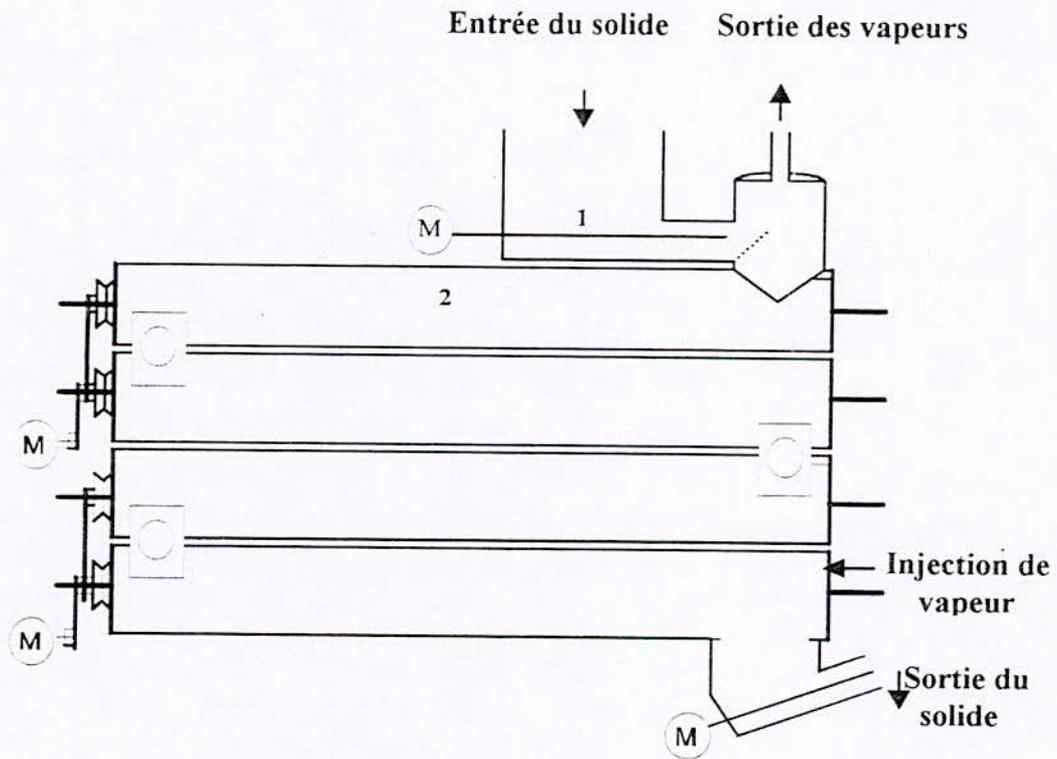
σ la contrainte admissible, $\sigma = 1380$ bars pour l'acier inoxydable de désignation ASTM A376 TP304 [105] et

E le coefficient de soudure égal à 0.85, pour une radiographie par points.

L'épaisseur minimale de la tôle d'acier inoxydable est donc :

$$e = 4.83 \text{ mm.}$$

Selon les normes ANSI [103], pour un diamètre interne normalisé en acier de 0.65 m, l'épaisseur correspondante est de 4.92 mm. Selon les même normes, pour un diamètre interne de l'enveloppe $D' = 0.790$ m, l'épaisseur correspondante est $e' = 1.12$ cm.



1 :Alimentation en solide, 2 :Extracteur

FIGURE 50: Schéma de l'extracteur

10 - Calcul de l'épaisseur de la tige de la vis convoyeuse e_0

$$e_0 = 4.5 \text{ mm} \quad (\text{voir équation VIII.12})$$

11 - Echange de chaleur fluide caloporteur-milieu extérieur

Dans le souci de conserver l'isothermicité de l'extracteur et d'éviter la condensation de la vapeur d'eau à l'intérieur de ce dernier, un fluide caloporteur (vapeur d'eau) est injecté au

niveau de la double enveloppe, ainsi qu'à l'intérieur de la tige concentrique de la vis convoyeuse.

Nous développerons, afin de pouvoir déterminer l'épaisseur du calorifuge, les équations régissant le transfert de chaleur entre le fluide caloporteur injecté au niveau de la double enveloppe et le milieu extérieur.

11.1 - Echange de chaleur vapeur-paroi interne de l'enveloppe

Le flux de chaleur échangé dans ce cas s'écrit :

$$\phi_1 = h_1 \cdot S_1 \cdot (T_v - T_{P1}) \quad (\text{VIII.13})$$

avec h_1 le coefficient de transfert de chaleur par convection vapeur - paroi interne de l'enveloppe, S_1 la surface interne de la transmission de chaleur, T_v la température du fluide caloporteur (vapeur d'eau) et T_{P1} la température de la paroi interne de l'enveloppe.

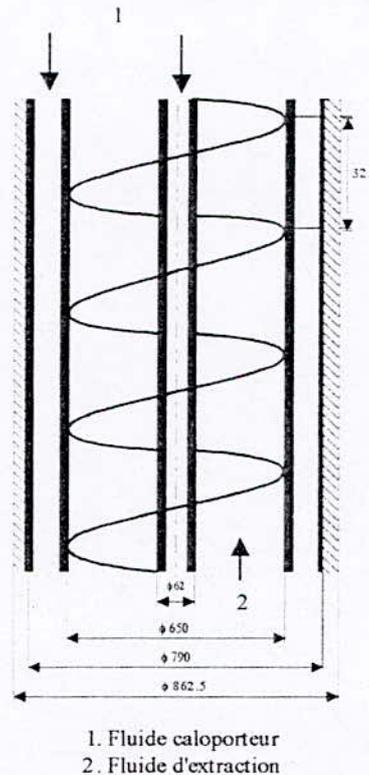


FIGURE 51 : Caractéristiques internes de l'extracteur

Le coefficient de transfert de chaleur par convection h_1 dans le fluide peut être obtenu à partir du nombre de Nusselt :

$$Nu = \frac{h_1(2L')}{\lambda} \quad (\text{VIII.14})$$

avec λ la conductivité thermique de la vapeur d'eau.

La corrélation de **Dittus -Boelter** [106] permet d'obtenir le nombre **Nu** :

$$\mathbf{Nu} = \psi \cdot \mathbf{Re}^\gamma \cdot \mathbf{Pr}^{0.33} \quad (\text{VIII.15})$$

En industrie, on préfère travailler en régime turbulent ($Re > 2000$), ceci permet d'avoir un coefficient de film h_1 plus élevé, et de ce fait un meilleur transfert de chaleur fluide - paroi.

Comme la température de surface T_{p1} n'est pas connue, nous lui avons attribué une valeur voisine de celle du fluide. A partir de là nous déterminerons les paramètres nécessaires à l'établissement d'un bilan qui permet de calculer cette température. S'il existe une différence entre la valeur supposée et la valeur calculée de T_{p1} , nous prendrons cette dernière pour calculer une nouvelle valeur du coefficient d'échange de chaleur et ainsi de suite.

Nous supposons que la température de la paroi T_{p1} est égale à $120\text{ }^\circ\text{C}$: La température moyenne du film $T_m = 121\text{ }^\circ\text{C}$.

Les propriétés physiques de la vapeur d'eau à cette température sont les suivantes :

$$\rho = 1.1 \text{ kg/m}^3$$

$$\lambda = 0.201 \text{ kcal/h.m.}^\circ\text{C}$$

$$C_p = 0.465 \text{ kcal/kg.}^\circ\text{C}$$

$$\mu = 1.335 \times 10^{-2} \text{ cP.}$$

$$\mathbf{Re} = \frac{(W_v / \rho)(2L')}{(3.6 \cdot \mu) \left(\frac{\pi(D'+2e')^2 - D'^2}{4} \right)} \quad (\text{VIII.16})$$

avec W_v le débit du fluide caloporteur circulant dans l'enveloppe $W_v = 1610 \text{ kg/h}$.

$$\text{d'où } Re = 4144.$$

$$\mathbf{Pr} = \frac{(C_p)(\mu)}{2L'} \quad (\text{VIII.17})$$

$$Pr = 1.034$$

Pour $Re > 2000$ et $Pr > 0.6$ nous avons, selon [105], $\psi = 0.26$ et $\gamma = 0.6$.

$$\mathbf{Nu} = 38.9 \quad (\text{voir équation VIII.15})$$

$$\mathbf{h}_1 = 60.1 \text{ kcal/h.m}^2\text{.}^\circ\text{C} \quad (\text{voir équation VIII.14})$$

11. 2 - Echange de chaleur par conduction à travers l'enveloppe externe

$$\phi_2 = \frac{2\pi(\lambda_p)(L_t)(T_{p1} - T_{p2})}{\text{Ln}\left(\frac{D'+2e'}{D'}\right)} \quad (\text{VIII.18})$$

avec λ_p la conductivité thermique de l'acier utilisé et
 T_{P2} la température de la paroi externe de l'enveloppe.

11.3 - Chaleur émise à travers le calorifuge

$$\phi_3 = \frac{2\pi(\lambda_i)(L_t)(T_{P3} - T_{P2})}{\text{Ln}\left(\frac{D'+2e'+2e_i}{D'+2e'}\right)} \quad (\text{VIII.19})$$

avec λ_i la conductivité thermique du calorifuge utilisé, $\lambda_i = 0.660 \text{ kcal/kg.}^\circ\text{C}$ pour le polystyrène 50-650 ASTM C-578-696R2 [106],
 T_{P3} la température de la paroi externe du calorifuge et
 e_i l'épaisseur du calorifuge utilisé.

11.4 - Echange de chaleur calorifuge-milieu extérieur

$$\phi_4 = h_{\text{air}} S_4 (T_{P3} - T_{\text{air}}) \quad (\text{VIII.20})$$

avec h_a coefficient de transfert de chaleur entre l'air et la couche extérieure de la l'extracteur,

S_4 surface extérieure de l'enveloppe,

T_{air} température de l'air.

En supposant une température ambiante de 20°C , les tables donnent un coefficient de transfert de chaleur h_{air} [102] :

$$h_{\text{air}} = 1.84.\Delta T_{\text{air}}^{1/4} = 1.84.(T_{P3} - T_{\text{air}})^{1/4} \quad (\text{VIII.21})$$

11.5 - Calcul de l'épaisseur du calorifuge

Nous supposons que le matériau utilisé est suffisamment conducteur, soit $T_{P1}=T_{P2}$. De plus, en régime permanent, tous les flux sont égaux ($\phi_1 = \phi_2 = \phi_3$). Le système d'équations à résoudre s'écrit alors :

$$\phi_1 = h_1(\pi D')(L_t)(T_v - T_{P1}) = 245.91.(T_v - T_{P1})$$

$$\phi_2 = \frac{2\pi(\lambda_i)(L_t)(T_{P3} - T_{P2})}{\text{ln}\left(\frac{D'+2e'+2e_i}{D'+2e'}\right)} - \frac{20.77}{\text{ln}\frac{B}{A}} (T_{P1} - T_{P2})$$

$$\phi_3 = h_a [\pi (D' + 2e' + 2e_i)] (L_t) (T_{P3} - T_{air}) = 22.02 \cdot B \cdot (T_{P3} - T_{air})^{5/4}$$

avec $A = D' + 2e'$ et $B = D' + 2e' + 2e_i$

A partir de ces équations, nous tirons

$$T_{P1} = T_{P2} + 18.95B \cdot \ln \frac{B}{A} (T_{P2} - T_{air})^{5/4} \quad (\text{VIII.22})$$

En fixant à T_{P3} une valeur de 40 C° nous obtenons :

$$B = 1.06 \text{ et } A = 0.861 \text{ m.}$$

En remplaçant dans l'équation (VIII.22), nous obtenons la valeur de T_{P1}

$$T_{P1} = 121.4 \text{ C}^\circ$$

La température calculée T_{P1} présente un faible écart par rapport à la température supposée. Aussi, la valeur du coefficient de transfert de chaleur calculée au préalable est conservée. La couche isolante aura l'épaisseur suivante :

$$e_i = 24.5 \text{ mm}$$

12 - Système d'Alimentation en solide dans l'extracteur

12.1 - Bac de garde

Afin d'éviter que l'extracteur ne soit à court de solide, un bac de stockage devra assurer une quantité de solide suffisante pour permettre une alimentation en continu, cette quantité sera fixé à 300 kg

$$\text{Le volume du bac est } V_b = 300/\rho_{lit} = 1.12 \text{ m}^3.$$

Pour une hauteur du bac cylindrique H_b , égale à 1 m, le diamètre du bac D_b

$$\text{correspondant est : } D_b = \sqrt{\frac{4 \cdot (V_b / H_b)}{\pi}} \quad D_b = 1.195 \text{ m}$$

12.2 - Conduite d'Alimentation en Solide

12.2.1 - Paramètres fixés

$$\text{Diamètre de la conduite d'alimentation} \quad D_1 = \frac{D}{2} = 0.325 \text{ m.}$$

$$\text{Longueur de la conduite d'alimentation} \quad L_1 = 0.5 \text{ m.}$$

$$\text{Diamètre de la vis d'alimentation:} \quad d_1 = 0.99D_1 = 0.322 \text{ m.}$$

$$\text{Pas de la vis d'alimentation} \quad R_1 = 0.5D_1 = 1.625 \times 10^{-1} \text{ m.}$$

$$\text{Diamètre de la tige de la vis d'alimentation} \quad d_1' = 0.095D_1 = 3.08 \times 10^{-2} \text{ m.}$$

12.2.2 - Nombre de spires de la vis d'alimentation Z

$$Z = \frac{(L_1 + 0.5)}{R_1}$$

$$Z = 7 \text{ spires}$$

12.2.3 - Temps de séjour du solide (bac et conduite d'alimentation) t_S

$$t_S = \frac{[\pi(D_1 - d_1')].(L_1 + 0.5)}{4(W_d / \rho_g)} \times 60$$

$$t_S = 1.31 \text{ mn}$$

12.2.4 - Vitesse de rotation de la vis d'alimentation N

$$N = \frac{L_1}{R_1 \cdot t_S}$$

$$N = 4.67 \text{ tr/mn.}$$

12.3 - Calcul de l'épaisseur du bac e_b et de la conduite d'alimentation e_1

$$e_b = 4.5 \text{ mm}$$

et $e_1 \approx 4.5 \text{ mm}$ (voir équation VIII.12)

avec $P = 1 \text{ atm} = 1.033 \text{ bar.}$

13 - Conduite d'évacuation des vapeurs de tête

Afin d'éviter l'entraînement des vapeurs de tête vers le bac d'alimentation, l'utilisation d'un déflecteur s'impose. De plus, une hauteur supplémentaire séparant la conduite d'alimentation et la sortie des vapeurs de tête doit être assurée. Cette hauteur a été fixée à 30cm.

13.1 - Calcul de l'épaisseur du fond elliptique de la conduite d'évacuation des vapeurs de têtes e''

Selon le code ASME - Section VIII- Div. 1

$$e'' = 4.83 \text{ mm} \approx 5 \text{ mm.} \quad (\text{voir équation VIII.12})$$

avec $P = 2 \text{ bar}$

14- Evacuation du solide épuisé**14.1 - Paramètres fixés**

Diamètre de la conduite d'évacuation $D_2 = 0.325 \text{ m,}$

- Longueur de la conduite d'évacuation $L_2 = 1 \text{ m}$,
- Diamètre de la vis convoyeuse $d_2 = 0.99D_2 = 0.322 \text{ m}$,
- Pas de la vis convoyeuse $P_2 = 0.5D_2 = 1.625 \times 10^{-1} \text{ m}$,
- Diamètre de la tige de la vis convoyeuse $d'_2 = 0.095D_2 = 3.087 \times 10^{-2} \text{ m}$.

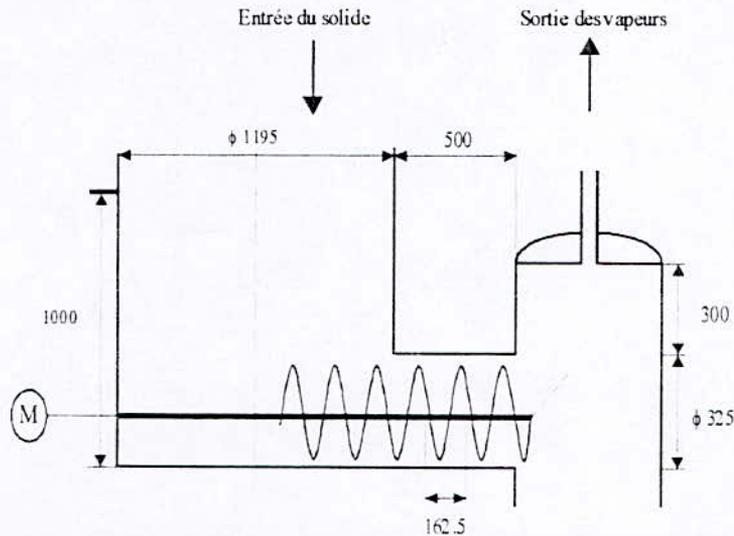


FIGURE 52 : Alimentation en solide et évacuation des vapeurs de tête.

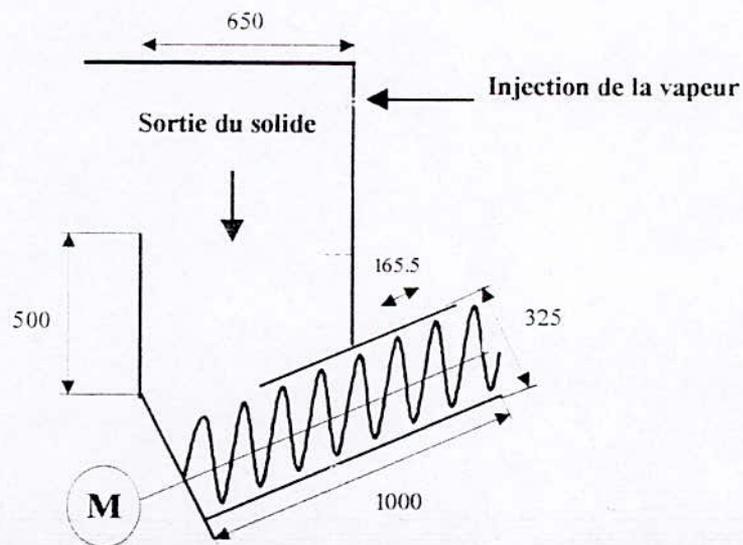


FIGURE 53 : Système évacuation du solide épuisé

14.2 - Temps de séjour du solide dans la conduite d'évacuation t_s

$$t_s = \frac{[\pi(D_2 - d'_2)]L_2}{4\left(\frac{W_d}{\rho_g}\right)} \times 60$$

$$t_s = 1.31 \text{ mn}$$

14.3 - Nombre de spires de la vis convoyeuse Z

$$Z = \frac{L_2}{P_2}$$

$$Z = 7 \text{ Spires}$$

14.4 - Vitesse de rotation de la vis convoyeuse N

$$N = \frac{L_2}{P_2 \cdot T_s}$$

$$N = 4.67 \text{ tr/mn}$$

15- Calcul du poids de l'extracteur M_{total}

En vue d'une estimation du coût de l'extracteur, nous nous sommes proposés de déterminer son poids global.

Selon [105], la densité de l'acier inoxydable A 376 TP 304 est 7.9 g/cm^3 .

En sommant les poids des divers éléments constituant l'extracteur, nous obtenons une masse totale $M_{totale} = 6474.8 \text{ kg}$.

Dans cette partie de l'étude, nous avons envisagé de dimensionner l'extracteur qui est en fait l'élément principal de notre installation. Cependant, reste à tenir compte de certaines parties mécaniques (roulements, déflecteurs, moteur, courroies,...) et de tous les accessoires de régulation, de contrôle et de mesure.

VIII.3 - LES POMPES

VIII.3.1 - Notions théoriques

La grande majorité des pompes utilisées en industrie sont des pompes centrifuges, ce sont des pompes dont la rotation de la roue, ou rotor, produit un régime de pressions et de vitesses qui déterminent la circulation d'un liquide dans un circuit. Pour des débits modérés (inférieurs à $50 \text{ m}^3/\text{h}$) et des pressions de refoulement moyennes, (ce qui constitue notre cas), la pompe monoétagée centrifuge est la plus adéquate [107-111].

VIII.3.1.1 - Caractéristiques des pompes centrifuges

L'une des caractéristiques des pompes centrifuges est la cavitation. Ce phénomène se manifeste par la formation au sein de l'écoulement, de bulles, poches, tourbillons ou torches de vapeur. Cette cavitation peut être à l'origine de bruit, de vibrations et de chutes de performance de la pompe [108].

A cet égard, on définit le $NPSH_{av}$ (Net Positive Section Head), correspondant à la valeur excédentaire de la pression d'aspiration à l'entrée de la pompe rapportée la tension de vapeur du liquide, en ce même point.

Le coût d'une station de pompage est directement fonction de la hauteur de charge nette à l'aspiration $NPSH_{req}$ de la pompe et $NPSH_{av}$ lié à l'installation; les conditions d'utilisation doivent être telles que le $NPSH_{av}$ soit supérieur au $NPSH_{req}$ choisi pour assurer à l'utilisateur un fonctionnement satisfaisant vis-à-vis de la cavitation que réside une part importante du coût de la station de pompage [108].

Les étapes de calcul sont donnés en annexe et les résultats sont reportés dans le tableau VIII.1 suivant

TABLEAU VIII.1 : Caractéristiques de la pompe d'alimentation de la chaudière

Pression d'aspiration (bar)	1,39
pression de refoulement (bar)	2,86
Hauteur différentielle (m)	9,25
NPSHA (m)	10,52
Puissance hydraulique (hp)	2,52
puissance du moteur (hp)	5,61

VIII.4 - LA CHAUDIERE (CH-1)

VIII.4.1 - Notions théoriques

VIII.4.1.1 – Généralités

Le rôle d'une chaudière est essentiellement de transmettre de l'énergie, apparaissant sous forme de chaleur (avec ou sans combustion), à de l'eau sous pression pour obtenir soit de l'eau surchauffée, soit de la vapeur [112].

Les chaudières électriques, dont on voudrait faire actuellement les champions de l'écologie, permettent de transformer d'une façon convenable l'énergie électrique en chaleur et de transmettre celle-ci à de l'eau. Ces chaudières se caractérisent par leur faible encombrement, par leur haute sécurité de fonctionnement, ainsi que par leur mise en service rapide [112].

Notre choix s'est porté sur les chaudières à thermoplongeurs, ce type de chaudière est disponible sur le marché et présente une durée de vie relativement élevée. Dans ce type de chaudière, la chaleur est apportée soit par des résistances blindées directement immergés dans l'eau à chauffer, soit par des résistances bobinés sur des pièces isolantes en céramique insérées dans des doigts de gants immergés dans l'eau. La gamme des appareils industriels varie de quelques dizaines de kilowatts à 8000 kilowatts au maximum [112].

VIII.4.1.2 - Puissance de la chaudière [113].

Avant de pouvoir définir les dimensions du matériel et prétendre à toute recherche de conditions de fonctionnement, il est nécessaire pour une allure déterminée de la chaudière d'effectuer les calculs préalables suivants :

La puissance utile : C'est l'énergie transmise au fluide chauffé par unité de temps, c'est à dire la différence entre l'énergie exportée vers l'utilisation (réseau) et celle retournée à la chaudière. La chaleur transmise à l'eau d'alimentation permet de la porter à ébullition, de la transformer en vapeur saturée et de surchauffer cette vapeur saturée jusqu'à la température désirée à la sortie du surchauffeur [113] .

La puissance introduite :

$$\text{puissance introduite} = \frac{\text{puissance utile}}{\text{rendement}} \tag{VIII.27}$$

Le rendement comprend les diverses pertes éventuelles suivantes par :

- Radiation extérieure, - Divers auxiliaires (moteur électrique, pompes...etc.)

Dans des conditions normales d'utilisation, ce rendement est en général supérieur à 99 % [113].Le Tableau VIII.2 ci-après donne l'évaluation de la puissance utile de la chaudière:

TABLEAU VIII.2 : Evaluation de la puissance utile de la chaudière.

TEMPERATURE (°C)	
eau d'alimentation	20
Saturation	120
Sortie du surchauffeur	122
PRESSION (bar)	
Alimentation	2
Réservoir	2
Sortie du surchauffeur	2
DEBIT MASSIQUE (kg/h)	
Alimentation	2590
Sortie du surchauffeur	2590
PUISSANCE CONTENUE(kcal/h)	
Alimentation	-5,191. 10 ⁺⁴
Eau bouillante	-3,116. 10 ⁺⁵
Vapeur saturée	-1,674. 10 ⁺⁶
vapeur surchauffée	-1,676. 10 ⁺⁶
PUISSANCE NECESSAIRE(kcal/h)	
Echauffement de l'eau	2,59. 10 ⁺⁶
Vaporisation	1,67. 10 ⁺⁶
Surchauffe	1248
PUISSANCE UTILE (kcal/h)	
	1,93. 10 ⁺⁶
PUISSANCE INTRODUITE(kcal/h)	
	1,95. 10 ⁺⁶

VIII.5 - LE DECANTEUR (DC-1)

VIII.5.1 - Notions théoriques

Les décanteurs sont des appareils dans lesquels les deux phases immiscibles sont séparées par gravité ; c'est un procédé très fréquemment utilisé en industrie par suite de sa simplicité et de son faible coût.

L'étude de la décantation est basée sur le déplacement des particules en suspension dans une phase continue qui s'effectue vers le haut (la phase lourde représentant la phase continue) ou vers le bas (la phase légère représentant la phase continue) avec une vitesse limite v_T . [110].

Pour un écoulement laminaire, la vitesse limite est donné par la loi de Stokes [114] :

$$v_T = \frac{1.39 \times 10^{-7} \cdot d_p^2 \cdot (\rho_2 - \rho_1)}{\mu} \quad (\text{VIII.28})$$

avec d_p diamètre moyen des gouttelettes [μ],

ρ_2 masse volumique de la phase lourde [kg/m^3],

ρ_1 masse volumique de la phase légère [kg/m^3],

μ viscosité de la phase continue [cP],

v_T vitesse limite [m/s].

La décantation peut être établie dans des séparateurs horizontaux ou verticaux, toutefois les décanteurs horizontaux sont les plus utilisés, car ils offrent une plus grande aire interfaciale, ce qui permet un meilleur échange. Le calcul des décanteurs est basé sur le temps de séjour, qui doit être supérieur ou égal au temps de décantation des phases [110].

VIII.5.2 - Dimensionnement du décanteur

La quantité d'eau étant beaucoup plus élevée que la quantité d'hydrocarbures, on utilise deux sections de séparation. La première section permet de séparer des gouttelettes de diamètre moyen supérieur à 150 μm , la quantité d'eau soutirée dans cette section représente 80 % du débit total en eau. La seconde section du décanteur permet de séparer les gouttelettes les plus fines dont le diamètre moyen est égal à 60 μm . La hauteur du liquide représente 90% du diamètre du décanteur (voir figure 54)

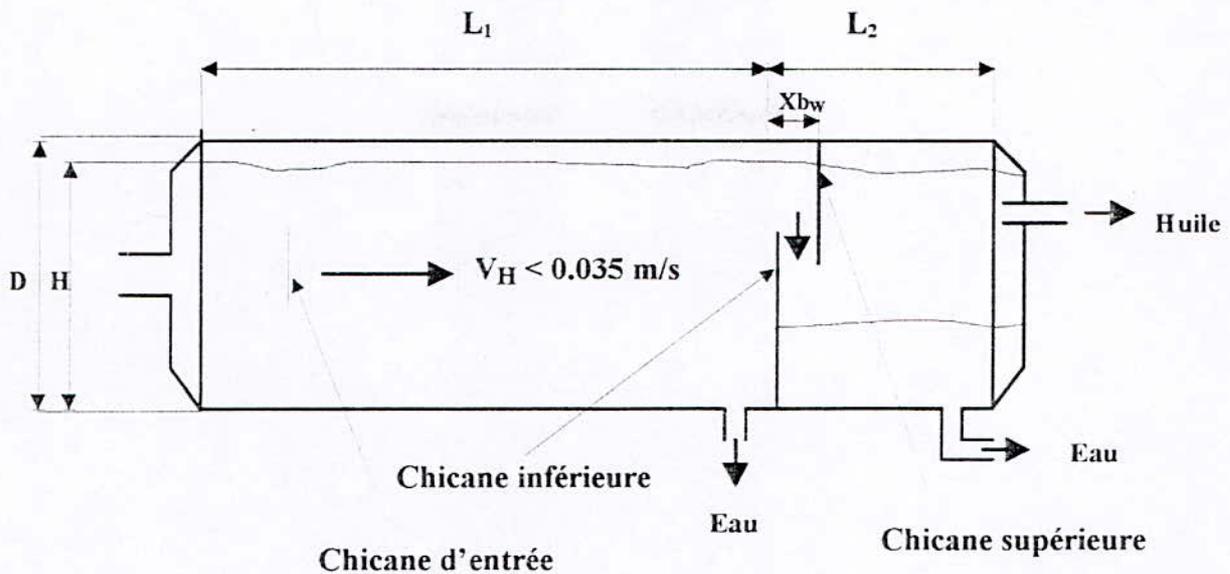


FIGURE 54 : Schéma du décanteur.

Pour un décanteur horizontal nous avons les spécifications suivantes :

$$3 \leq \frac{L_1}{D} \leq 8, 1 \leq \frac{L_2}{D} \text{ et } H = 0.9D$$

Le est fait selon les étapes ci-dessous, les détails de calcul sont données en annexe [115].

- 1 - Détermination des facteurs de forme F_{11} et F_{21} pour la 1^{ère} section
- 2 - Détermination des facteurs de forme F_{12} et F_{22} pour la seconde section
- 3 - Détermination du diamètre D et de la longueur L du décanteur
- 4 - Calcul de la surface minimale de la première section horizontale du décanteur
- 5 - Calcul de la surface minimale de la seconde section du décanteur
- 6 - Calcul de la vitesse terminale de chute libre des gouttelettes de 150 μ de diamètre, v_{T1}
- 7 - Calcul de la vitesse terminale de chute libre des gouttelettes de 60 μ de diamètre v_{T2}
- 8 - Détermination des vitesses horizontales de la phase organique v_{H1} et aqueuse v_{H2} pour la première et seconde sections
- 9 - Calcul de la hauteur de la chicane inférieur H_{B1} et supérieur H_{B2}
- 10 - Calcul de l'espacement minimal entre les deux chicanes X_{bw}
- 11 - Calcul de la hauteur H_B de la chicane d'entrée
- 12 - Calcul de la distance entre la tubulure et la chicane H_B d'entrée
- 13 - Calcul de la vitesse maximale dans la conduite d'alimentation v_N
- 14 - Calcul du diamètre minimal de la conduite d'alimentation D_{min} .
- 15 - Calcul des épaisseurs selon le code ASME -Section VIII-div1
- 16 - Calcul du poids du décanteur M

Les résultats des calculs sont reportés dans le tableau VIII.3 suivant

TABLEAU VIII.3 : Calcul du décanteur

D (m)	0,92
L (m)	3,68
H_{B1} (m)	0,78
H_{B2} (m)	0,69
H_B (cm)	4,64
H'_B (cm)	2,35
Dmin (cm)	2,64
e (cm)	5
é (cm)	5
M (kg)	483,84

VIII.6 - COLONNE DE SEPARATION SOLVANT - HUILE ESSENTIELLE

VIII.6.1 - Notions théoriques

Pour séparer les constituants d'un mélange miscible par distillation, les colonnes à garnissage sont quelquefois employées concurremment aux colonnes à plateaux [116].

Tandis qu'une colonne à plateaux constitue un ensemble d'étages de contact distincts, une colonne à garnissage réalise un contre courant à contact continu : les phases sont en contact dans toute la colonne, pour être séparées seulement avant de quitter l'appareil. L'échange des constituants entre les phases se fait d'autant mieux qu'on a une grande surface de contact et une bonne turbulence. C'est pour cette raison qu'on remplit la colonne d'éléments solides aux formes et dimensions judicieusement choisies [110].

Les colonnes à garnissage sont employées dans le cas où le diamètre est inférieur à 3 m, elles présentent par rapport aux colonnes à plateaux les avantages suivants :

- prix moins élevé par unité de volume,
- faible perte de charge, ce qui est particulièrement intéressant lorsqu'on travaille à faible pression,
- rétention peu importante.

Les anneaux les plus courants dans l'industrie sont les anneaux Rashig. On utilise le plus souvent des anneaux en céramique ou en porcelaine, bon marché et de plus résistant à la corrosion. Chaque section de garnissage est supportée par une grille qui ne doit pas introduire une résistance à l'écoulement des fluides supérieure à celle du remplissage. De plus, il est nécessaire de maintenir le garnissage en place par une grille au sommet de chaque section de façon à éviter tout entraînement par le gaz [110].

Hydrodynamique des colonnes garnies

La caractéristique de la perte de pression d'un garnissage qui a été mouillé puis égoutté diffère légèrement de celle d'un garnissage sec : c'est une conséquence de la rétention capillaire, certains pores étant obstrués par des ménisques liquides.

Le volume de liquide retenu par unité de volume garni est, à débit d'arrosage constant et à débit gazeux G croissant, d'abord constant puis croît rapidement. Le changement d'allure de la perte de pression et de la rétention opératoire coïncide avec l'apparition de rides à la surface du film liquide; le frottement du gaz est alors suffisant pour gêner la descente du liquide, provoquant une diminution de l'espace libre offert à l'écoulement du gaz, le domaine qui correspond à des valeurs de G égales ou légèrement supérieures à celles qui correspondent à la transition précédente constitue la **zone de charge**; grâce à la turbulence en surface du film, cette zone est particulièrement propice aux échanges entre phases [117].

Si la vitesse du gaz et du liquide est majorée d'environ 30 à 40 % par rapport aux conditions de charge, il arrive un moment où le mouvement ascendant du gaz bloque l'écoulement par gravité du liquide, une partie s'accumulant au sommet de la colonne, c'est l'**engorgement**. L'engorgement est caractérisé par une croissance extrêmement rapide de la pression et de la rétention opératoire. Il est prudent d'adopter une vitesse massique de service G au maximum égale à 60 ou 70 % de la valeur de l'engorgement [103].

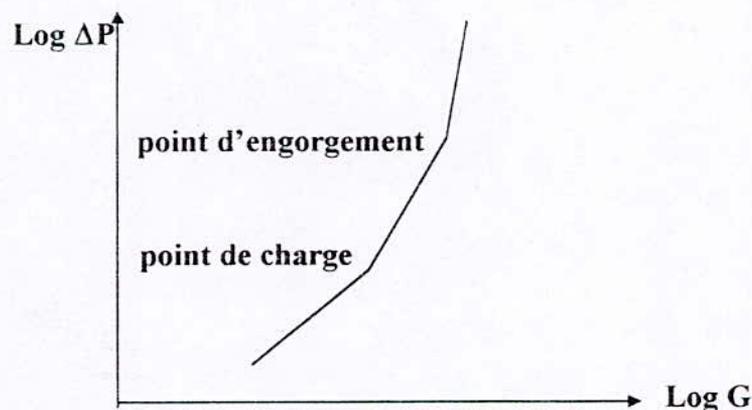


FIGURE 55 : Evolution de la perte de charge en fonction des débits gazeux pour un débit liquide constant dans une colonne à garnissage

Les étapes de calcul sont donnés en annexe et les résultats sont reportés dans le tableau suivant :

TABLEAU VIII.4 : Calcul de la colonne de séparation huile essentielle-solvant.

Diamètre D(cm)	40
Hauteur de garnissage G (m)	4,86
Hauteur de la colonne L(m)	5,48
Masse de la colonne Mmax(kg)	899,72

VIII.7 - LES ECHANGEURS DE CHALEUR

VIII.7.1 - Notions théoriques

Une grande part (90 %) de l'énergie thermique utilisée dans les procédés industriels transite au moins une fois par un échangeur de chaleur, aussi bien dans les procédés eux-mêmes que dans les procédés de récupération de l'énergie thermique de ces procédés [117].

L'échangeur de chaleur est un des instruments clé du thermicien et de l'énergéticien, dans lequel un fluide chaud circule depuis une entrée de l'échangeur jusqu'à sa sortie en transférant une partie de son enthalpie à un fluide froid qui lui aussi circule entre une entrée et une sortie distinctes de celles du fluide chaud.

Le dimensionnement thermique dans une installation industrielle commence tout d'abord, par la sélection du type d'échangeur adapté au problème posé, puis vient la phase de dimensionnement thermique proprement dite; elle est destinée à fixer par le calcul la surface d'échange nécessaire au transfert de puissance sur les fluides considérés [118].

VIII.7.1.1 - Les échangeurs faisceaux – calandre

Ce sont les échangeurs les plus répandus dans les installations chimiques. L'appareil est constitué par un faisceau de tubes montés sur deux plaques tubulaires et portant un certain nombre de chicanes. Le faisceau est logé dans une calandre, munie de tubulures d'entrée et de sortie pour le second fluide qui circule à l'extérieur des tubes suivant le chemin imposé par les chicanes [117].

Tous les éléments entrant dans la construction des échangeurs ont fait l'objet d'une normalisation publiée par la T.E.M.A (Standards of Tubular Exchanger Manufacturers Association), les échangeurs à boîte tubulaire fixe sont une différence de température inférieure à 100°C entre les deux fluides, la longueur minimale de ces échangeurs est de 8 feet (2.43 m) [101,118].

VIII.7.1.2 - Les condenseurs

Le but de ces échangeurs est de condenser une vapeur à l'aide d'un fluide réfrigérant. Un condenseur nécessite un liquide de refroidissement abondant et bon marché et, pour cela, on utilise principalement de l'eau et parfois de l'air [119].

Les condenseurs sont toujours des appareils à calandre et faisceau tubulaire, construits selon les mêmes plans que les échangeurs, de sorte que toutes les caractéristiques géométriques de ces derniers resteront valables. L'étude du transfert thermique en condensation est très compliqué en raison des interactions multiples de plusieurs paramètres, selon que la condensation ait lieu à l'intérieur ou à l'extérieur des tubes, ou que la vapeur à condenser soit simple ou complexe [120].

Un fluide en condensation est prévu à l'intérieur des tubes s'il est sous basse pression, s'il contient des traces de composants dont on veut minimiser les pertes, ou bien si on veut éviter une dépense de calandre en matériau dont le coût est élevé (tel que l'acier inoxydable). Toute fois, l'eau de refroidissement circulant dans la calandre peut créer des difficultés d'encrassement, d'où la nécessité de pouvoir démonter le faisceau pour un nettoyage mécanique [118].

VIII.7.1.3 - Les évaporateurs

L'évaporateur est l'appareil, ou l'ensemble d'appareils, destinés à réaliser l'évaporation, c'est-à-dire le passage de tout ou partie d'un liquide à l'état de vapeur.

L'évaporation peut être utilisée comme moyen de concentration. Le solvant vaporisé est le plus souvent de l'eau. Le moyen de chauffage le plus usité est la vapeur d'eau, que l'on récupère, en fin d'opération, sous forme de condensât.

VIII.7.1.3.1 - Evaporation à l'intérieur des tubes

Les évaporateurs à tubes verticaux longs sont les plus utilisés en industrie en raison de la simplicité de leur construction et de leur coût relativement bas. Toutefois, la circulation dans l'appareil exige une hauteur hydrostatique permettant de vaincre les pertes de charge dans l'évaporateur. Pour des taux de vaporisation élevés, l'évaporateur est doté d'une tuyauterie extérieure de recyclage de solution pour fonctionner en **thermosiphon** doté d'une liaison entre le séparateur de vapeur et le faisceau tubulaire permettant un recyclage de la solution [102].

VIII.7.1.3.2 - Evaporation à l'extérieur des tubes

Les évaporateurs les plus répandus sont horizontaux de type Kettle ou K dans la dénomination TEMA. Ils sont utilisés lorsque le taux de vaporisation est élevé et quand le liquide à vaporiser est propre et ne contient pas de matières dissoutes. Ils assurent, en plus de la vaporisation, la séparation des deux phases liquide et vapeur. Le diamètre de la calandre est grand comparé à celui du faisceau tubulaire. Et ce afin d'assurer au-dessus du niveau liquide une zone de désengagement de la vapeur et éviter ainsi, l'entraînement du liquide.

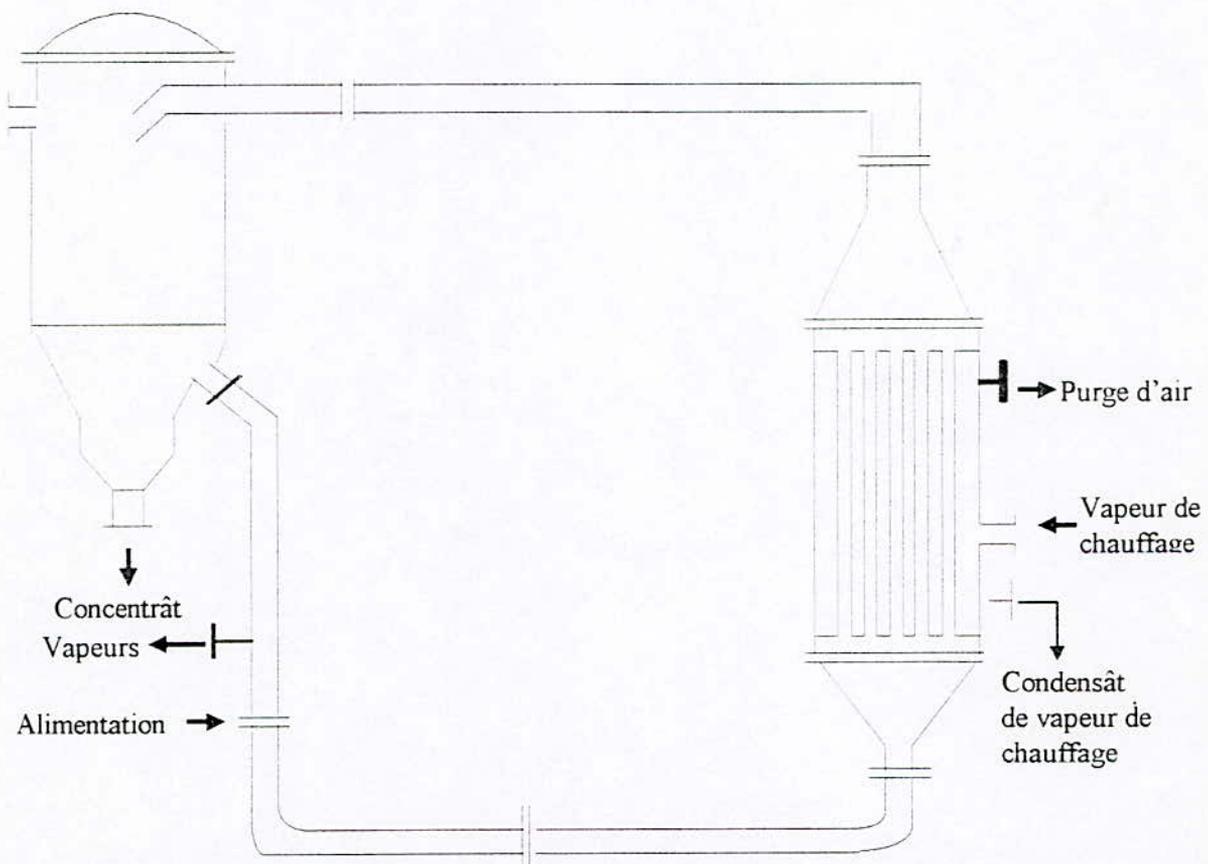


FIGURE 56 : Evaporateur à tubes verticaux longs

La perte de charge dans ces rebouilleurs est très faible, de plus le niveau du liquide dans le rebouilleur est pratiquement le même que celui du fond de colonne; une très faible charge hydrostatique suffit alors pour faire circuler le liquide [117,119].

Le calcul des principaux échangeurs de l'installation est donné en annexe [117-123], les résultats de ces calculs sont reportés dans le tableau VIII.5 suivant :

TABLEAU VIII.5 : Caractéristiques des principaux échangeurs

Caractéristiques	CONDENSEUR	PRECHAUFFEUR	REBOUILLEUR	EVAPORATEUR
COTE CALANDRE				
Nature du fluide	eau	eau	eau	vapeur d'eau
Débit d'entrée du liquide (kg/hr)	8000	3471	230,52	110
Débit de sortie de la vapeur (kg/hr)			227,3	
Pression (bar)			1,033	1,95
Température d'entrée (°C)	20	88,76	36,33	120
Température de sortie (°C)	86,5	87,6	71,22	120
COTE TUBE				
Nature du fluide	vapeur de tête	eau	eau	eau + huile
Débit d'entrée du liquide (kg/hr)	983	2590	45	980
Pression (bar)			1,97	1,35
Température d'entrée (°C)	118	88,76	120	82
Température de sortie (°C)	25	70	120	107,5
CARACTERISTIQUES				
Diamètre interne des tubes (cm)	1,35	19,05	15,75	2,20
Diamètre externe des tubes (cm)	1,90	24,40	19,05	2,54
RESULTATS DES CALCULS				
Nombre de tubes	172	292	5	12
Diamètre de la calandre (cm)	54	63,5	25,4	20,32
Surface d'échange (m ²)	20,7	55,56	0,713	4,52

VIII.8 - LA TOUR DE REFROIDISSEMENT (T-1)

VIII.8.1 - Notions théoriques

Le refroidissement de l'installation doit être assuré en permanence si l'on veut conserver sa qualité et son rendement. Dans un grand nombre de cas, le refroidissement se fait naturellement par échange avec le milieu environnant.

Dans ces tours, le refroidissement se fait au moyen de l'air atmosphérique que l'on fait circuler à contre courant avec l'eau à refroidir. L'air au contact de l'eau, s'échauffe et passe de l'humidité ambiante à une humidité proche de la saturation en évaporant une partie de l'eau à refroidir [109]. Ces tours permettent de produire une eau dont la température peut approcher de près de 2°C celle de l'air pénétrant celle-ci [103].

Les tours atmosphériques sont les plus utilisées, compte tenu de leurs prix relativement bas. L'eau est distribuée en haut de colonne au moyen de buses, puis s'écoule sur les rampes, ce qui permet de créer un contact avec l'air circulant à l'intérieur de la tour. La largeur de ces tours est généralement de 12 feet (3.65 m), la hauteur varie de 30 à 60 feet (9 à 18m). Le coût bas de ces tours est dû au fait qu'elles ne nécessitent pas l'utilisation de ventilateurs; mais, seulement le pompage de l'eau jusqu'au sommet [124].

Le dimensionnement de la tour est donné en annexe et les résultats des calculs sont les suivants : débit massique de l'air $W_{air} = 3,57.10^{+5}$ kg/hr et la longueur de la tour $L = 6,1$ m

VIII.9-ESTIMATION DU COUT DE L'UNITE D'EXTRACTION

L'estimation correcte du coût des investissements est nécessaire si l'on veut disposer de tous les éléments conduisant à des choix pertinents dans le développement du projet.

VIII.9.1 - Eléments de chiffrage pour une estimation

L'estimation repose sur le découpage en postes de dépenses distincts (voir tableau VIII.3). Une des méthodes d'estimation préliminaire est celle des coefficients ; cette méthode repose sur le chiffrage préalable du matériel principal pour lequel le coût est obtenu à partir de bases de données. Par la suite, on multiplie le coût du matériel principal par des coefficients qui sont fonction du type d'équipement (ou du type de procédé envisagé) et aussi du matériau, de la capacité,... [125-126].

TABLEAU VI.6 : Les charges d'investissements

CHARGES	COUT (\$)
EQUIPEMENTS	1362000
MAIN D'ŒUVRE	562500
FRAIS GENERAUX ET INDIRECTS	365000
TRANSPORT, ASSURANCES ET TAXES	190500
FRAIS DE SIEGE	300000
COUT TOTAL	2.780.000,00

Dans cette partie de l'étude, nous avons dimensionné les différents équipements de l'installation que nous avons conçue. A partir des dimensions, des poids et d'autres caractéristiques le coût de réalisation d'un tel projet a pu être estimé.

CONCLUSION GENERALE

Afin de contribuer à une éventuelle valorisation de nos espèces végétales, nous avons mené l'étude de l'extraction des graines de coriandre et de nigelle d'Algérie. La qualité des extraits obtenus a été évaluée par la détermination de la composition de leurs fractions volatiles et ce, moyennant des techniques chromatographiques [127-128].

L'analyse des huiles essentielles obtenues par hydrodistillation et par entraînement à la vapeur d'eau a montré des compositions chimiques identiques et conformes à celles données dans la littérature.

Cependant, l'étude analytique d'une part, des fractions volatiles des extraits des graines de coriandre obtenus par épuisement total des graines dans le pentane, le tétrahydrofur et le méthanol et d'autre part, des huiles essentielles issues de l'hydrodistillation de la matière végétale, préalablement épuisée dans ces solvants, nous a conduit à conclure que le linalol serait lié à une matrice non solubilisable dans le pentane et le tétrahydrofur.

Les résultats obtenus, lors de l'étude relative à l'extraction des graines de coriandre par différents procédés à l'échelle du laboratoire, ont montré que:

- Le broyage, préalable de la matière végétale, permet de réduire de manière considérable la durée d'extraction, minimisant ainsi le coût de l'opération d'hydrodistillation.
- Pour l'entraînement à la vapeur d'eau, nous avons étudié, au moyen de la technique de planification factorielle des expériences, l'évolution des effets individuels et de l'effet conjugué de la masse de matière végétale et du débit de vapeur d'eau sur le rendement et la vitesse d'entraînement de l'huile essentielle. Cette étude nous a permis de conclure qu'une manière d'optimiser le coût et le rendement de ce procédé d'extraction, serait d'opérer en progression de débit de vapeur d'eau.
- Concernant l'extraction par solvants volatils des graines de coriandre, nous avons étudié l'influence de la nature du solvant, du broyage de la matière végétale et de la durée d'extraction sur le rendement en extraits.

De cette étude, il en ressort que le broyage, améliore considérablement le rendement en essences, pour les trois solvants usités et que, dans le cas des graines non broyées, la durée de traitement devrait être relativement longue pour espérer un épuisement total du substrat végétal.

Enfin, les résultats obtenus nous permettent d'envisager une autre façon de valoriser les graines de coriandre à savoir, l'épuisement de la matière végétale dans un hydrocarbure afin d'extraire les composés lipidiques, suivi d'une hydrodistillation ou d'un entraînement à la vapeur d'eau du résidu végétal pour en récupérer, dans une seconde étape, les composés volatils odorants.

Par ailleurs, l'étude cinétique de l'entraînement à la vapeur d'eau des graines de coriandre à l'échelle semi-pilote a permis de confirmer les résultats obtenus à l'échelle du laboratoire et a montré que la durée optimale de macération des graines dans l'eau préalablement à leur traitement est d'une demi-heure.

Concernant l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau des graines de nigelle à l'échelle semi-pilote, nous avons suivi à l'aide de la planification factorielle des expériences, l'évolution des effets individuels et conjugués sur le rendement en huile essentielle et la vitesse d'extraction de trois paramètres expérimentaux, à savoir : la masse de la matière végétale, sa répartition, et le débit du distillat. Cette étude nous a permis de conclure que l'effet prédominant est l'influence conjuguée du débit du distillat et de la répartition des graines. Ainsi, l'utilisation d'un fort débit sur une faible masse de matière végétale répartie sur deux plateaux avait un effet considérable sur le rendement en huile essentielle et sur la vitesse d'extraction. Notons que l'effet conjugué de ces deux paramètres (débit, répartition) sur la vitesse d'extraction est positif et décroissant tout au long de l'opération. De plus, l'effet individuel du débit sur la vitesse d'extraction est négatif pratiquement pendant les cinq heures d'extraction. Sur la base de ces résultats, nous pouvons préconiser une manière optimale d'opérer: il s'agit d'utiliser un débit décroissant, étant donné qu'au-delà de la deuxième heure d'extraction, ces effets tendent vers zéro. Ceci nous permettrait d'économiser la quantité de vapeur d'eau utilisée. De cette étude, il ressort que le broyage, opération généralement favorable à l'extraction, a donné, dans notre cas, des rendements nettement plus faibles que ceux obtenus pour les graines entières. Ceci peut être attribué au fait qu'une faible granulométrie donne lieu à un problème de colmatage et empêche la bonne circulation de la vapeur d'eau.

Les travaux que nous avons menés ont montré l'existence d'une libération du soluté accompagnant l'entraînement à la vapeur d'eau ou l'hydrodistillation des graines de coriandre et de nigelle. Pour cette raison, nous avons proposé deux modèles de transfert de matière, le premier tenant compte de l'aspect diffusionnel et cinétique du processus, alors que le second est basé uniquement sur les phénomènes de diffusion .

Les équations de transfert de matière ont été résolues par des méthodes numériques moyennant l'outil informatique sur la base d'algorithmes que nous avons développés.

Les résultats obtenus, lors de la simulation des processus d'entraînement à la vapeur d'eau et d'hydrodistillation, ont montré que le modèle cinétique permet une meilleure représentation des cinétiques d'extraction élaborées expérimentalement que le modèle basé sur les phénomènes purement diffusionnels. Notons que ce comportement vient conforter l'hypothèse émise et faisant état d'une libération du soluté accompagnant l'entraînement à la vapeur d'eau et l'hydrodistillation des graines de coriandre et de nigelle.

Pour l'extrapolation des résultats du laboratoire à une échelle de production ou industrielle, la simulation est le moyen le plus indiqué pour effectuer les bilans de matière et d'énergie nécessaires à tout dimensionnement d'équipement. Dans ce contexte, nous avons simulé par le biais du logiciel ASPEN PLUS un procédé que nous avons conçu. Ceci nous a permis d'opter pour les équipements et les conditions opératoires (débits de fluides caloporteurs, débits de solvant, ...) les plus adéquats. De plus, cette simulation nous a permis d'optimiser les frais de fonctionnement de l'unité en minimisant les pertes de matière et d'énergie.

En outre, les résultats de la simulation ont été pris comme données de base pour le dimensionnement des équipements de notre installation. C'est ainsi que nous avons déterminé la géométrie et les dimensions des équipements principaux de l'installation, tout en nous référant aux normes établies.

Enfin, les résultats obtenus, nous ont permis d'évaluer le coût global de la réalisation d'un tel projet qui s'élève aux environs de 2.78 millions de dollars. Notons qu'une bonne partie des équipements peut être réalisée localement.

Notre procédé, axé sur la récupération de l'huile essentielle des graines de coriandre par entraînement à la vapeur d'eau, peut être utilisé pour toute autre espèce végétale. Ainsi, la réalisation de ce projet permettrait d'économiser des importations d'huiles essentielles.

Notre travail, relatif au développement des procédés d'extraction et axé sur l'étude des processus régissant le transfert de matière lors de l'hydrodistillation et de l'entraînement à la vapeur

d'eau a mis en relief les problèmes auxquels est confrontée la mise en oeuvre de ces procédés. Loin d'avoir apporté les solutions à tous ces problèmes, cette étude a levé néanmoins le voile sur certains d'entre eux.

Ce travail mériterait d'être poursuivi , afin de réunir tous les paramètres nécessaires à la faisabilité du projet et d'analyser sa rentabilité, ce qui pourrait faire l'objet de travaux futurs..

BIBLIOGRAPHIE

- 1 - E.GERMAIN**
Nouveau dictionnaire de botanique.
Ed. J.B.Baillière & Fils. 1870.
- 2 - H.RICHARD**
Epices et aromates.
Ed. Lavoisier. 1992.
- 3 - P.FOURNIER**
Plantes médicinales et vénéneuses de France.
Tome I, Ed. Paul Lechevalier, 1947, pp 9-12.
- 4 - S.GARLAND**
Le livre des herbes et des épices.
Ed. Fernand Nathan. 1979, pp 48-49.
- 5 - E.PERROT**
La culture des plantes médicinales
Ed. J.B.Baillière & Fils. 1947, pp 158-159.
- 6 - R.R.PARIS & H.MOYSE**
Précis de matière médicale.
Tome II, Ed. Masson. 1981, pp 479-480.
- 7 - R.WAVERLYE**
Herbes et épices.
Ed. Berger-Levrault. 1982, p 51.
- 8 - L.BEZANGER-BEAUQUESNE, M.PINKAS, M.TORCK, F.TROTIN**
Plantes médicinales des régions tempérées
Ed. Maloine s.a. 1980, p 232.
- 9 - H.CHAUMETON**
Les plantes aromatiques. Comment les reconnaître.
Ed. Solar. 1981, pp 35-36.
- 10 - L.TRABUT**
Précis de botanique médicale.
Ed. Masson & C^{ie}. 1898, p 165.
- 11 - C.COLIN**
Dictionnaire des herbes et des épices.
Ed. Denoël, 1963, pp 34-36.
- 12 - P.QUEZEL & S.SANTA**
Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales.
Tome II, Ed. C.N.R.S. 1963, p 658.
- 13 - G.PLANCHON & E.COLLIN**
Les drogues simples d'origine végétale
Tome II, Ed. Octave Dion, 1896, pp 256-258.
- 14 - M.FOURMENT**
Plantes médicinales et aromatiques d'Algérie.
Direction de l'économie algérienne, Inspection générale de l'agriculture, p39.
- 15 - P.GRISVARD & V.CHAUDIN**
Le bon jardinier; encyclopédie horticole, Tome II,
La maison rustique, Paris 1964, p 1377.

- 16 - R.MAIRE**
Flore de l'Afrique du nord. Volume 11.
Ed Paul Le Chevalier. Paris 1964. pp 35-42.
- 17 - Y.MAHMOUDI**
Les plantes médicinales dans le jardin prophétique.
Palais du livre. Alger 1990. pp 159-165.
- 18 - P.GRUND**
Plantes aromatiques culinaires.
Paris 1981. pp 138-139.
- 19 - P.QUEZEL**
Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales.
Tome I. Ed. C.N.R.S. 1962. p 37.
- 20 - J.CLEMENT**
La santé par les plantes.
Ed. Baudouin. 1979.
- 21 - G.MILLANVOYE**
Mini encyclopédie des médecines naturelles.
Ed. Marabout. 1986.
- 22 - P.PHILLIPS**
Les plantes aromatiques et médicinales.
Ed. Bordas. 1987. pp 38-39.
- 23 - P.DELAVEAU**
Les épices. description et usage des différentes épices. aromates et condiments.
Ed Albin Michel. 1987. pp 14. 24 et 250
- 24 - A-U.RAHMAN, S.MALIK, J.CLARDY**
Isolation and structure determination of nigellidine
Tetrahedron. Pergamon press. Oxford 1985. Vol 26 (23). pp 2759-2762.
- 25 - P.GRUND**
Plantes médicinales. Paris 1984. p 205.
- 26 - D.DORVAULT**
L'office préparatoire général de pharmacie pratique.
18^{ème} Edition. Vigot frères. Paris 1948. pp 1206-1207.
- 27 - E.PERROTE**
Matières premières usuelles du règne végétal
Tome I. Ed Masson & Cie. Paris 1964. p 822.
- 28 - H.MAHRAN, T.S.EL-ALFY, A.HIFNY SABER**
The analysis of the volatile oil of *Coriandrum sativum* L. cultivated in Egypt.
Bull. Fac. Pharma., Cairo Univ., 6, 1967, pp 157-169.
- 29 - E.SCHARTZ, S.M.J.S.QADRY**
Planta. Med., 14, 310, 1966.
- 30 - E.REISCH, E.SCHARTZ, S.M.J.S.QADRY**
Planta. Med., 14, 326, 1966.
- 31 - E.SCHARTZ, S.M.J.S.QADRY**
Planta. Med., 14, 436, 1966.

- 32 - **J.KARLSEN, B.CHINGOVA, R.ZWETKOV, A.BAERHEIN SVENDSEN**
Studies of the essential oil of the fruits of *Coriandrum sativum* L. by means gas liquid chromatography.
Pharm. Weekblad, 106, 1971, pp 293-300.
- 33 - **G.K.GUPTA, K.L.DHAR, C.K.ATL**
Chemical constituents of *Coriandrum sativum* L. seeds.
Indian perfumer, Vol. XXI, N°2, 1977, pp 86-90.
- 34 - **G.JUKNEVICIENE, S.D.DAGYTE, N.STANKEVICIENE**
Biological properties and essential oils of some spice plants grown at the Kaunas botanical garden. Plants, the seeds of which are used as raw spice materials.
Liet. TSR Mokslu Akad. Darb., Ser. C(3), 1977, pp 9-16.
- 35 - **L.M.SITNOVA, V.E.SIBIRTSEVA, T.LKARPOVA**
Linalool oxid in coriander oil.
Maslo-Zhir. Prom-st. 12, 1978, pp 24-25.
- 36 - **D.DE RIJKE, R.TER HEIDE, H.BOELENS**
New compounds with small rings in essential oils.
Paper N°179, 8th International Congress of Essential oils, Cannes, 1980.
- 37 - **K.FORMACEK & K.H.KUBECZKA**
Essential oils analysis by capillary chromatography and Carbon-13 NMR spectroscopy.
Ed. J.Wiley & Sons, New York, 1982.
- 38 - **T.HIRVI, L.SALOVAARA, H.OKSANEN, E.HONKANEN**
Volatiles constituents of coriander fruit cultivated at different localities and isolated by different methods.
Progress in essential oil research.
Ed. E.J.Brunke, Berlin, 1986, pp 111-116.
- 39 - **S.HALVA, S.HIRVI, S.MAKINEN, E.HONKANEN**
Yield and glucosinolate of Mustard seeds and volatiles oils of Caraway seeds and Coriander fruit. Yield and volatile oils of Coriander fruit.
J. Agric. Sci., 58, Finland, 1986, pp 169-172.
- 40 - **D.LAMPARSKY & I.KLIMES**
Heterocyclic trace components in the essential oil of coriander.
Perfumer and Flavorist, Vol.13, Oct.-Nov., 1988.
- 41 - **A.DOGAN, A.BAYRAK, A.AKGÜL**
Studies on essential oil of the coriander seeds grown in Turkey.
Ankara Univ. Ziraat Fakült. Yilligi, 1986, pp 213-220.
- 42 - **R.TER HEIDE, P.J.DE VALOIS, D.DE RIJKE, A.A.BEDNARCZYK**
Acids and phenols in seven spice essential oils
Papier présenté au meeting ACS, New York, Avril 1986, pp 13-18.
- 43 - **E.M.GAYDOU & R.P.RANDRIAMIHAROSOA**
Gas chromatographic diastereomer separation of linalool derivatives. Application to the determination of the enantiometric purity of linalool in essential oils.
J. Chromatog., 396, 1987, pp 378-381.
- 44 - **B.M.LAWRENCE**
Progress in essential oils
Perfumer and Flavorist, Vol.13, Juin.-Juil. 1988, pp 49-50.
- 45 - **A.A. RUDMANN & J.R. ALDRICH**
Chirality determinations for a tertiary alcohol. Ratios of linalool enantiomers in insects and plants.
J. Chromatog., 407, 1987, pp 324-329.

- 46 - B.M LAWRENCE**
Progress in essential oils
Perfumer & flavorist, Vol.16, janv.-fevr., 1991, pp 49-51.
- 47 - F.PERINEAU, L.GANOU, J.M.BESSIERE**
Hydrodistillation du fruit de coriandre (*Coriandrum sativum* L.)
Parfums, cosmétiques, arômes, N°98, Avril-Mai 1991, pp 79-84.
- 48 - R.B.N.PRASAD, Y.NAGENDER RAO, S.VENKOB RAO**
Phospholipids of Palash, Papaya, Jangli Babamn, Coriander and Carrot seeds.
JAOCS, Vol 64, N°10, Octobre 1987, pp 1424-1427.
- 49 - T.L.POTTER & I.S.FAGERSON**
Composition of coriander leaf volatiles. American Chemical Society.
Journal of Agricultural Food Chemistry, 38, 1990, pp 2054-2056.
- 50 - O.CESKA, S.K.CHAUDHARY, A.SMITH, G.A.POUTTON**
Coriandrin, a novel highly photoactive compound isolated from *Coriandrum sativum*.
Phytochemistry, Vol. 27, N°7, 1988, pp 2083-2087.
- 51 - K.BABA, Y.K.XIAO, M.KOZAWA**
Isocoumarins from *Coriandrum sativum*
Phytochemistry, Vol.30, N°12, 1991, pp 4143-4146.
- 52 - G.USTUNG, L.KENT, N.CEKIN & H.CIELEKOGLU**
Investigation of technological properties of *Nigella sativa* L. seed oil.
Journal of the american oil - Chemists Society, USA 1990, Vol 67 (12), pp 958-960.
- 53 - P.MENOUNOS, K.STAPHYLASKI & D.GEGIOU**
The sterols of *Nigella sativa* L. seed oil.
Phytochemistry Vol. 25, N°3, 1986, pp 761-763.
- 54 - A-U.RAHMAN, S.MALIK & K.ZAMAN**
Isolation and structure determination of nigellimine
Journal of natural products, USA1992, Vol 55 (5), pp 676-678.
- 55 - A.ANSARI & Coll.**
Structural studies on a saponin isolated from *Nigella sativa* L.
Phytochemistry, Vol. 27, N°12, 1988, pp 3977-3979.
- 56 - P.S.RATHEE, S-H.MISHRA & R.KAUSHAL**
Antimicrobial activity of essential oil, fixed oil and unsaponifiable matter of *Nigella sativa* L.
Indian journal of pharmaceutical sciences, Jan-Feb 1982, pp 8-10.
- 57 - A.MOKKEDEM**
Détermination de dates et doses optimales de semis de nigelle en sec et en zone Mitidja.
INRA, Alger, travaux en cours.
- 58 - H.PARIS, M.HURABIELLE**
Abrégé de matière médicale. Pharmacognosie
Tome I, Ed. Masson, 1981.
- 59 - G.VERNIN, M.PETITJEAN**
Capillary gas chromatography in essential oils analysis,
Ed. Sandra Bicchi, Huthig Verlag, Heidelberg, 1987, p 287.
- 60 - N.DIMOV**
Analyse organique
Ed. Tecknika, Sofia, 1980, p 80.

- 61 - Y.R.NAVES**
Parfums, cosmétiques, savons.
Ed. Masson Paris, 1966, pp 200-202.
- 62 - P.J.TEISSIERE**
Chimie des substances odorantes.
Ed. Techniques et documentation, Lavoisier, Paris, 1991.
- 63 - T.BERNARD, F.PERINEAU, R.BRAVO, A.GASET**
Extraction des huiles essentielles.
Information chimie N°298. Oct. 1988. pp 179-184.
- 64 - N.BEDDEK**
Extraction de l'essence des graines de *Coriandrum sativum* L. par différents procédés.
Thèse de Magister, ENP Alger, Janvier 1995.
- 65 - L-S.TOUMI & N.ZOUAGHI**
Extraction de l'huile essentielle des graines de *Nigella sativa* L. par entraînement à la vapeur d'eau. Contribution à son étude analytique.
Projet de fin d'études, ENP Alger, Juillet 1995.
- 66 - E.BOCCHIO**
Hydrodistillation des huiles essentielles.
Parfums, cosmétiques, arômes: N°63. Juin-Juil 1985.
- 67 - Pharmacopée Française**
Tome I, Vol. 4,5,8.
Ed. Maison Neuve, Paris, 1985.
- 68 - R.GELU**
Industrie alimentaire et agricole, Sept.1989
- 69 - E.GUEORGUIEV**
Produits aromatiques naturels et synthétiques.
Ed. de l'institut de technologie alimentaire, Plovdiv, 1980.
- 70 - N.BEDDEK, E.H.BENYOUSSEF, R.BELABBES, J.M.BESSIERE**
Influence de la durée d'hydrodistillation, sur le rendement et la composition de l'huile essentielle des graines de coriandre d'Algérie.
E.P.P.O.S. Rivista Italiana. Numéro spécial, Janvier 1995. pp 262-266
- 71 - E.ROUDNITSKA**
Le parfum. Que sais-je, 1987.
- 72 - P.TRAMBOUSE & J.P.WAUQUIER**
Le développement des procédés de raffinage et pétrochimie.
Ed. Technip Paris, 1975.
- 73 - P.DEGEA, M.GIRAULT**
Analyse de la variance et plans d'expériences.
Ed. Wiley interscience, 1972.
- 74 - G.O.KATCHENKO**
Tendances actuelles de la production des produits aromatiques naturels.
Ed. Institut supérieur de la technologie alimentaire, Plovdiv, 1980 pp 103-115.
- 75 - H.MAMOUNI**
Application de différents procédés d'extraction aux graines de coriandre.
Projet de fin d'études ENP, Alger, Juillet 1994.

- 76 - E.GUEORGUIEV**
Technologie de l'industrie des huiles essentielles.
Ed. de l'institut supérieur de technologie alimentaire. Plovdiv, 1980.
- 77 - S.CHARCHARI**
Contribution à la connaissance de l'huile essentielle de deux espèces d'artémisia. Aspects technologiques de l'extraction de cette huile et de leur concrète.
Thèse de Doctorat d'Etat, ENP Alger, Juin 1994.
- 78 - V.VIGNON**
Papier de la IVème conférence nationale N.T.S.C.P
Pharmachim, Varna, 1982 pp 196-216
- 79 - N.BEDDEK, E.H.BENYOUSSEF, R.BELABBES, J.M.BESSIERE**
Application de différents procédés d'extraction aux graines de coriandre d'Algérie.
E.P.P.O.S. Rivista Italiana, Numéro spécial, Février 1994, pp748-752
- 80 - R.FRANCOIS**
Chimie Industrielle et Génie Chimique, 96, 6, 1966, pp 1685-1690.
- 81 - O.M.ANGELIDIS**
Revue des oléagineux, N°8,9, Aout-Sept 1968.
- 82 - B.ROUSSI**
Extraction de l'huile essentielle de *Coriandrum sativum* L. à l'échelle semi-pilote.
Projet de fin d'études ENP, Alger, Juillet 1995.
- 83 - N.BEDDEK**
Conception et réalisation d'une génératrice de vapeur pour l'extraction des huiles essentielles.
Projet de fin d'études ENP, Alger, Juin 1990.
- 84 - A.MOKKEDEM**
Situation actuelle des plantes condimentaires et aromatiques.
Annales INA Alger, Vol 12 (1), Tome II, 1988, pp 586-599.
- 85 - S.HASNI**
Modélisation des processus de transfert de matière solide fluide. Simulation et dimensionnement d'une unité industrielle d'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles.
Projet de fin d'études ENP, Alger, Juillet 1997.
- 86 - J.LEYBROS & P.PREMAUX**
Extraction solide liquide. Techniques de l'ingénieur, J 2780, 1990, pp 4-20.
- 87 - J.CRANK**
The mathematics of diffusion, Ed Oxford 1956, pp 84-85 130-132.
- 88 - J-M.CLOUSON & J-F.RICHARDSON**
Chemical engineering, Tome II,
Ed. Mc Graw Hill, 1989, pp 376-377.
- 89 - C.J.KING**
Separation processes.
Ed. Mc Graw Hill (2^{ème} Edition), 1980, pp 536-537.
- 90 - D.DEFIVES**
Efficacité des opérations de génie-chimique. Ed. Willey International, New York 1960.
- 91 - P.TRAMBOUZE, J-P.WAUQUIER & H.VAN LANDEGHEM**
Les réacteurs chimiques, conception, calcul, mise en œuvre.
Ed. Technip 1984, pp 458-459.

- 92 - A.ALLOUACHE & H.SAYAH**
Simulation de l'extraction solide-liquide.
Projet de fin d'études ENP, Alger. Juillet 1995.
- 93 - S.AMER-OUALI & T-MANSOURI**
Simulation d'un procédé d'extraction solide-liquide en lit fixe.
Projet de fin d'études ENP, Alger. Juillet 1996.
- 94 - A.LALOU, P.GUIRAUD & O.GOURDON**
Extraction d'hémicelluloses des coques de tournesol en colonne pulsée. mise au point et modélisation d'un procédé pour un matériau végétal complexe
1^{ère} conférence maghrébine de génie des procédés. Marrakech Maroc. 4 - 6 Mai 1994. pp 605-608.
- 95 - M-E.DAVIS**
Numerical methods for engineering applications.
Ed. John Wiley & sons. New York 1981. pp 74-76.
- 96 - J-L.JAUDIN**
Analyse : Algorithmes et programmes en Pascal
Ed. Dunod. 1989. pp 268-275.
- 97 - M.BOUMAH RAT & A.GOURDIN**
Méthodes numériques appliquées.
Ed. OPU Alger. 1993. pp 309-362.
- 98 - W-H.PRESS & Coll.**
Numerical recipes in Fortran.
2^{ème} Ed. Cambridge university press. 1992. pp 670-680.
- 99 - ASPEN Technology, Inc.**
User guide. ASPEN Technology Inc., Cambridge. 1995.
- 100- ASPEN Technology, Inc.**
Reference manual. Vol 2. Physical property and models.
ASPEN Technology Inc., Cambridge. 1995.
- 101- R-C.REID, J-M.PRAUSNITZ & B-E.POLING**
The properties of gases and liquids.
Ed. Mc Graw Hill (4^{ème}). New York 1987. pp 427-638.
- 102- H.PERRY & H.CHILTON**
Chemical engineering.
6^{ème} Ed. Mc Graw Hill, Chapitre 10. pp 46-47.
- 103- E.LUDWIG**
Design for chemical and petrochemical plants. Tome II.
Ed. Gulf (2^{ème}), Houston 1993, p 159-176.
- 104- P.TRAMBOUZE**
Réacteurs chimiques
Techniques de l'ingénieur. J4020. 1993. p25.
- 105- TROUVAY & CAUVIN Ets**
Petroleum material manual
Ed. Socodium La loupe (France), 1989. pp 100-114.
- 106- W-L.NELSON**
Petroleum Refinery Engineering
4^{ème} Ed. Mac Graw Hill, 1978. pp 271-274.

107-G-R.MARTIN

Pumps and NPSH, avoid problems and improve reliability, hydrocarbon processing
N°5, Mai 1996, vol.75, p63

108- J-F.LAPRAY

Pompes centrifuges : Cavitation
Techniques de l'ingénieur.

109 – GAS PROCESSORS SUPPLIES ASSOCIATION

Engineering data book,
2^{ème} Ed, 1994, section 12, pp3-5

110 – P.WUTHIER

Raffinage et génie chimique, tome II
Ed Technip, 1984, pp 999-1439

111 – GOULDS PUMPS, INC.

Goulds pumps manual : Performance curves
6^{ème} Ed, New York, 1995, section 1A, p 23

112 – P.BENET

Chaudières électriques, Techniques de l'ingénieur
B 129, 1984, pp 2-4

113 – J.PARISOT

Les chaudières, Techniques de l'ingénieur
B 1460, 1993, pp 5-8.

114 – M.MONNERY & W-K.SVRCEK

Successfully specify three phases separators
Chemical Engineering Progress, Septembre 1994, pp 29-30

115 – ENGINEERING STANDARDS

Process design : Liquid-liquid separators
Vol.2, Section 68, Document interne B.R.C.

116 – P.COPIGNAUX

Distillation et Absorption, Techniques de l'ingénieur
J 2626, 1993, pp 3-4

117 – R.MUKHERJEE

Description des échangeurs de chaleur, Techniques de l'ingénieur
B 2341, 1995, pp 1-5

118 – E.LUDWIG

Design for chemical and petrochemical plants, tome II
Ed. Gulf, Houston, Janvier 1993, pp 100-145

119 – R.LELEU

Evaporation, Techniques de l'ingénieur
J 2320, 1995, pp 8-10.

120 - ENGINEERING STANDARDS

Process design : Intube condensation heat transfer,
Vol.3, Section 42, Document interne B.R.C.

121 - ENGINEERING STANDARDS

Process design : Kettle reboilers,
Vol.2, Section 43, Document interne B.R.C.

- 122 – A.GRANG**
Cours d'échange thermique. I.F.P.
Ed. Technip, Mars 1983.
- 123 – K.RAZNJEVIC**
Handbook of thermodynamics : Tables and charts
Ed. Mc Graw Hill, New York, 1976, pp 100-125.
- 124 - ENGINEERING STANDARDS**
Process design : Water cooling devices.
Vol.2. Section 44. Document interne B.R.C.
- 125 – RICHARDSON ENGINEERING SERVICES, INC.**
Richardson's International Construction Factors 1995.
- 126 – J-S.PAGE**
Conceptionnal cost estimating manual.
Ed. Gulf 1984.
- 127- E-H.BENYOUSSEF, N.ZOUAGHI, R.BELABBES, J-M.BESSIERE**
Etude botanique des graines de nigelle d'Algérie et analyse de leur huile essentielle.
E.P.P.O.S. Rivista Italiana. A paraître en Décembre 1999.
- 128 - E-H.BENYOUSSEF, N.BEDDEK, R.BELABBES, J-M.BESSIERE**
Etude analytique des extraits des graines de coriandre d'Algérie.
E.P.P.O.S. Rivista Italiana. A paraître en Décembre 1999.

ANNEXE 1 : SIMULATION SUR ASPEN PLUS(INPUT)

SIMULATE INTERACTIVE= YES

TITLE 'PROJET'

IN-UNITS TEMP='K' MASS-FLOW='KG/HR' ENTHALPY-FLOW='KCAL/HR'

OUT-UNITS MET MASS-ENTHALPY='KCAL/KG' ENTHALPY-FLOW='KCAL/HR'

DATABANKS DIPPRPCD / ASPENPCD

PROP-SOURCES DIPPRPCD / ASPENPCD

:DATABANKS DIPPRPCD / ASPENPCD

:PROP-SOURCES DIPPRPCD / ASPENPCD

COMPONENTS LINALOL / DODECANE C12H26 / HUMULENE C15H24 /
OCTANAL C8H16O-E1 / ACIDE-M C14H28O2 / CAMPHRE C10H16O /
H2O H2O / ACETATE-G C12H18O2 / PENTANE C5H12-1 / GRAIN

STRUCTURES

STRUCTURES LINALOL C1 C3 S / C2 C3 S / C3 C4 D / C4 C5 S /
C5 C6 S / C6 C7 S / O11 C7 S / C7 C8 S /
C8 C9 S / C9 C10 D

PROPERTIES SYSOP3 SOLU-WATER=2 FREE-WATER=SYSOP12

ESTIMATE

PL LINALOL RIEDEL

NC-COMPS GRAIN GENANAL

NC-PROPS GRAIN ENTHALPY ENTHGEN DENSITY DNSTYGEN

PROP-DATA

PROP-LIST HCGEN DENGEN

PVAL GRAIN 1000 0 0 0 / 0.474 0 0 0

PROP-DATA

PROP-LIST MW GRAV

PVAL LINALOL 154.24 / 0.868

PROP-REPLACE

MODEL ESSTEAM0

FLWSHEET TRAITER1

BLOCK C9 IN = EAU1 OUT = EAU1V
BLOCK DIV1 IN = E1 OUT = E174V E12
BLOCK FLASHIE1 IN = EAU1V OUT = EAU3 EAU4 Q6
BLOCK HEATER1 IN = EC2 OUT = V1P Q3
BLOCK POMPE1 IN = EAU OUT = E1
BLOCK EC-4 IN = E173C E12 OUT = E174C EC2
BLOCK M2 IN = EAU3 E17 OUT = EAU3B
BLOCK COND6 IN = EAU3B EF1 OUT = EAF EF3
BLOCK M8 IN = V1L EAF OUT = E173C

FLWSHEET TRAITER

BLOCK C6 IN = E174V OUT = E174
BLOCK C8 IN = V1P OUT = V1SP
BLOCK DIV2 IN = V1SP OUT = V2 V2P
BLOCK SEPA1 IN = E174 S1 OUT = EAU1A S2
BLOCK VANN1 IN = EAU1A OUT = EAU1
BLOCK SEPA2 IN = V2 V2P S2 OUT = V5 V1PP S4

FLWSHEET TRAITER2

BLOCK C1 IN = V5 OUT = V55
BLOCK C2 IN = V1PP OUT = V1S
BLOCK PIPE IN = V1S OUT = V2S
BLOCK DIV9 IN = V2S OUT = V1PS V2PS V3PS
BLOCK E7 IN = V1PS OUT = V1PL Q7
BLOCK E8 IN = V2PS OUT = V2PL Q8
BLOCK E9 IN = V3PS OUT = V3PL Q9
BLOCK M10 IN = V1PL V2PL V3PL OUT = V1L
BLOCK COND1 IN = V55 E23 OUT = V6 E3
BLOCK POMPE3 IN = ET1 OUT = ET

BLOCK E7 HEATER
PARAM TEMP=393.15

BLOCK E8 HEATER
PARAM TEMP=393.15

BLOCK E9 HEATER
PARAM TEMP=393.15

BLOCK M10 MIXER
BLOCK-OPTIONS FREE-WATER=YES

BLOCK DIV2 FSPLIT
MASS-FLOW V2 980

BLOCK DIV6 FSPLIT
MASS-FLOW EF1 40000

BLOCK DIV7 FSPLIT
MASS-FLOW E23 8000

BLOCK DIV8 FSPLIT
MASS-FLOW E22B 1000

BLOCK DIV1 FSPLIT
PARAM NPHASE=1 PHASE=L
MASS-FLOW E174V 2000

BLOCK DIV9 FSPLIT
MASS-FLOW V1PS 1455 / V2PS 110 / V3PS 45

BLOCK PIPE HEATER
PARAM TEMP=392.65 PRES=1.95[BAR]

BLOCK SEPA2 SEP
MASS-FLOW STREAM=V5 SUBSTREAM=MIXED COMPS=H2O FLOWS=980
MASS-FLOW STREAM=V1PP SUBSTREAM=MIXED COMPS=H2O FLOWS=1610
FRAC STREAM=V5 COMPS=LINALOL DODECANE OCTANAL HUMULENE &
ACIDE-M ACETATE-G CAMPHRE &
FRACS= 0.806 0.806 0.806 0.806 0.806 0.806 0.806
FRAC STREAM=S4 SUBSTREAM=NCPSD COMPS=GRAIN FRACS=1
FLASH-SPECS V5 PRES=1.39[BAR] TEMP=391.15

FLASH-SPECS V1PP PRES=2[BAR] TEMP=395.15 NPHASE=1 PHASE=V

BLOCK-OPTIONS FREE-WATER=YES

BLOCK C1 CLCHNG

BLOCK C2 CLCHNG

BLOCK C6 CLCHNG

BLOCK C8 CLCHNG

BLOCK C9 CLCHNG

BLOCK COND1 HEATX
PARAM T-HOT=298.15
FEEDS HOT=V55 COLD=E23
PRODUCTS HOT=V6 COLD=E3
HOT-HCURVE
COLD-HCURVE
FLASH-SPECS V6 FREE-WATER=YES

BLOCK COND6 HEATX
PARAM T-HOT=303.15
FEEDS HOT = EAU3B COLD=EF1
PRODUCTS HOT = EAF COLD=EF3
HOT-HCURVE
COLD-HCURVE
FLASH-SPECS EAF FREE-WATER=YES

BLOCK EC-1 HEATX

PARAM T-COLD=355.15
FEEDS HOT=E3 COLD=V8
PRODUCTS HOT=E3B COLD=V99

BLOCK HEATER2 HEATER
PARAM TEMP=303.15 PRES=1[ATM]

BLOCK C HEATER
PARAM DUTY=23120

BLOCK M6 MIXER

BLOCK M2 MIXER

BLOCK DECANTER DECANTER

PARAM PRES=0 TEMP=298.1555 L2-COMPS=H2O
SEP-EFF LINALOL 1D-8 / H2O 1D-8

BLOCK FLASHE2 FLASH2

PARAM VFRAC=0.05

BLOCK FLASHE1 FLASH2

PARAM VFRAC=0.8

BLOCK CONDS HEATX

PARAM T-HOT=303.15
FEEDS HOT=H17 COLD=E22
PRODUCTS HOT=H18 COLD=E22D
HOT-HCURVE
COLD-HCURVE
FLASH-SPECS H18 FREE-WATER=YES

BLOCK EC-4 HEATX

PARAM T-HOT=343.15 PRES-COLD=-4D-3[BAR]
FEEDS HOT=E173C COLD=E12
PRODUCTS HOT=E174C COLD=EC2
HOT-HCURVE
COLD-HCURVE

BLOCK M3 MIXER

PARAM NPHASE=1 PHASE=L
BLOCK-OPTIONS FREE-WATER=YES

BLOCK M9 MIXER

BLOCK COLONNE RADFRAC

PARAM NSTAGE=5 ALGORITHM=SUM-RATES
FEEDS V143
PRODUCTS ETV 1 L / H1 5 L
P-SPEC 1 1[ATM] / 5 1[ATM]
SC-REFLUX TEMP=298.15
COL-SPECS MOLE-RDV=0 MASS-D=60 MOLE-RR=1.5
VARY 1 MASS-D 50 100 5
;VARY 2 MOLE-RR 1 10 1
;SPEC 1 MOLE-RECOV 0.999 STREAMS=H1 COMPS=LINALOL
SPEC 1 MOLE-RECOV 0.995 STREAMS=ETV COMPS=PENTANE
TRAY-REPORT TRAY-OPTION=ALL-TRAYS PROPERTIES=TRAYPROP SET8 SET9 &
SET10 SET11 SET12
PLOT 1 TEMP LRATE VRATE
REB-HCURVE

PROP-SET TRAYPROP SIGMAMX PHASE=L TEMP=* 326.5 423.15
PROP-SET SET8 RHOMX PHASE=L V UNITS='KG/CUM' TEMP=* 423.15
PROP-SET SET9 MUMX PHASE=L V TEMP=* 326.5 423.15
PROP-SET SET10 MASSFLMX PHASE=L V UNITS='LB/HR'
PROP-SET SET11 CPMX UNITS='KCAL/GM-K' PHASE=V L TEMP=* 423.15 303.71
PROP-SET SET12 KMX PHASE=V L TEMP=* 423.15

ANNEXE 2 : RESULTATS DE LA SIMULATION (OUTPUT)

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 62
PROJET
STREAM SECTION

E174 EAU1 EAU1A S1 S2

STREAM ID E174 EAU1 EAU1A S1 S2
FROM: C6 VANN1 SEPA1 — SEPA1
TO : SEPA1 C9 VANN1 SEPA1 SEPA2
CLASS: MIXNCPSD MIXNCPSD MIXNCPSD MIXNCPSD MIXNCPSD
TOTAL STREAM:
KG/HR 2000.0000 1500.0000 1500.0000 1003.3790 1503.3790
KCAL/HR -7.5791+06 -5.7015+06 -5.7015+06 -5.1516+06 -6.9773+06
SUBSTREAM: MIXED
PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID MIXED
COMPONENTS: KMOL/HR
LINALOL 0.0 0.0 0.0 2.0194-02 2.0194-02
DODECANE 0.0 0.0 0.0 1.2061-04 1.2061-04
HUMULENE 0.0 0.0 0.0 1.4986-04 1.4986-04
OCTANAL 0.0 0.0 0.0 9.2540-04 9.2540-04
ACIDE-M 0.0 0.0 0.0 4.1425-04 4.1425-04
CAMPHRE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
H2O 111.0168 83.2626 83.2626 0.0 27.7542
ACETATE- 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
PENTANE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
TOTAL FLOW:
KMOL/HR 111.0168 83.2626 83.2626 2.1804-02 27.7760
KG/HR 2000.0000 1500.0000 1500.0000 3.3790 503.3790
L/MIN 45.3069 33.7111 33.7114 7.7635-02 17.1242
STATE VARIABLES:
TEMP K 333.1501 323.1500 323.1500 293.1500 293.0916
PRES ATM 0.9869 1.4803 1.0000 1.0002 0.9869
VFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 7.9994-04
LFRAC 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000 0.9992
SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
ENTHALPY:
CAL/MOL -6.8269+04 -6.8475+04 -6.8476+04 -6.8662+04 -6.9083+04
KCAL/KG -3789.4777 -3800.9595 -3800.9712 -443.0447 -3811.9433
KCAL/HR -7.5791+06 -5.7015+06 -5.7015+06 -1497.1030 -1.9189+06
ENTROPY:
CAL/MOL-K -38.5080 -39.1393 -39.1390 -239.8153 -41.2860
CAL/GM-K -2.1375 -2.1725 -2.1725 -1.5474 -2.2781
DENSITY:
MOL/CC 4.0839-02 4.1165-02 4.1164-02 4.6808-03 2.7034-02
GM/CC 0.7357 0.7415 0.7415 0.7254 0.4899
AVG MW 18.0152 18.0152 18.0152 154.9774 18.1227

SUBSTREAM: NCPSD STRUCTURE: NON CONVENTIONAL
COMPONENTS: KG/HR
GRAIN 0.0 0.0 0.0 1000.0000 1000.0000
TOTAL FLOW:
KG/HR 0.0 0.0 0.0 1000.0000 1000.0000
ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 63
PROJET
STREAM SECTION

E174 EAU1 EAU1A S1 S2 (CONTINUED)

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 64
PROJET
STREAM SECTION

S4 V1PP V1SP V2 V2P

STREAM ID S4 V1PP V1SP V2 V2P
FROM: SEPA2 SEPA2 C8 DIV2 DIV2
TO : — C2 DIV2 SEPA2 SEPA2
CLASS: MIXNCPSD MIXNCPSD MIXNCPSD MIXNCPSD MIXNCPSD
TOTAL STREAM:
KG/HR 1500.6555 1610.0000 2590.0000 980.0000 1610.0000
KCAL/HR -6.7833+06 -5.0944+06 -9.6347+06 -3.6456+06 -5.9891+06
SUBSTREAM: MIXED
PHASE: LIQUID VAPOR LIQUID LIQUID LIQUID

COMPONENTS: KMOL/HR

LINALOL	3.9175-03	0.0	0.0	0.0	0.0
DODECANE	2.3399-05	0.0	0.0	0.0	0.0
HUMULENE	2.9073-05	0.0	0.0	0.0	0.0
OCTANAL	1.7953-04	0.0	0.0	0.0	0.0
ACIDE-M	8.0365-05	0.0	0.0	0.0	0.0
CAMPHRE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H2O	27.7542	89.3685	143.7668	54.3982	89.3685
ACETATE-	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
PENTANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

TOTAL FLOW:

KMOL/HR	27.7584	89.3685	143.7668	54.3982	89.3685
KG/HR	500.6555	1610.0000	2590.0000	980.0000	1610.0000
L/MIN	8.3625	2.4117+04	62.0461	23.4769	38.5692

STATE VARIABLES:

TEMP K	293.2641	395.1500	393.1500	393.1500	393.1500
PRES ATM	0.9869	1.9738	1.9738	1.9738	1.9738
VFRAC	0.0	1.0000	0.0	0.0	0.0
LFAC	1.0000	0.0	1.0000	1.0000	1.0000
SFRAC	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

ENTHALPY:

CAL/MOL	-6.8355+04	-5.7003+04	-6.7015+04	-6.7015+04	-6.7015+04
KCAL/KG	-3789.9113	-3164.1644	-3719.8984	-3719.8984	-3719.8984
KCAL/HR	-1.8975+06	-5.0944+06	-9.6347+06	-3.6456+06	-5.9891+06

ENTROPY:

CAL/MOL-K	-39.2931	-9.7184	-35.0510	-35.0510	-35.0510
CAL/GM-K	-2.1785	-0.5394	-1.9456	-1.9456	-1.9456

DENSITY:

MOL/CC	5.5323-02	6.1761-05	3.8618-02	3.8618-02	3.8618-02
GM/CC	0.9978	1.1126-03	0.6957	0.6957	0.6957
AVG MW	18.0361	18.0152	18.0152	18.0152	18.0152

SUBSTREAM: NCPSD STRUCTURE: NON CONVENTIONAL

COMPONENTS: KG/HR

GRAIN	1000.0000	0.0	0.0	0.0	0.0
-------	-----------	-----	-----	-----	-----

TOTAL FLOW:

KG/HR	1000.0000	0.0	0.0	0.0	0.0
-------	-----------	-----	-----	-----	-----

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 65

PROJET

STREAM SECTION

S4 V1PP V1SP V2 V2P (CONTINUED)

STREAM ID	S4	V1PP	V1SP	V2	V2P
-----------	----	------	------	----	-----

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 66

PROJET

STREAM SECTION

V5

--

STREAM ID V5
FROM: SEPA2
TO: C1
CLASS: MIXNCPSD

TOTAL STREAM:

KG/HR	982.7235
KCAL/HR	-3.1030+06

SUBSTREAM: MIXED

PHASE: VAPOR

COMPONENTS: KMOL/HR

LINALOL	1.6276-02
DODECANE	9.7214-05
HUMULENE	1.2079-04
OCTANAL	7.4587-04
ACIDE-M	3.3389-04
CAMPHRE	0.0
H2O	54.3982
ACETATE-	0.0
PENTANE	0.0

TOTAL FLOW:

KMOL/HR	54.4158
KG/HR	982.7235
L/MIN	2.1002+04

STATE VARIABLES:

TEMP K	391.1500
PRES ATM	1.3718
VFRAC	1.0000

LFRAC 0.0
 SFRAC 0.0
 ENTHALPY:
 CAL/MOL -5.7022+04
 KCAL/KG -3157.4674
 KCAL/HR -3.1030+06
 ENTROPY:
 CAL/MOL-K -9.1144
 CAL/GM-K -0.5046
 DENSITY:
 MOL/CC 4.3183-05
 GM/CC 7.7986-04
 AVG MW 18.0595
 ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 67
 PROJET
 STREAM SECTION

E1 E12 E17 E173C E174C

STREAM ID E1 E12 E17 E173C E174C
 FROM: POMPE1 DIV1 FLASHE2 M8 EC-4
 TO : DIV1 EC-4 M2 EC-4 ---

SUBSTREAM: MIXED
 PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID
 COMPONENTS: KMOL/HR

COMPONENTS	E1	E12	E17	E173C	E174C
LINALOL	0.0	0.0	7.3158-12	7.3148-12	7.3148-12
DODECANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
HUMULENE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
OCTANAL	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
ACIDE-M	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CAMPBRE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H2O	254.7837	143.7668	51.6783	207.6570	207.6570
ACETATE-	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
PENTANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

TOTAL FLOW:
 KMOL/HR 254.7837 143.7668 51.6783 207.6570 207.6570
 KG/HR 4590.0000 2590.0000 931.0000 3741.0000 3741.0000
 LMIN 103.9794 58.6724 22.0567 86.8566 85.4515

STATE VARIABLES:
 TEMP K 333.1501 333.1501 382.4855 361.6065 343.1500
 PRES ATM 0.9869 0.9869 1.3718 1.3718 1.3718
 VFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 LFRAC 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000
 SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0

ENTHALPY:
 CAL/MOL -6.8269+04 -6.8269+04 -6.7240+04 -6.7677+04 -6.8061+04
 KCAL/KG -3789.4777 -3789.4777 -3732.3991 -3756.6611 -3777.9622
 KCAL/HR -1.7394+07 -9.8149+06 -3.4749+06 -1.4054+07 -1.4134+07

ENTROPY:
 CAL/MOL-K -38.5080 -38.5080 -35.6308 -36.8059 -37.8951
 CAL/GM-K -2.1375 -2.1375 -1.9778 -2.0430 -2.1035

DENSITY:
 MOL/CC 4.0839-02 4.0839-02 3.9050-02 3.9847-02 4.0502-02
 GM/CC 0.7357 0.7357 0.7034 0.7178 0.7296
 AVG MW 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 68
 PROJET
 STREAM SECTION

E174V E2 E22 E22A E22B

STREAM ID E174V E2 E22 E22A E22B
 FROM: DIV1 DIV6 DIV8 DIV7 DIV8
 TO : C6 DIV7 COND5 DIV8 C

SUBSTREAM: MIXED
 PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID
 COMPONENTS: KMOL/HR

COMPONENTS	E174V	E2	E22	E22A	E22B
LINALOL	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
DODECANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
HUMULENE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
OCTANAL	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
ACIDE-M	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CAMPBRE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H2O	111.0168	666.1012	166.5253	222.0337	55.5084
ACETATE-	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

PENTANE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
TOTAL FLOW:
KMOL/HR 111.0168 666.1012 166.5253 222.0337 55.5084
KG/HR 2000.0000 1.2000+04 3000.0000 4000.0000 1000.0000
L/MIN 45.3069 263.8512 65.9628 87.9504 21.9876
STATE VARIABLES:
TEMP K 333.1501 293.1690 293.1690 293.1690 293.1690
PRES ATM 0.9869 1.9738 1.9738 1.9738 1.9738
VFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
LFRAC 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000
SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
ENTHALPY:
CAL/MOL -6.8269+04 -6.9096+04 -6.9096+04 -6.9096+04 -6.9096+04
KCAL/KG -3789.4777 -3835.4157 -3835.4157 -3835.4157 -3835.4157
KCAL/HR -7.5791+06 -4.6026+07 -1.1506+07 -1.5342+07 -3.8355+06
ENTROPY:
CAL/MOL-K -38.5080 -41.1562 -41.1562 -41.1562 -41.1562
CAL/GM-K -2.1375 -2.2845 -2.2845 -2.2845 -2.2845
DENSITY:
MOL/CC 4.0839-02 4.2076-02 4.2076-02 4.2076-02 4.2076-02
GM/CC 0.7357 0.7580 0.7580 0.7580 0.7580
AVG MW 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152
ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 69
PROJET
STREAM SECTION

E22C E22D E23 E3 E33A

STREAM ID E22C E22D E23 E3 E33A
FROM: C COND5 DIV7 COND1 M5
TO : M5 M9 COND1 EC-1 HEATER2

SUBSTREAM: MIXED

PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID
COMPONENTS: KMOL/HR
LINALOL 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
DODECANE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
HUMULENE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
OCTANAL 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
ACIDE-M 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
CAMPHRE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
H2O 55.5084 166.5253 444.0674 444.0674 2886.4386
ACETATE- 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
PENTANE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
TOTAL FLOW:
KMOL/HR 55.5084 166.5253 444.0674 444.0674 2886.4386
KG/HR 1000.0000 3000.0000 8000.0000 8000.0000 5.2000+04
L/MIN 22.3056 66.3656 175.9008 185.4014 1162.6250
STATE VARIABLES:
TEMP K 313.2724 301.8978 293.1690 359.6362 316.4075
PRES ATM 1.9738 1.9738 1.9738 1.9738 1.9738
VFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
LFRAC 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000
SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
ENTHALPY:
CAL/MOL -6.8680+04 -6.8915+04 -6.9096+04 -6.7718+04 -6.8615+04
KCAL/KG -3812.2960 -3825.3705 -3835.4157 -3758.9266 -3808.6939
KCAL/HR -3.8124+06 -1.1476+07 -3.0684+07 -3.0072+07 -1.9805+08
ENTROPY:
CAL/MOL-K -39.7820 -40.5479 -41.1562 -36.9201 -39.5759
CAL/GM-K -2.2082 -3.2507 -2.2845 -2.0493 -2.1968
DENSITY:
MOL/CC 4.1476-02 4.1820-02 4.2076-02 3.9919-02 4.1378-02
GM/CC 0.7471 0.7534 0.7580 0.7191 0.7454
AVG MW 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152
ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 70
PROJET
STREAM SECTION

E3A E3B E3C E3D EAF

STREAM ID E3A E3B E3C E3D EAF
FROM: M9 EC-1 M6 HEATER2 COND6
TO : M6 M9 M5 — M8

SUBSTREAM: MIXED

PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID

COMPONENTS: KMOL/HR

LINALOL	0.0	0.0	0.0	0.0	7.3158-12
DODECANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
HUMULENE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
OCTANAL	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
ACIDE-M	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CAMPHRE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H2O	610.5927	444.0674	2830.9301	2886.4386	118.2884
ACETATE-	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
PENTANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

TOTAL FLOW:

KMOL/HR	610.5927	444.0674	2830.9301	2886.4386	118.2884
KG/HR	1.1000+04	8000.0000	5.1000+04	5.2000+04	2131.0000
L/MIN	250.3535	184.2469	1140.3197	1151.3827	35.6672

STATE VARIABLES:

TEMP K	338.8576	352.6834	316.4689	303.1500	303.1500
PRES ATM	1.9738	1.9738	1.9738	1.0000	1.3718
VFRAC	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
LFRAC	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000
SFRAC	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

ENTHALPY:

CAL/MOL	-6.8150+04	-6.7863-04	-6.8613+04	-6.8890+04	-6.8178-04
KCAL/KG	-3782.8890	-3766.9585	-3808.6233	-3823.9550	-3784.4350
KCAL/HR	-4.1612+07	-3.0136+07	-1.9424+08	-1.9885+08	-8.0647-06

ENTROPY:

CAL/MOL-K	-38.1564	-37.3263	-39.5719	-40.4617	-38.6672
CAL/GM-K	-2.1180	-2.0719	-2.1965	-2.2459	-2.1463

DENSITY:

MOL/CC	4.0649-02	4.0170-02	4.1376-02	4.1782-02	5.5274-02
GM/CC	0.7323	0.7236	0.7454	0.7527	0.9957
AVG MW	18.0152	18.0152	18.0152	18.0152	18.0152

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 71
 PROJET
 STREAM SECTION

EAU EAU1V EAU3 EAU3B EAU4

STREAM ID	EAU	EAU1V	EAU3	EAU3B	EAU4
FROM:	---	C9	FLASHE1 M2	FLASHE1	
TO :	POMPE1	FLASHE1	M2	COND6	---

SUBSTREAM: MIXED

PHASE:	LIQUID	LIQUID	VAPOR	MIXED	LIQUID
--------	--------	--------	-------	-------	--------

COMPONENTS: KMOL/HR

LINALOL	0.0	0.0	0.0	7.3158-12	0.0
DODECANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
HUMULENE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
OCTANAL	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
ACIDE-M	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CAMPHRE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H2O	254.7837	83.2626	66.6101	118.2884	16.6525
ACETATE-	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
PENTANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

TOTAL FLOW:

KMOL/HR	254.7837	83.2626	66.6101	118.2884	16.6525
KG/HR	4590.0000	1500.0000	1200.0000	2131.0000	300.0000
L/MIN	103.9793	33.7111	2.3520+04	2.5225+04	7.1377

STATE VARIABLES:

TEMP K	333.1500	323.1500	386.6335	382.4855	386.6335
PRES ATM	1.0000	1.4803	1.4803	1.3718	1.4803
VFRAC	0.0	0.0	1.0000	0.5649	0.0
LFRAC	1.0000	1.0000	0.0	0.4350	1.0000
SFRAC	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

ENTHALPY:

CAL/MOL	-6.8268+04	-6.8475+04	-5.7066+04	-6.1511+04	-6.7153+04
KCAL/KG	-3789.4776	-3800.9595	-3167.6257	-3414.3662	-3727.5483
KCAL/HR	-1.7394+07	-5.7015+06	-3.8012+06	-7.2761+06	-1.1183+06

ENTROPY:

CAL/MOL-K	-38.5080	-39.1393	-9.3140	-20.7271	-35.4037
CAL/GM-K	-2.1375	-2.1725	-0.5170	-1.1505	-1.9652

DENSITY:

MOL/CC	4.0839-02	4.1165-02	4.7200-05	7.8156-05	3.8884-02
GM/CC	0.7357	0.7415	8.5033-04	1.4080-03	0.7005
AVG MW	18.0152	18.0152	18.0152	18.0152	18.0152

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 72
 PROJET
 STREAM SECTION

EC2 EF EF1 EF3 EF5

STREAM ID EC2 EF EF1 EF3 EF5
 FROM: EC-4 — DIV6 COND6 POMPE2
 TO : HEATER1 POMPE2 COND6 M6 DIV6

SUBSTREAM: MIXED
 PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID

COMPONENTS: KMOL/HR
 LINALOL 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 DODECANE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 HUMULENE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 OCTANAL 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 ACIDE-M 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 CAMPHRE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 H2O 143.7668 2886.4386 2220.3374 2220.3374 2886.4386
 ACETATE- 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 PENTANE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0

TOTAL FLOW:
 KMOL/HR 143.7668 2886.4386 2220.3374 2220.3374 2886.4386
 KG/HR 2590.0000 5.2000+04 4.0000+04 4.0000+04 5.2000+04
 L/MIN 60.0366 1143.3567 879.5041 890.2726 1143.3554

STATE VARIABLES:
 TEMP K 359.8427 293.1500 293.1690 310.3098 293.1690
 PRES ATM 0.9829 1.0000 1.9738 1.9738 1.9738
 VFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 LFRAC 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000
 SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0

ENTHALPY:
 CAL/MOL -6.7714+04 -6.9097+04 -6.9096+04 -6.8741+04 -6.9096+04
 KCAL/KG -3758.7103 -3835.4625 -3835.4157 -3815.7002 -3835.4157
 KCAL/HR -9.7352+06 -1.9945+08 -1.5342+08 -1.5263+08 -1.9944+08

ENTROPY:
 CAL/MOL-K -36.9076 -41.1571 -41.1562 -39.9787 -41.1562
 CAL/GM-K -2.0486 -2.2845 -2.2845 -2.2191 -2.2845

DENSITY:
 MOL/CC 3.9911-02 4.2076-02 4.2076-02 4.1567-02 4.2076-02
 GM/CC 0.7190 0.7580 0.7580 0.7488 0.7580
 AVG MW 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 73
 PROJ
 STREAM SECTION

ET ET1 ETV H1 H17

STREAM ID ET ET1 ETV H1 H17
 FROM: POMPE3 — COLONNE COLONNE FLASHE2
 TO : M3 POMPE3 — — COND5

SUBSTREAM: MIXED
 PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID VAPOR

COMPONENTS: KMOL/HR
 LINALOL 0.0 0.0 2.0013-11 1.6275-02 6.2706-07
 DODECANE 0.0 0.0 1.4444-11 9.7214-05 0.0
 HUMULENE 0.0 0.0 1.7478-14 1.2079-04 0.0
 OCTANAL 0.0 0.0 5.5315-09 7.4587-04 0.0
 ACIDE-M 0.0 0.0 3.1288-18 3.3389-04 0.0
 CAMPHRE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 H2O 0.0 0.0 6.7685-12 8.1685-20 2.7199
 ACETATE- 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 PENTANE 1.3860 1.3860 1.3790 6.9300-03 1.5220-08

TOTAL FLOW:
 KMOL/HR 1.3860 1.3860 1.3790 2.4503-02 2.7199
 KG/HR 100.0000 100.0000 99.5000 3.2234 49.0000
 L/MIN 2.9399 2.9398 2.9251 7.9009-02 1025.8408

STATE VARIABLES:
 TEMP K 298.3670 298.1500 298.1500 344.3735 382.4855
 PRES ATM 1.9738 1.0000 1.0000 1.0000 1.3718
 VFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 1.0000
 LFRAC 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000 0.0
 SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0

ENTHALPY:
 CAL/MOL -4.1480+04 -4.1490+04 -4.1490+04 -5.7338+04 -5.7098+04
 KCAL/KG -574.9125 -575.0531 -575.0531 -435.8564 -3169.4168
 KCAL/HR -5.7492+04 -5.7506+04 -5.7219+04 -1404.9761 -1.5530+05

ENTROPY:
 CAL/MOL-K -131.2691 -131.2931 -131.2931 -196.6985 -9.2486

CAL/GM-K -1.8193 -1.8197 -1.8197 -1.4952 -0.5133
 DENSITY:
 MOL/CC 7.8573-03 7.8575-03 7.8575-03 5.1689-03 4.4190-05
 GM/CC 0.5669 0.5669 0.5669 0.6799 7.9610-04
 AVG MW 72.1502 72.1502 72.1502 131.5522 18.0153
 ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 74
 PROJET
 STREAMSECTION

H18 V14 V1L V1P V1PL

STREAM ID H18 V14 V1L V1P V1PL
 FROM: CONDS5 DECANTER M10 HEATER1 E7
 TO : --- COLONNE M8 C8 M10

SUBSTREAM: MIXED
 PHASE: LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID LIQUID
 COMPONENTS: KMOL/HR

LINALOL	6.2706-07	1.6275-02	0.0	0.0	0.0
DODECANE	0.0	9.7214-05	0.0	0.0	0.0
HUMULENE	0.0	1.2079-04	0.0	0.0	0.0
OCTANAL	0.0	7.4587-04	0.0	0.0	0.0
ACIDE-M	0.0	3.3389-04	0.0	0.0	0.0
CAMPHRE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H2O	2.7199	6.7685-12	89.3685	143.7668	80.7647
ACETATE-	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
PENTANE	1.5220-08	1.3860	0.0	0.0	0.0

TOTAL FLOW:
 KMOL/HR 2.7199 1.4035 89.3685 143.7668 80.7647
 KG/HR 49.0000 102.7234 1610.0000 2590.0000 1455.0000
 L/MIN 0.8201 2.9950 27.8930 62.0461 34.8561

STATE VARIABLES:
 TEMP K 303.1500 298.1555 367.7571 393.1500 393.1500
 PRES ATM 1.3718 1.3718 1.9245 1.9738 1.9245
 VFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
 LFRAC 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000 1.0000
 SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0

ENTHALPY:
 CAL/MOL -6.8178+04 -4.1821+04 -6.7015+04 -6.7015+04 -6.7015+04
 KCAL/KG -3784.4283 -571.4273 -3719.8993 -3719.8984 -3719.8993
 KCAL/HR -1.8544+05 -5.8700+04 -5.9891+06 -9.6347+06 -5.4125+06

ENTROPY:
 CAL/MOL-K -38.6673 -132.5115 -35.1919 -35.0510 -35.0510
 CAL/GM-K -2.1463 -1.8105 -1.9534 -1.9456 -1.9456

DENSITY:
 MOL/CC 5.5274-02 7.8104-03 5.3400-02 3.8618-02 3.8618-02
 GM/CC 0.9957 0.5716 0.9620 0.6957 0.6957
 AVG MW 18.0153 73.1873 18.0152 18.0152 18.0152
 ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 75
 PROJET
 STREAMSECTION

V1PS V1S V2PL V2PS V2S

STREAM ID V1PS V1S V2PL V2PS V2S
 FROM: DIV9 C2 E8 DIV9 PIPE
 TO : E7 PIPE M10 E8 DIV9

SUBSTREAM: MIXED
 PHASE: LIQUID VAPOR LIQUID LIQUID LIQUID
 COMPONENTS: KMOL/HR

LINALOL	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
DODECANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
HUMULENE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
OCTANAL	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
ACIDE-M	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
CAMPHRE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
H2O	80.7647	89.3685	6.1059	6.1059	89.3685
ACETATE-	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
PENTANE	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

TOTAL FLOW:
 KMOL/HR 80.7647 89.3685 6.1059 6.1059 89.3685
 KG/HR 1455.0000 1610.0000 110.0000 110.0000 1610.0000
 L/MIN 34.8374 2.4117+04 2.6351 2.6337 38.5486

STATE VARIABLES:
 TEMP K 392.6500 395.1500 393.1500 392.6500 392.6500
 PRES ATM 1.9245 1.9738 1.9245 1.9245 1.9245

VFRAC 0.0 1.0000 0.0 0.0 0.0
LFRAC 1.0000 0.0 1.0000 1.0000 1.0000
SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
ENTHALPY:
CAL/MOL -6.7026+04 -5.7003+04 -6.7015+04 -6.7026+04 -6.7026+04
KCAL/KG -3720.4866 -3164.1644 -3719.8993 -3720.4866 -3720.4866
KCAL/HR -5.4134+06 -5.0944+06 -4.0919+05 -4.0926+05 -5.9901+06
ENTROPY:
CAL/MOL-K -35.0779 -9.7184 -35.0510 -35.0779 -35.0779
CAL/GM-K -1.9471 -0.5394 -1.9456 -1.9471 -1.9471
DENSITY:
MOL/CC 3.8639-02 6.1761-05 3.8618-02 3.8639-02 3.8639-02
GM/CC 0.6960 1.1126-03 0.6957 0.6960 0.6960
AVG MW 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152 18.0152
ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 76
PROJET
STREAM SECTION

V3PL V3PS V55 V6 V7

STREAMID V3PL V3PS V55 V6 V7
FROM: E9 DIV9 C1 CONDI M3
TO : M10 E9 CONDI M3 DECANTER

SUBSTREAM: MIXED
PHASE: LIQUID LIQUID VAPOR LIQUID LIQUID
COMPONENTS: KMOL/HR
LINALOL 0.0 0.0 1.6276-02 1.6276-02 1.6276-02
DODECANE 0.0 0.0 9.7214-05 9.7214-05 9.7214-05
HUMULENE 0.0 0.0 1.2079-04 1.2079-04 1.2079-04
OCTANAL 0.0 0.0 7.4587-04 7.4587-04 7.4587-04
ACIDE-M 0.0 0.0 3.3389-04 3.3389-04 3.3389-04
CAMPHRE 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
H2O 2.4978 2.4978 54.3982 54.3982 54.3982
ACETATE- 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0
PENTANE 0.0 0.0 0.0 0.0 1.3860

TOTAL FLOW:
KMOL/HR 2.4978 2.4978 54.4158 54.4158 55.8018
KG/HR 45.0000 45.0000 982.7235 982.7235 1082.7235
L/MIN 1.0780 1.0774 2.1002+04 16.4421 19.3746

STATE VARIABLES:
TEMP K 393.1500 392.6500 391.1500 298.1500 298.1555
PRES ATM 1.9245 1.9245 1.3718 1.3718 1.3718
VFRAC 0.0 0.0 1.0000 0.0 0.0
LFRAC 1.0000 1.0000 0.0 1.0000 1.0000
SFRAC 0.0 0.0 0.0 0.0 0.0

ENTHALPY:
CAL/MOL -6.7015+04 -6.7026+04 -5.7022+04 -6.8267+04 -6.7602+04
KCAL/KG -3719.8993 -3720.4866 -3157.4674 -3780.1372 -3484.1036
KCAL/HR -1.6740+05 -1.6742+05 -3.1030+06 -3.7149+06 -3.7724+06

ENTROPY:
CAL/MOL-K -35.0510 -35.0779 -9.1144 -39.0303 -41.3182
CAL/GM-K -1.9456 -1.9471 -0.5046 -2.1612 -2.1294

DENSITY:
MOL/CC 3.8618-02 3.8639-02 4.3183-05 5.5159-02 4.8002-02
GM/CC 0.6957 0.6960 7.7986-04 0.9961 0.9313
AVG MW 18.0152 18.0152 18.0595 18.0595 19.4030
ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 77
PROJET
STREAM SECTION

V8 V99

STREAMID V8 V99
FROM: DECANTER EC-1
TO : EC-1 FLASHE2

SUBSTREAM: MIXED
PHASE: LIQUID LIQUID
COMPONENTS: KMOL/HR
LINALOL 6.2707-07 6.2707-07
DODECANE 0.0 0.0
HUMULENE 0.0 0.0
OCTANAL 0.0 0.0
ACIDE-M 0.0 0.0
CAMPHRE 0.0 0.0
H2O 54.3982 54.3982

ACETATE- 0.0 0.0
 PENTANE 1.5220-08 1.5220-08
 TOTAL FLOW:
 KMOL/HR 54.3982 54.3982
 KG/HR 980.0001 980.0001
 L/MIN 21.6225 22.6201

STATE VARIABLES:

TEMP K 298.1555 355.1500
 PRES ATM 1.3718 1.3718
 VFRAC 0.0 0.0
 LFRAC 1.0000 1.0000
 SFRAC 0.0 0.0

ENTHALPY:

CAL/MOL -6.8993+04 -6.7812+04
 KCAL/KG -3829.6904 -3764.1244
 KCAL/HR -3.7532+06 -3.6889+06

ENTROPY:

CAL/MOL-K -40.8061 -37.1811
 CAL/GM-K -2.2650 -2.0638

DENSITY:

MOL/CC 4.1930-02 4.0081-02
 GM/CC 0.7553 0.7220
 AVG MW 18.0152 18.0152

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 78

PROJET
 STREAM SECTION

Q Q10 Q3 Q5 Q6

STREAM ID	Q	Q10	Q3	Q5	Q6
FROM:	HEATER2	C	HEATER1	FLASHE2	FLASHE1
TO :	---	---	---	---	---
CLASS:	HEAT	HEAT	HEAT	HEAT	HEAT

STREAM ATTRIBUTES:

HEAT

Q KCAL/HR 7.9359+05 -2.3120+04 -1.0052+05 -5.8678+04 -7.8204+05

ASPEN PLUS VER: AXP-VMS REL: 9.2-1 INST: BRC-AXP 5/18/97 PAGE 79

PROJET
 STREAM SECTION

Q7 Q8 Q9

STREAM ID	Q7	Q8	Q9
FROM:	E7	E8	E9
TO :	---	---	---
CLASS:	HEAT	HEAT	HEAT

STREAM ATTRIBUTES:

HEAT

Q KCAL/HR -854.4563 -64.5980 -26.4264

ANNEXE 3 : DIMENSIONNEMENT DES EQUIPEMENTS PRINCIPAUX

1 - Dimensionnement de la pompe d'alimentation de l'eau de chaudière

1 - Calcul de la pression d'aspiration P_a

Bac de stockage	1.033 bar
Hauteur du bac de stockage : 5m	+0.441 bar
Frictions :	
Contraction	- 0.035 bar
Tuyauterie	- 0.035 bar
Vanne	- 0.014 bar

$$P_a = 1.390 \text{ bar.}$$

2 - Calcul de la pression de refoulement P_r

Chaudière	2 bar
Frictions :	
Tuyauterie	+ 0.083 bar
Vanne (2)	+ 0.077 bar

$$P_r = 2.16 \text{ bars}$$

3 - Calcul de la hauteur différentielle h_f

La différence de pression exprimée en hauteur de liquide est donnée par [109] :

$$h = \frac{(P_r - P_a) \cdot (4.85 \times 10^{-2})}{\rho} \quad (\text{VIII.23})$$

avec ρ masse volumique de l'eau, $\rho = 980 \text{ kg/m}^3$.

d'où $h = 8.41 \text{ m}$

En considérant un facteur de sécurité de 10 %, la nouvelle hauteur devient:

$$h_f = h + 0.1h$$

$$h_f = 9.25 \text{ m}$$

4 - Calcul du NPSHA [110].

$$\text{NPSHA} = \frac{4.85 \times 10^{-2} (P_a - P_v)}{\rho} - h_{fr} \quad (\text{VIII.24})$$

avec P_v la tension de vapeur du liquide, $P_v = 0.245 \text{ bar}$ et

h_{fr} perte de charge due au frictions en amont de la pompe, $h_{fr} = 0.862 \text{ m}$.

d'où **NPSHA = 10.52 m**

5 - Calcul de la puissance hydraulique de la pompe HHp [109].

$$\text{HHp} = \frac{0.069(W) \cdot (h_f) \cdot (\rho)}{3960} \quad (\text{VIII.25})$$

avec W débit de liquide, $W = 4590 \text{ kg/h}$.

D'où **HHp = 2.52 hp = 1620 kcal/h**

6 - Calcul de la puissance du moteur électrique entraînant la pompe BHp

A partir de la courbe de performance de la pompe [111], nous obtenons suivant le débit utilisé, les dimensions suivantes :

- Diamètre (côté aspiration) 1 in = 2.54 cm,
 - Diamètre (côté refoulement) 0.5 in = 1.27 cm,
 - Diamètre du rotor 6 in = 15.24 cm.
- L'efficacité de la pompe est, selon [111], $E = 0.45$.

$$\text{BHp} = \text{HHp}/E \quad (\text{VIII.26})$$

$$\text{BHp} = 5.61 \text{ hp} = 3600 \text{ kcal/h}$$

2 – Dimensionnement du décanteur

Les données de base sont :

- Temps de séjour	$t_s = 3 \text{ h}$
- Débit de la phase organique	$W_1 = 102.82 \text{ kg/h.}$
- Débit de la phase aqueuse	$W_2 = 980 \text{ kg/h.}$
- Masse volumique de la phase organique	$\rho_1 = 573 \text{ kg/m}^3$
- Masse volumique de la phase aqueuse	$\rho_2 = 997 \text{ kg/m}^3$
- Viscosité de la phase organique	$\mu_1 = 0.890 \text{ cP,}$

1 - Détermination des facteurs de forme F_{11} et F_{21} pour la 1^{ère} section

A partir des données bibliographiques [115] nous obtenons:

$$\frac{H_{11}}{H_{21}} = 0.16.$$

avec H_{11} hauteur de la phase organique dans la première section,
 H_{21} hauteur de la phase aqueuse dans la première section.

d'où $\frac{H_{11}}{D} = 0.12$ pour la phase organique,

$$\frac{H_{21}}{D} = 0.77 \quad \text{pour la phase aqueuse.}$$

En utilisant les données bibliographiques [115] nous obtenons :

$$F_{11} = 0.84 \quad \text{pour la phase organique}$$

$$F_{21} = 0.83 \quad \text{pour la phase aqueuse}$$

2 - Détermination des facteurs de forme F_{12} et F_{22} pour la seconde section

$$\frac{H_{12}}{D} = 0.38 \quad \text{pour la phase organique}$$

$$\frac{H_{22}}{D} = 0.51 \quad \text{pour la phase aqueuse}$$

avec H_{12} hauteur de la phase organique dans la seconde section,
 H_{22} hauteur de la phase aqueuse.

d'où $F_{12} = 0.9$ pour la phase organique,

$$F_{22} = 0.79 \quad \text{pour la phase aqueuse. (voir étape précédente).}$$

3 - Détermination du diamètre D et de la longueur L du décanteur

Nous avons, pour chacune s des sections :

$$L_1 \cdot D \cdot (F_{11} H_{11} + F_{21} H_{21}) = \left(\frac{W_1}{\rho_1} + \frac{W_2}{\rho_2} \right) \cdot t_{S1}$$

$$L_2 \cdot D \cdot (F_{12} H_{12} + F_{22} H_{22}) = \left(\frac{W_1}{\rho_1} + \frac{0.2W_2}{\rho_2} \right) \cdot t_{S2}$$

(VIII.29)

avec t_{S1} temps de résidence du liquide dans la première section;

t_{S2} temps de résidence du liquide dans la seconde section.

d'où

$$0.636 \cdot L_1 \cdot D^2 = t_{S1}$$

$$1.98.L_2.D^2 = t_{S2}$$

$$(0.636L_1 + 1.98 L_2).D^2 = (t_{S1} + t_{S2}) = 3 \text{ h.}$$

Le système d'équations à résoudre est alors le suivant :

$$\begin{cases} (0.636L_1 + 1.98.L_2)D^2 = 3 \\ \frac{L_1}{D} = 3 \\ \frac{L_2}{D} = 1 \end{cases} \quad (\text{VIII.30})$$

La résolution du système fournit les résultats suivants : $L_1 = 2.76 \text{ m}$, $L_2 = 0.92 \text{ m}$

$$D = 0.92 \text{ m}$$

$$L = 3.68 \text{ m}$$

4 - Calcul de la surface minimale de la première section horizontale du décanteur

La vitesse maximale d'écoulement de l'eau est fixée, selon [115], à :

$$v_{\max} = 5.59 \times 10^{-3} \text{ m/s.}$$

$$(L.D)_{\min} = \frac{W_2}{v_{\max} \cdot \rho_2} \times \frac{1}{3600} \quad (\text{VIII.31})$$

$$(L.D)_{\min} = 0.051 \text{ m}^2$$

$$L_1.D = 2.54 \text{ m}^2 > (L.D)_{\min}$$

5 - Calcul de la surface minimale de la seconde section du décanteur

La vitesse maximale d'écoulement du mélange eau-huile dans la seconde section, selon [115] est fixé à $1.02 \times 10^{-3} \text{ m/s}$.

$$(L.D)_{2\min} = \left(\frac{W_1}{\rho_1} + \frac{0.2W_2}{\rho_2} \right) \cdot \left(\frac{1}{v_{\max}} \right) \cdot \left(\frac{1}{3600} \right) \quad (\text{VIII.32})$$

$$(L.D)_{2\min} = 0.103 \text{ m}^2$$

$$L_2.D = 0.85 \text{ m}^2 > (L.D)_{2\min}$$

6 - Calcul de la vitesse terminale de chute libre des gouttelettes de 150μ de diamètre, v_{T1}

$$v_{T1} = 5.79 \times 10^{-3} \text{ m/s} \quad (\text{voir équation VIII.28})$$

avec $d_p = 150 \mu$,

$$\mu = \mu_1.$$

7 - Calcul de la vitesse terminale de chute libre des gouttelettes de 60μ de diamètre v_{T2}

$$v_{T2} = 6.45 \times 10^{-4} \text{ m/s.} \quad (\text{voir étape précédente}).$$

avec $d_p = 50 \mu$.

8 - Détermination des vitesses horizontales de la phase organique v_{H1} et aqueuse v_{H2} pour la première et seconde section

La vitesse horizontale de l'huile est donnée par l'expression suivante :

$$v_{H1j} = \frac{W_1}{\rho_1 \cdot F_{1j} \cdot D \cdot H_{1j}} \quad (\text{VIII.33})$$

celle relative à l'eau est donnée par :

$$v_{H2j} = \frac{W_2}{\rho_2 \cdot F_{2j} \cdot D \cdot H_{2j}} \quad (\text{VIII.34})$$

avec $j = 1$, pour la première section.

$j = 2$, pour la seconde section.

Pour la première section :

$$v_{H1} = 5.08 \times 10^{-4} \text{ m/s et } v_{H2} = 4.06 \times 10^{-4} \text{ m/s.}$$

Pour la seconde section :

$$v_{H12} = 1.02 \times 10^{-4} \text{ m/s} \text{ et } v_{H22} = 7.62 \times 10^{-4} \text{ m/s.}$$

$$v_{H11} < 15v_{T1} \text{ et } v_{H21} < 15v_{T1}$$

$$v_{H12} < 15v_{T2} \text{ et } v_{H22} < 15v_{T2}$$

Le dimensionnement est correct

9 - Calcul de la hauteur de la chicane inférieure H_{B1} et supérieure H_{B2}

$$H_{B1} = 0.85D, \text{ d'où } H_{B1} = 0.78 \text{ m.}$$

$$H_{B2} = H_{B1} - 0.1D, H_{B2} = 0.69 \text{ m. (selon [115])}$$

10 - Calcul de l'espacement minimal entre les deux chicanes X_{bw}

La vitesse maximale d'écoulement étant fixée, selon [115], à $v_{\max} = 0.035 \text{ m/s}$

$$X_{bw} = \frac{1}{3600 \cdot (D) \cdot (v_{\max})} \times \left(\frac{W_1}{\rho_1} + \frac{W_2}{\rho_2} \right) \quad (\text{VIII.35})$$

$$X_{bw} = 4.5 \times 10^{-2} \text{ m.}$$

11 - Calcul de la hauteur H_B de la chicane d'entrée

$$H_B = 0.05D = 4.6 \text{ cm (selon [115]).}$$

12 - Calcul de la distance entre la tubulure et la chicane H_B d'entrée

$$H_B = 0.025 D = 2.3 \text{ cm (selon [115]).}$$

13 - Calcul de la vitesse maximale dans la conduite d'alimentation v_N

Afin d'éviter de créer une turbulence favorisant la création d'émulsions, la vitesse maximale est donnée, selon [115], par:

$$v_N = 5.1 \left(\frac{\rho_2 - \rho_1}{(16.02) \cdot \rho_2^2 \cdot \mu_2} \right)^{1/5} \quad (\text{VIII.36})$$

$$v_N = 1.93 \text{ ft/s} = 0.59 \text{ m/s}$$

14 - Calcul du diamètre minimal de la conduite d'alimentation D_{\min} .

$$D_{\min} = \sqrt{\frac{4}{\pi \cdot v_N} \cdot \left(\frac{W_1}{\rho_1} + \frac{W_2}{\rho_2} \right)} \quad (\text{VIII.37})$$

$$D_{\min} = 2.64 \text{ cm}$$

15 - Calcul des épaisseurs selon le code ASME -Section VIII-div1

L'épaisseur de la virole cylindrique e est :

$$e = 4.89 \text{ mm} \approx 5 \text{ mm} \quad (\text{voir équation IV-12})$$

L'épaisseur du fond plat est donnée par l'expression :

$$e' = \frac{0.885PD}{\sigma E - 0.1P} + 4.25 \times 10^{-3} \quad (\text{VIII.38})$$

d'où $e' = 4.92 \text{ mm} \approx 5 \text{ mm.}$

avec $E = 0.85,$

$$\sigma = 1380 \text{ bar.}$$

16 - Calcul du poids du décanteur M

La densité de l'acier inoxydable utilisé est $\rho = 7.9 \text{ g/cm}^3.$

$$M = \rho \cdot e \cdot (\pi \cdot D L + 2(0.842D^2)) \quad (\text{VIII.39})$$

$$M = 483.84 \text{ kg.}$$

3 - Dimensionnement de la colonne

3.1 - Données de base

Pour un nombre d'étages théoriques de $n_t = 3$, par le biais de la simulation, nous obtenons les données suivantes :

Données	Sommet de colonne	Fond de colonne
Débit de vapeur (kg/h)	248.75	256.14
Débit deliquide (kg/h)	149.07	221.16
Densité de la vapeur (kg/m ³)	2.9	2.6
Densité du liquide (kg/m ³)	557.1	559.6

3.2 - Etapes de calcul

1 - Détermination du diamètre de la colonne D

Pour une distillation atmosphérique, la perte de charge se situe entre 0.5 et 1 pouce d'eau par foot. En choisissant une perte de charge minimale de 0.5 pouces, et en utilisant la figure 9-13b [103], nous

obtenons :

$$S = \frac{(W_V^2) \cdot (\kappa) \cdot (\mu_L^{0.1})}{(A^2) \cdot (\rho_V) \cdot (\rho_L - \rho_V) \cdot (g)} \quad (\text{VIII.40})$$

$$S = 0.053$$

avec

$$\frac{W_L}{W_V} \sqrt{\frac{\rho_V}{(\rho_L - \rho_V)}} = 0.0648$$

- κ coefficient spécifique au garnissage utilisé pour les anneaux Raschig
 $\kappa = 1000$ (tableau 9-23A [103]),
- μ viscosité moyenne du liquide entre le sommet et le fond de colonne
 $\mu = 0.171$ cP,
- W_V débit massique vapeur en sommet de colonne,
- W_L débit massique liquide en bas de colonne,
- ρ_V, ρ_L densité moyenne de la vapeur et du liquide respectivement entre le sommet et le fond de colonne,
- A section de colonne.

$$A = 0.124 \text{ m}^2 \quad (\text{voir équation (VIII.40)})$$

d'où

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot A}{\pi}}$$

$$D = 39.76 \times 10^{-2} \text{ m} \approx 40 \text{ cm.}$$

2 - Détermination du point d'engorgement S_E

Pour des anneaux Rashig empilés en vrac, nous lisons sur la figure 9.13b [103], le point de l'engorgement : $S_E = 0.125$

La vitesse représente $\frac{S}{S_E} \times 100 = 42.40 \%$ de la vitesse de l'engorgement (inférieure à 60%).

3 - Détermination du point de charge S_C

A partir de la figure 9.13b [103], nous lisons le point de charge : $S_C = 0.085$.

La vitesse représente $\frac{S_C}{S} \times 100 = 71.75 \%$ de la vitesse de charge (supérieure à 50 %).

4 - Calcul de la hauteur du garnissage G et de la colonne L.

L'expression donnant la hauteur équivalente à un plateau théorique (H.E.P.T) selon Murch

[103] s'écrit : $HEPT = K_1 \cdot W_V^{K_2} \cdot D^{K_3} \cdot G^{1/3} \cdot (\alpha_{lh} \cdot \mu_L / \rho_L)$ (VIII.41)

avec K_1, K_2, K_3 constantes liées au garnissage utilisé. Pour des anneaux Rashig de diamètre $d = 3/8$ in, nous obtenons à partir du tableau 9-35 [103];

$$K_1 = 2.10, K_2 = -0.37, K_3 = 1.24,$$

$$W_V' \text{ vitesse massique de la vapeur, } W_V' = W_V/A = 2006.05 \text{ kg/h.m}^2,$$

G la hauteur du garnissage et α_{th} la volatilité relative de la clé légère par rapport à la clé lourde $\alpha_{th}=21.18$. Nous supposons $G = 16 \text{ ft} = 4.88 \text{ m}$, en remplaçant dans l'équation (VIII.41)

$$\text{HEPT} = 5.32 \text{ ft} = 1.62 \text{ m.}$$

La hauteur du garnissage nécessaire est

$$G (\text{calculé}) = (n_t) \cdot (\text{HEPT})$$

$$G (\text{calculé}) = 4.86 \text{ m}$$

Puisque $G (\text{calculé})$ est inférieure à $G (\text{supposé})$, donc le dimensionnement est correct.

$$G \approx 16 \text{ ft} = 4.88 \text{ m.}$$

Pour une hauteur supplémentaire de 2 ft (hauteur nécessaire aux distributeurs et supports)[103], la hauteur totale de la colonne : $L = 16 + 2$, $L = 18 \text{ ft} = 5.48 \text{ m}$.

5 - Calcul de la perte de charge dans la colonne ΔP_t

• La perte de charge dans le lit : $\Delta P_{lit} = 0.5 \cdot G = 8 \text{ in d'eau}$.

• La perte de charge dans le distributeur : pour un distributeur intermédiaire séparant la zone de rectification de la zone d'épuisement, ainsi qu'un support de garnissage :

$$\Delta P_p = (\Delta P_x) \cdot x = 0.8 \text{ in d'eau.}$$

avec x nombre de distributeurs et de supports de garnissage, $x = 2$,

ΔP_x perte de charge par distributeur, égale à 0.4 inches d'eau. selon la figure 9-21[103].

$$\Delta P_t = \Delta P_{lit} + \Delta P_p$$

$$\Delta P_t = 8.8 \text{ in d'eau} = 0.02 \text{ bar}$$

6 - Détermination de la rétention du liquide H_r et de la charge maximale exercée sur le support M_{max}

6.1 - Pour l'eau

La rétention de l'eau dans une colonne garnie est donnée par :

$$H_{r_w} = 0.0004 \left(\frac{W'_L}{dp'} \right)^{0.6} \quad (\text{VIII.42})$$

avec dp' diamètre équivalent du garnissage utilisé, pour des anneaux Rashig en céramique de diamètre nominal 3/8 in, $dp' = 0.35 \text{ in} = 0.889 \text{ cm}$ (obtenu à partir du tableau 9-1[103]).

$$W'_L = \frac{W_L}{A} = 2380.52 \text{ kg/h.m}^2.$$

$$H_{r_w} = 0.031 \text{ m}^3 (\text{d'eau}) / \text{m}^3 (\text{de colonne})$$

6.2 - Pour le liquide dans la colonne

A partir de la figure 9-28B [103], nous obtenons pour la tension superficielle, un facteur correctif de 0.35 (avec $T.S = 26 \text{ dynes/cm}$).

A partir de la figure 9-28C [103], nous obtenons pour la densité, un facteur correctif de 1.5.

A partir de la figure 9-28D [103], nous obtenons pour la viscosité, un facteur correctif de 0.9. De ce fait la rétention du liquide est :

$$H_r = H_{r_w} \cdot (1.5) \cdot (0.35) \cdot (0.9)$$

$$H_r = 1.46 \cdot 10^{-2} \text{ m}^3/\text{m}^3.$$

6.3 - Charge maximale au point de l'engorgement

Selon le tableau 9-1[103], la fraction de vide pour des anneaux Rashig de diamètre nominal 3/8 in, est de 0.67.

Au point de l'engorgement, la masse de liquide M_L est égale à :

$$M_L = (\rho_L) \cdot (A) \cdot (L) \cdot (0.67)$$

(VIII.43)

$$M_L = 226.25 \text{ kg.}$$

La masse de garnissage sec M_{sec} est donnée par : $M_{sec} = (\rho_{gs}) \cdot (A) \cdot (L)$

avec ρ_{gs} masse volumique du garnissage utilisé, $\rho_{gs} = 61 \text{ lb/cu.ft} = 977.22 \text{ kg/m}^3$

$$M_{sec} = 591.03 \text{ kg.}$$

La charge maximale est de $M_{sec} + M_L \approx 817.38 \text{ kg}$.

En utilisant un facteur de sécurité de 10%, la charge maximale exercée sur le support :

$$M_{max} = 899.72 \text{ kg.}$$

4 - DIMENSIONNEMENT DU BALLON DE REFLUX DE LA COLONNE

4.1 - Données de base

- Temps de séjour choisi $t_s = 5$ mn.
- Débit massique $\phi = 1.16 \times 10^{-4}$ m³/s.

4.2 - Etapes de calcul

1 - Calcul du diamètre interne **D** et de la longueur **L** du ballon horizontal

Pour un ballon horizontal : $L = 3D$

Le volume du ballon **V** :

$$V = (\phi \cdot (t_s \times 60)) = 38.47 \times 10^{-3} \text{ m}^3.$$

$$\text{aussi : } V = \left(\frac{\pi D^2}{4} \right) (3D) \quad (\text{VIII.44})$$

$$\text{d'où } D = \left(\frac{4V}{3\pi} \right)^{1/3}$$

$$D = 0.25 \text{ m}$$

et $L = 0.76 \text{ m}$

2 - Calcul des épaisseurs selon le code ASME-SECTION VII div-1

- Virole cylindrique : $e = 5$ mm. (voir équation VIII.12)
- Fonds plats : $e' = 5$ mm. (voir équation VIII.38)

3 - Calcul du poids du ballon **M**

$$M = 27.5 \text{ kg.} \quad (\text{voir équation VIII.39})$$

5 - Dimensionnement des principaux échangeurs

5.1 - Dimensionnement du condenseur de tête de l'extracteur (C-1)

5.1.1 - Données de base

- Quantité de chaleur échangée $Q = 612063.41$ kcal/h.
- Quantité de chaleur nécessaire à la désurchauffe de la vapeur $Q_v = 3910.96$ kcal/h.
- Quantité de chaleur nécessaire à la condensation $Q_c = 525486.80$ kcal/h.
- Quantité de chaleur nécessaire au refroidissement du condensât $Q_i = 82665.65$ kcal/h.

• Côté calandre

- Nature du fluide : eau de refroidissement.
- Température d'entrée $t_c = 20$ °C.
- Chaleur spécifique $C_{p_{eau}} = 1.149$ kcal/kg °C.
- Débit massique $W_{eau} = 8000$ kg/h.

• Côté tube

- Nature du fluide : Vapeurs de tête.
- Température d'entrée $T_1 = 118$ °C.
- Température de sortie $T_2 = 25$ °C.
- Débit massique de la phase organique $W_1 = 2.82$ kg/h.
- Débit massique de la phase aqueuse $W_2 = 980$ kg/h.

• Caractéristique du condenseur

- Diamètre interne des tubes $d_{in} = 0.532$ in = 1.35 cm.
- Diamètre externe des tubes $d_{ex} = 0.750$ in = 1.90 cm (de désignation 12 B.W.G).
- Pas de tube $p = 1$ in = 2.54 cm (à partir du tableau 10-22 [118]).
- Nombres de passes cote tube $N_p = 2$.
- Longueur du tube $L = 8$ ft = 2.43 m.
- Espacement entre chicanes $B = 6$ in = 15.2 cm.

5.1.2 - Etapes de calcul

1 - Estimation de la température de sortie de l'eau de refroidissement t_s

$$t_s = t_c + \frac{Q}{C_{p_{eau}} W_{eau}}$$
$$t_s = 86.5$$
 °C

2 - Détermination de différence de températures moyenne (DTLM)

L'étude de l'évolution de la charge thermique en fonction de l'abaissement de température dans le condenseur a lieu en trois étapes :

- 1- de 118 °C à 109.3 °C : zone de désurchauffe des vapeurs de tête,
- 2- de 109.3 °C à 109.1 °C : zone de condensation mixte : hydrocarbures + eau,
- 3- de 109.1 °C à 25 °C : zone de refroidissement du condensât total.

2.1 - Zone de désurchauffe

La température t de l'eau de refroidissement au point de rosée des vapeurs (109.3 °C)

$$t = t_s - \frac{Q_v}{C_{p_c} W_c}, t = 86$$
 °C.

L'expression qui donne la DTLM est :

$$DTLM = \frac{(t_1 - T_2) - (t_2 - T_1)}{\ln \frac{(t_1 - T_2)}{(t_2 - T_1)}} \quad (\text{VIII.45})$$

avec $t_2 = t_1 + \Delta t$,

$$T_1 = T_2 + \Delta T.$$

d'où $DTLM_1 = 27.5$ °C.

A partir des figures 10 à 30 [118], nous obtenons un facteur correctif θ , ce facteur est fonction des paramètres β et v , avec $\beta = \frac{t_2 - t_1}{T_1 - t_1}$ et $v = \frac{T_1 - T_2}{t_2 - t_1}$.

d'où $\theta = 1$ et $DTLM_1(\text{corrigé}) = 27.5 \text{ }^\circ\text{C}$.

2.2 - Zone de condensation

$DTLM_2(\text{corrigé}) = 56.2 \text{ }^\circ\text{C}$ (voir étape 2.1, même chapitre).

2.3 - Zone de refroidissement des condensats

La température t de l'eau de refroidissement au point de bulle du mélange eau + huile essentielle ($109.1 \text{ }^\circ\text{C}$) est :

$$t = t_c + \frac{Q_L}{C_{p_c} \cdot D_c}, t = 29.8 \text{ }^\circ\text{C}.$$

$DTLM_3(\text{corrigé}) = 24.1 \text{ }^\circ\text{C}$. (voir étape 2.1, même chapitre).

3 - Détermination de la surface installée A_0 et du nombre de tubes Nt

A partir du tableau 10-14 [118] nous avons :

- pour la section de désurchauffage des vapeurs $U_1 = 550 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$

- pour la section de condensation $U_2 = 450 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$.

- pour la section de refroidissement des condensats $U_3 = 750 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$.

$$A_0 = \frac{Q_v}{U_1 DTLM_1} + \frac{Q_c}{U_2 DTLM_2} + \frac{Q_L}{U_3 DTLM_3} \quad (\text{VIII.46})$$

$$A_0 = 24.67 \text{ m}^2.$$

$$Nt = \frac{A}{\pi \cdot d_{cx} \cdot L} \quad (\text{VIII.47})$$

$$Nt = 170 \text{ tubes.}$$

4 - Diamètre de la calandre D_{ca}

A partir du tableau 10-8 [118], nous obtenons pour le diamètre de la calandre de, $D_{ca} = 53.96 \times 10^{-2} \text{ m}$ correspondant à un nombre de tubes de nombre de tubes de 172, la nouvelle longueur des tubes est alors $L = 2.4 \text{ m}$.

5 - Calcul du coefficient de film h_v pour la désurchauffe des vapeurs

Les propriétés physiques des vapeurs sont évaluées à la température moyenne de

$$T_m = \frac{118 + 109.3}{2} = 113.6 \text{ }^\circ\text{C}.$$

$$\mu_v = 1.293 \times 10^{-2} \text{ cP,}$$

$$C_{p_v} = 4.585 \times 10^{-1} \text{ kcal/kg} \cdot ^\circ\text{C,}$$

$$\lambda_v = 2.213 \times 10^{-2} \text{ kcal.m/h.m}^2,$$

$$\rho_v = 7.9 \times 10^{-1} \text{ kg/m}^3.$$

$$Re = \frac{d_{in} \cdot (W)}{(3.6\mu) \cdot a_t} \quad (\text{VIII.48})$$

$$\text{avec } a_t = \frac{Nt}{Np} \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (d_{in})^2, \quad (\text{VIII.49})$$

$$a_t = 1.23 \times 10^{-2} \text{ m}^2,$$

$$W = W_1 + W_2,$$

$$\mu = \mu_v.$$

$$\text{d'où } Re = 37765.$$

En utilisant la corrélation de Kern [118] :

$$h_v = J_H \cdot \frac{\lambda}{d_{in}} \cdot \left(\frac{C_p \cdot (3.6 \cdot \mu)}{\lambda} \right)^{1/3} \quad (\text{VIII.50})$$

$$\text{avec } C_p = C_{p_v},$$

$$\lambda = \lambda_v,$$

$$\mu = \mu_v,$$

$$J_H = 205 \text{ (obtenu à partir de la figure 10-38 [118]).}$$

$$h_v = 146.55 \text{ kcal/h.m}^2$$

6 - Calcul du coefficient de film pour la condensation de l'huile essentielle h_{C1}

Les propriétés physiques de l'huile essentielle sont évaluées à la température moyenne de

$$T_m = \frac{109.3 + 109.1}{2} = 109.2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\mu_{L1} = 5.150 \times 10^{-1} \text{ cP,}$$

$$C_{pL1} = 5.869 \times 10^{-1} \text{ kcal/kg } ^\circ\text{C,}$$

$$\lambda_{L1} = 0.104 \text{ kcal/h.m,}$$

$$\rho_{L1} = 694.3 \text{ kg/m}^3.$$

On suppose que 85 % de la longueur est utilisée pour la condensation, le débit par unité de longueur de tube et par passe est donné par :

$$W_f = \frac{W}{0.5 \cdot L' \cdot Nt} \quad (\text{VIII.51})$$

avec $L' = 0.85L,$

$$W = W_1.$$

d'où $W_f = 8.04 \times 10^{-3} \text{ kg/h.m.}$

En utilisant la corrélation Colburn [118] :

$$h_{C1} = \left[\frac{(\lambda_{L1})^3 \cdot (\rho_{L1})^2 \cdot g}{(3.6\mu_{L1}) \cdot W_f} \right]^{1/3} \quad (\text{VIII.52})$$

$$h_{C1} = 16657.05 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

7 - Calcul du coefficient de film global pour la condensation h_c

Le coefficient de film global h_c pour un mélange liquide immiscible est donné

par [121] :
$$h_c = h_{C1} \left[1 + \frac{W_2}{W_1 + W_2} \right] \quad (\text{VIII.53})$$

avec h : du mélange immiscible,

h_1 : coefficient du film de la phase organique.

d'où $h_c = 33266.23 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$

8 - Calcul du coefficient de film pour la vapeur résiduelle h_{v2} dans la zone de condensation

Les propriétés physiques de la vapeur sont évaluées à la température moyenne de 109.1°C

$$\mu_v = 4.286 \times 10^{-3} \text{ cP,}$$

$$C_{pv} = 0.458 \times 10^{-1} \text{ kcal/kg } ^\circ\text{C,}$$

$$\lambda_v = 2.199 \text{ kcal/h.m,}$$

$$\rho_v = 7.9 \times 10^{-1} \text{ kg/m}^3.$$

Le débit moyen de vapeur entre l'entrée et la sortie est :

$$W_{\text{moy}} = \frac{(W_1 + W_2) + 0}{2} = \frac{W_1 + W_2}{2}$$

$$Re_v = \frac{(W_{\text{moy}}) \cdot (d_{in})}{(\mu_v) \cdot a_1}, \quad Re_v = 11650.$$

$$h_{v2} = 144.83 \text{ kcal/h. m}^2 \cdot ^\circ\text{C.} \quad (\text{voir équation VIII.50}).$$

avec $J_H = 90$ (obtenu à partir de la figure 10-38 [118]).

9 - Calcul de coefficient de film pour le refroidissement du condensât huile essentielle h_{L1}

On suppose que 14 % de la longueur du tube est utilisée pour la zone de refroidissement du liquide.

Les propriétés physiques de l'huile essentielle sont évaluées à la température moyenne

de $T_m = \frac{109.1 + 25}{2} = 67.1 \text{ } ^\circ\text{C}$

$$\mu_{L1} = 6.170 \times 10^{-1} \text{ cP,}$$

$$C_{pL1} = 0.553 \text{ kcal/kg } ^\circ\text{C,}$$

$$\lambda_{L1} = 0.112 \text{ kcal/h.m,}$$

$$\rho_{L1} = 712.69 \text{ Kg/m}^3.$$

$$h_{L1} = 36060.62 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}. \quad (\text{voir \u00e9quation VIII.50})$$

avec $J_H = 25.2$ (obtenu \u00e0 partir de la figure 10-38 [118]).

10 - Calcul de coefficient de film global pour le refroidissement du condens\u00e2t h_L

$$h_L = 72017.74 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \quad (\text{voir \u00e9quation VIII.50})$$

11 - Calcul du diam\u00e8tre \u00e9quivalent d_{eq} et de la section de la calandre a_{ca}

En choisissant une aire de passage \u00e9gale \u00e0 25 % de l'aire totale et un espacement entre chicanes de 6 in (15 cm), le diam\u00e8tre \u00e9quivalent de la calandre est donn\u00e9 par :

$$d_{eq} = \frac{4(p^2 - \pi \cdot d_{cx}^2 / 4)}{\pi d_{cx}} \quad (\text{VIII.54})$$

$$d_{eq} = 1.373 \text{ in} = 3.48 \text{ cm}$$

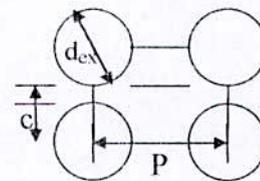
$$a_{ca} = \frac{(D_{ca}) \cdot (c) \cdot (B)}{P} \quad (\text{VIII.55})$$

avec c distance minimale de passage.

$$c = P - d_{cx} = 0.25 \text{ in} = 0.63 \text{ cm}$$

$$B = 6 \text{ in} > \frac{D_{ca}}{5}$$

$$a_{ca} = 25.5 \text{ sq.in} = 1.64 \times 10^{-2} \text{ m}^2$$



12 - Calcul du coefficient de film c\u00f4t\u00e9 calandre h_{ca}

Les propri\u00e9t\u00e9s physiques de l'eau sont \u00e9valu\u00e9es \u00e0 la temp\u00e9rature moyenne de

$$T_m = \frac{20 + 96.5}{2} = 53.3 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\mu_{eau} = 5.541 \times 10^{-1} \text{ cP},$$

$$Cp_{eau} = 1.149 \text{ kcal/kg} \cdot ^\circ\text{C},$$

$$\lambda_{eau} = 0.551 \text{ kcal/h.m},$$

$$\rho_{eau} = 739.4 \text{ kg/m}^3$$

$$Re = \frac{W \cdot d_{eq}}{(3.6\mu) \cdot a_{ca}} \quad (\text{VIII.56})$$

avec $W = W_1,$

$$\mu = \mu_2.$$

$$\text{d'o\u00f9} \quad Re = 8512$$

En utilisant la figure 10-48[118], nous obtenons

$$h_{ca} = 4583.23 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \quad (\text{voir \u00e9quation VIII.50}).$$

13 - Calcul de la perte de charge c\u00f4t\u00e9 tube ΔP_t

13-1- Calcul de la perte de charge dans la zone de refroidissement des vapeurs ΔP_v

On suppose que 1% de la longueur du tube est utilis\u00e9e pour la zone de d\u00e9surchauffe.

L'expression qui donne la perte de charge dans les tubes est, selon Kern [118] :

$$\Delta P_v = \frac{f \cdot W^2 \cdot L'}{2 \cdot g \cdot \rho \cdot d_{in} \cdot a_t^2} \quad (\text{VIII.57})$$

avec f facteur de friction, $f = 0.026$, obtenu \u00e0 partir de la figure 10-121 [118],

$$\rho = \rho_v,$$

$$W = W_1 + W_2,$$

$$L' = 0.01L.$$

$$\text{d'o\u00f9} \quad \Delta P_v = 1.75 \text{ Pa} = 1.75 \times 10^{-5} \text{ bar}$$

13.2 - Calcul de la perte de charge dans la zone de condensation ΔP_c

Selon Kern [118] :

$$\Delta P_c = \frac{f \cdot W^2 \cdot L'}{4 \cdot g \cdot \rho_v \cdot d_{in} \cdot a_t^2}$$

$$\Delta P_c = 210.62 \text{ Pa} = 2.11 \times 10^{-3} \text{ bar}$$

13.3 - Calcul de la perte de charge dans la zone de refroidissement du liquide ΔP_L

$$\Delta P_{L1} = 1.27 \times 10^{-3} \text{ Pa} = 1.27 \times 10^{-7} \text{ bar.}$$

$$\Delta P_{L2} = 0.141 \text{ Pa} = 1.41 \times 10^{-6} \text{ bar.} \quad (\text{voir \u00e9tape 14.1})$$

avec L_1 pour la phase organique,

L_2 pour la phase aqueuse.

$$\Delta P_L = \Delta P_{L1} + \Delta P_{L2} = 1.42 \times 10^{-6} \text{ bar.}$$

d'o\u00f9 $\Delta P_t = \Delta P_v + \Delta P_c + \Delta P_L$

$$\Delta P_t = 212.51 \text{ Pa} = 2.10 \times 10^{-3} \text{ bar.}$$

14 - Calcul de la perte de charge c\u00f4t\u00e9 calandre ΔP_{ca}

14 - 1 - Perte de charge dans le corps de la calandre ΔP_{ca1}

La perte de charge c\u00f4t\u00e9 calandre est obtenu, selon Kern [118], par l'expression:

$$\Delta P_{ca1} = \frac{f \cdot (W / a_{ca})^2 \cdot D_{ca} (Nc + 1)}{2g \cdot \rho \cdot d_{eq}} \quad (\text{VIII.58})$$

avec Nc nombre de chicanes, $Nc = \frac{L - ES}{B} = 15$, ($ES = 2 \text{ in} = 5.08 \text{ cm}$)

$f = 0.331$, \u00e0 partir de la figure 10-124 [117],

$$W = W_{eau},$$

$$\rho = \rho_{eau}.$$

d'o\u00f9 $\Delta P_{ca1} = 2322 \text{ Pa} = 0.232 \text{ bar}$

14 - 2 - Perte de charge \u00e0 travers les tubulures d'entr\u00e9e ΔP_e et de sortie ΔP_s de la calandre

\u00c0 partir du tableau 10-23 [118], la vitesse maximale de l'eau \u00e0 travers la tubulure d'entr\u00e9e de l'\u00e9changeur est fix\u00e9e \u00e0 2.43 m/s. La perte de charge due \u00e0 l'entr\u00e9e du fluide selon [120] :

$$\Delta P_e = 11 \frac{v^2}{2 \cdot g} \cdot \rho \quad (\text{VIII.59})$$

avec $\rho = \rho_{eau} = 995.5 \text{ kg/m}^3$ \u00e0 l'entr\u00e9e,

$v = 1.82 \text{ m/s}$, (obtenue \u00e0 partir de la figure 10-57 [118]).

D'o\u00f9 $\Delta P_e = 1.42 \times 10^{-3} \text{ bar}$

La perte de charge d\u00f9 \u00e0 la sortie :

$$\Delta P_s = 0.8 \frac{v^2}{2 \cdot g} \cdot \rho \quad (\text{VIII.60})$$

avec $\rho = \rho_{eau} = 967.0 \text{ kg/m}^3$ \u00e0 la sortie.

$$\Delta P_s = 6.266 \times 10^{-3} \text{ bar}$$

$$\Delta P_{ca} = \Delta P_{ca1} + \Delta P_e + \Delta P_s$$

$$\Delta P_{ca} = 0.240 \text{ bar}$$

15 - Calcul de la surface d'\u00e9change A

Selon le tableau 10-3 [118], nous avons :

- La r\u00e9sistance d'encrassement (c\u00f4t\u00e9 tube) $r_1 = 2.048 \times 10^{-4} (\text{kcal/h.m}^2 \cdot \text{^\circ C})^{-1}$,

- La r\u00e9sistance d'encrassement (c\u00f4t\u00e9 calandre) $FF = 3.072 \times 10^{-4} (\text{kcal/h.m}^2 \cdot \text{^\circ C})^{-1}$,

- La conductivit\u00e9 thermique du tube d'acier inoxydable (ASTM A376 TP304) est

$$\lambda_p = 14.87 \text{ kcal/h.m.^\circ C.}$$

La r\u00e9sistance du tube d'acier inoxydable :

$$r_p = \frac{d_{ex} - d_{in}}{\lambda_p}$$

$$r_p = 3.72 \times 10^{-4} (\text{kcal/h.m}^2 \cdot \text{^\circ C})^{-1}$$

15.1 - Surface de d\u00e9surchauffe des vapeurs A_v

L'expression du coefficient de chaleur est :

$$U_v = \frac{1}{\frac{1}{h} \cdot \frac{d_{ex}}{d_{in}} + r_p \frac{d_{ex}}{d_{in}} + r + \frac{1}{h_{ca}}} \quad (\text{VIII.61})$$

avec $h = h_v$.

$$r = r_1 + FF.$$

$$U_v = 91.9 \text{ kcal/m.h.}^\circ\text{C}$$

$$A_v = \frac{Q_v}{U_v \cdot \text{DTLM}_1} \quad (\text{VIII.62})$$

$$A_v = 1.58 \text{ m}^2.$$

15.2- Surface de refroidissement de la vapeur résiduelle dans la zone de condensation A_{v2}

$$U_{v2} = 91.0 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \quad (\text{voir équation VIII.61})$$

$$A_{v2} = \frac{W_{\text{moy}} \cdot C_{p_v} \cdot (T_{\text{rosée}} - T_{\text{bulle}})}{U_{v2} \cdot \text{DTLM}_2} \quad (\text{VIII.63})$$

avec $C_{p_v} = 0.458 \text{ kcal/kg.}^\circ\text{C}$

$$A_{v2} = 0.0088 \text{ m}^2.$$

15.3 - Surface de condensation A_c

$$U_c = 778.4 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \quad (\text{voir équation VIII.61}).$$

$$A_c = \frac{Q_c - Q_{v2}}{U_c \cdot \text{DTLM}_2}$$

$$A_c = 14.06 \text{ m}^2.$$

15.4 - Surface de refroidissement du condensât A_L

$$U_L = 856.6 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \quad (\text{voir équation VIII.61}).$$

$$A_L = \frac{Q_L}{U_L \cdot \text{DTLM}_3}$$

$$A_L = 5.03 \text{ m}^2.$$

15.5 - Surface totale A

$$A = A_L + A_c + A_{v2} + A_v$$

$$A = 20.68 \text{ m}^2.$$

Le facteur de sécurité F_s est :

$$F_s = \frac{A_0}{A} = 1.18, \quad (1.1 < F_s < 1.2 \text{ le dimensionnement est correct}).$$

5.2 - Dimensionnement du condenseur de la colonne de séparation pentane-huile essentielle

5.2.1 - Données de base

- Quantité de chaleur nécessaire à la condensation $Q_1 = 21580 \text{ kcal/h}$,

- Quantité de la chaleur nécessaire au refroidissement du condensât $Q_2 = 1550 \text{ kcal/h}$.

• Côté calandre

- Nature du fluide vapeurs de tête.
- Température d'entrée $T_1 = 36.1^\circ\text{C}$.
- Température de sortie $T_2 = 25^\circ\text{C}$.
- Débit massique $W = 248.8 \text{ kg/h}$.

• Côté tube

- Nature du fluide eau.
- Température d'entrée $t_1 = 20^\circ\text{C}$.
- Débit massique $W_{\text{eau}} = 1000 \text{ kg/h}$.
- Capacité calorifique $C_{p_{\text{eau}}} = 0.997 \text{ kcal/kg.}^\circ\text{C}$.

• Caractéristiques du condenseur

- Diamètre interne du tube $d_{in} = 2.21 \text{ cm}$.
- Diamètre externe du tube $d_{ex} = 2.54 \text{ cm}$ (de désignation 16 B.W.G).
- Pas triangulaire du tube $p = 3.17 \text{ cm}$ (obtenu à partir du tableau 10-22 [118]).

- Nombre de passes coté tube $N_p = 2$.
- Longueur du tube $L = 2.43 \text{ m}$.

5.2.2 - Etapes de calcul

1 - Estimation de l'élévation de la température de l'eau

La température de sortie de l'eau à la fin de la zone de condensation t_2 est

$$t_2 = t_1 + \frac{Q_1}{C_{p_{eau}} W_{eau}}, t_2 = 39.75 \text{ }^\circ\text{C}$$

La température de l'eau à la sortie du condenseur t_3

$$t_3 = t_1 + \frac{Q_1 + Q_2}{C_{p_{eau}} W_{eau}}, t_3 = 40.52 \text{ }^\circ\text{C}$$

2 - Calcul de la DTLM

Pour la Zone de condensation, $DTLM_1 = 9.37 \text{ }^\circ\text{C}$

Pour la zone de refroidissement, $DTLM_2 = 8.88 \text{ }^\circ\text{C}$ (voir équation VIII.45).

3 - Détermination de la surface d'échange installée A_0

A partir du tableau 10-14 [102], nous obtenons :

- Pour la zone de condensation $U_1 = 500 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}$,
- Pour la zone de refroidissement du condensât $U_2 = 200 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}$.

$$A_0 = \frac{Q_1}{U_1 DTLM_1} + \frac{Q_2}{U_2 DTLM_2}$$

$$A_0 = 10.05 \text{ m}^2.$$

4 - Nombre de tubes N_t et diamètre de calandre D_{ca}

$$N_t = 61 \text{ tubes} \quad (\text{voir équation VIII.47})$$

A partir du tableau 10-8 [118], nous obtenons un diamètre de calandre $D_{ca} = 33.65 \text{ cm}$, correspondant à un nombre de tubes $N = 62 \text{ tubes}$.

5 - Détermination du coefficient de film h_1 pour la zone de condensation

Nous supposons que la longueur réservée à la condensation représente 80 % de la longueur totale, soit $L' = 1.94 \text{ m}$., le débit par unité de longueur est :

$$W_1' = \frac{W_1}{L' \cdot N_t^{2/3}} \quad (\text{VIII.65})$$

$$W_1' = 4.33 \text{ kg/h.m}$$

$$h_1 = 1269 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}$$

6 - Détermination du coefficient de film h_2 pour la zone de refroidissement

En supposant une aire de passage de 25 %, et un espacement entre chicanes de 15.24 cm, le diamètre équivalent de la calandre est $d_{eq} = 18.30 \text{ cm}$ (à partir du tableau 10-22 [119]).

La section de la calandre $a_{ca} = 0.043 \text{ m}^2$ (voir équation VIII.55).

Le Reynolds $Re = 262$ (voir équation VIII.56)

avec $\mu_L = 0.169 \text{ cP}$ à $36.1 \text{ }^\circ\text{C}$.

Le coefficient de film $h_2 = 53 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}$ (voir équation VIII.50)

avec $J_H = 6.2$ (obtenu à partir de la figure 10-47 [118]).

7 - Détermination du coefficient de film h_t côté tube

Le débit volumique de l'eau est $3.68 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$, correspondant à une vitesse $v = 0.152 \text{ m/s}$

avec $a_t = 2.41 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ (voir équation VIII.49)

$$h_t = 1316 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}. \quad (\text{obtenu à partir de la figure 10-42 [118]})$$

8 - Calcul de la surface d'échange A

8.1 - Calcul de la surface de condensation A_1

$$\text{La résistance du tube : } r_p = \frac{d_{ext} - d_{in}}{\lambda_p} = 0.00048.$$

$$\text{La résistance d'encrassement : } r = 0.00050 \text{ (kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C)}^{-1}$$

$$U_1 = 358 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C} \quad (\text{voir équation VIII.61}).$$

$$A_1 = \frac{Q_1}{U_1 \cdot \text{DTLM}_1}$$

$$A_1 = 7.05 \text{ m}^2$$

8.2 - Calcul de la surface de refroidissement A_2

$$U_2 = 95.5 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \quad (\text{voir \u00e9quation VIII.61}).$$

$$A_2 = \frac{Q_2}{U_2 \cdot \text{DTLM}_2}$$

$$A_2 = 2.03 \text{ m}^2$$

$$A = A_1 + A_2$$

$$A = 9.08 \text{ m}^2$$

Le facteur de s\u00e9curit\u00e9 $F_s = \frac{A_0}{A} = 1.12$ (Dimensionnement correct)

9 - Calcul de la perte de charge c\u00f4te calandre ΔP_{ca}

9.1 - Perte de la charge zone de condensation ΔP_{ca1}

L'expression de la perte de charge, selon Kern [118], est :

$$\Delta P_{ca1} = \frac{f \cdot (W / a_s)^2 \cdot D_{ca} (N_c + 1)}{4 \cdot g \cdot \rho \cdot d_{eq}} \quad (\text{VIII.64})$$

$$\Delta P_{ca1} = 0.65 \text{ Pa} = 6.50 \times 10^{-6} \text{ bar. avec } \mu_v = 7.741 \times 10^{-3} \text{ cP,}$$

$N_c = 15$ chicanes,

$f = 0.288$ (obtenu \u00e0 partir de la figure 10-124 [118]).

9.2 - Perte de charge zone de refroidissement ΔP_{ca2}

$$\Delta P_{ca2} = 0.03 \text{ Pa} = 3.00 \times 10^{-7} \text{ bar} \quad (\text{voir \u00e9quation VIII.58})$$

avec $f = 0.790$ (obtenu \u00e0 partir de la figure 10-124 [118]).

9.3 - Perte de charge \u00e0 travers les tubulures d'entr\u00e9e est de sortie de la calandre

La vitesse d'\u00e9coulement \u00e0 l'entr\u00e9e de la calandre est $v = 0.91 \text{ m/s}$ (obtenue \u00e0 partir de la figure 10-57 [118]).

- La perte de charge d\u00fb \u00e0 l'entr\u00e9e : $\Delta P_e = 2.67 \times 10^{-4} \text{ bar}$ (voir \u00e9quation VIII.59).

- La perte de charge d\u00fb \u00e0 la sortie : $\Delta P_s = 1.95 \times 10^{-4} \text{ bar}$ (voir \u00e9quation VIII.60)

La perte de charge totale :

$$\Delta P_{ca} = \Delta P_{ca1} + \Delta P_{ca2} + \Delta P_e + \Delta P_s$$

soit $\Delta P_{ca} = 47.10 \text{ Pa} = 4.71 \times 10^{-4} \text{ bar.}$

5.3 - Dimensionnement du rebouilleur de la colonne de s\u00e9paration pentane-huile essentielle

5.3.1 - Donn\u00e9es du probl\u00e8me

Quantit\u00e9 de chaleur \u00e9chang\u00e9e $Q = 2.321 \times 10^4 \text{ kcal/h.}$

• C\u00f4t\u00e9 calandre

- D\u00e9bit entr\u00e9e liquide $W_l = 230.52 \text{ kg/h.}$
- D\u00e9bit sortie vapeur $W_v = 227.30 \text{ kg/h.}$
- Temp\u00e9rature d'entr\u00e9e $t_1 = 36.33 \text{ }^\circ\text{C.}$
- Temp\u00e9rature de sortie $t_2 = 71.22 \text{ }^\circ\text{C.}$
- Pression op\u00e9ratoire $P = 1 \text{ atm} = 1.033 \text{ bar.}$

• C\u00f4t\u00e9 tube

- D\u00e9bit entr\u00e9e vapeur d'eau $W = 45 \text{ kg/h.}$
- D\u00e9bit sortie eau $W = 45 \text{ kg/h.}$
- Pression $P = 1.97 \text{ bar.}$
- Temp\u00e9rature d'entr\u00e9e $T_1 = 120 \text{ }^\circ\text{C.}$
- Temp\u00e9rature de sortie $T_2 = 120 \text{ }^\circ\text{C.}$

• Caract\u00e9ristique du rebouilleur

- Diam\u00e8tre int\u00e9rieur du tube $d_{ex} = 0.620 \text{ in} = 15.75 \text{ cm.}$
- Diam\u00e8tre ext\u00e9rieur du tube $d_{in} = 3/4 \text{ in} = 19.05 \text{ cm}$ (d\u00e9signation 16 B.W.G).

5.3.2 - Etapes de calcul

1- Calcul de la DTLM

La variation de la charge thermique en fonction de la température dans la zone de vaporisation n'est plus linéaire, ceci nécessite la décomposition de l'intervalle entre la température de rosée et de bulle du mélange. La différence de température moyenne est calculée, selon [114], par l'expression suivante : $DTLM = \frac{Q}{\sum \frac{q}{\Delta T}}$ (VIII.67)

$$DTLM = 78.7 \text{ }^\circ\text{C}$$

2 - Calcul de la surface installée A_0

A partir du tableau 10-25 [118], nous obtenons $\frac{Q}{A} = 32540.4 \text{ kcal/h.m}^2$.

$$A_0 = A \cdot \left(\frac{Q}{A} \right)$$

$$A_0 = 0.713 \text{ m}^2$$

3 - Nombre de tubes N_t et du diamètre interne de la calandre D_{ca}

$$N_t = 5 \text{ Tubes} \quad (\text{voir équation VIII.47})$$

A partir du tableau 10-8 [118], nous choisissons un diamètre interne de calandre de 25.4 cm, correspondant à 8 tubes.

4 - Calcul du flux de chaleur maximal $\left(\frac{Q}{A_0} \right)_{\max}$

A partir des données bibliographiques [121], nous avons, pour un facteur

$$\phi = \frac{A}{D_c \cdot L} = 0.692, \text{ un flux de chaleur maximal } \cdot \left(\frac{Q}{A} \right)_{\max} = 37963.8 \text{ kcal/h.m}^2$$

Puisque $\left(\frac{Q}{A} \right) < \left(\frac{Q}{A} \right)_{\max}$ le Dimensionnement est correct.

5- calcul du coefficient de film tube h_{to}

Le débit massique W' de l'eau par unité de longueur de tube :

$$W' = 7.38 \text{ kg/h.m} \quad (\text{voir équation VIII.51})$$

Le débit étant très faible, on suppose que $h_{to} = 7000 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$ (valeur rapportée à la surface externe).

6 - Calcul de coefficient de film côté calandre h_{ca}

Nous supposons que nous sommes en régime d'ébullition nucléée :

$$\frac{1}{h_{tw}} = \frac{1}{h_{to}} + \frac{d_{ex}}{d_{in}} \cdot \frac{(d_{ex} - d_{in})}{\lambda_p} \quad (\text{VIII.68})$$

$$h_{tw} = 1087.2 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$$

avec λ_p conductivité thermique de l'acier inoxydable utilisé $\lambda_p = 14.87 \text{ kcal/h.m} \cdot ^\circ\text{C}$.

Le coefficient de film en régime d'ébullition nucléée est $h_b = 1886.6 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$, obtenu à partir des données bibliographiques [122].

7 - calcul de la température de la paroi T_p

La température de la paroi est donnée, selon Kern [118], par l'expression suivante :

$$T_p = T_m + \left[\frac{h_{tw}}{h_b + h_{tw}} \right] \cdot (T_1 - t_m)$$

où: T_m est la température moyenne d'ébullition du mélange, $t_m = 53.8 \text{ }^\circ\text{C}$.

$$T_p = 88.8 \text{ }^\circ\text{C}$$

Puisque $(T_p - T_m) < 60 \text{ }^\circ\text{C}$, nous sommes bien en régime d'ébullition nucléée.

8 - Calcul de la surface d'échange nécessaire A

$$U = 477 \text{ kcal/h.m}^2 \cdot ^\circ\text{C} \quad (\text{ voir équation VIII.61})$$

$$A = \frac{Q}{U \cdot DTLM}$$

$$A = 0.65 \text{ m}^2.$$

Le facteur de sécurité $F_s = \frac{A_0}{A} = 1.11$ (Le dimensionnement est correct).

9 - Calcul de l'espace de désengagement S_v

La vitesse maximale de la vapeur :

$$v_{\max} = \left(\frac{4.68}{\rho_v} \right)^{1/2} \quad \text{où } \rho_v = 2.6 \text{ kg/m}^3$$

$$v_{\max} = 6.52 \text{ m/s.}$$

$$(S_v)_{\min} = \frac{W_v}{\rho_v \cdot (3600 \cdot v_{\max})} \times 10^4$$

$$(S_v)_{\min} = 36.78 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

A partir de la figure 8 [122], nous obtenons pour une pression effective de 1.033 bar et une masse moléculaire de vapeur $M_w = 132.8$ grammes/mole un volume V :

$$V = 0.051 \text{ m}^3$$

$$S_v = V/L$$

$$S_v = 20.64 \times 10^{-3} \text{ m}^2$$

$(S_v) > (S_v)_{\min}$ le dimensionnement est correct.

10 - Détermination du diamètre externe de la calandre D_{ce}

$$\frac{D_{ce}}{D_{ca}} = 1.6 \quad (\text{obtenu à partir du tableau 10-89 [118]})$$

$$D_{ce} = 32.51 \text{ cm}$$

5.4 - Dimensionnement de l'évaporateur pour la récupération de l'eau parfumée.

5.4.1 - Données de base

• Côté calandre

- Nature du fluide : vapeur d'eau.
- Débit 110 kg/h.
- Température d'entrée $T_1 = 120$ °C.
- Température de sortie $T_2 = 120$ °C.
- Chaleur latente de vaporisation 526 kcal/kg.
- Pression opératoire 1.95 bar.

• Côté tube

- Nature de fluide : Eau + traces d'huile essentielle.
- Débit $W = 980$ kg/h.
- Température entrée $t_1 = 82$ °C.
- Température sortie $t_2 = 107.5$ °C.
- Pression opératoire 1.35 bar.
- Pourcentage évaporé à la sortie $X_{\text{out}} = 5$ %.

• Caractéristiques de l'évaporateur

- Diamètre interne des tubes $d_m = 0.87$ in = 2.20 cm.
- Diamètre externe des tubes $d_{ex} = 1$ in = 2.54 cm (désignation 16 B.W.G)
- Pas triangulaire $p = 1.25$ in = 3.17 cm. (à partir du tableau 10-22 [118])
- Longueur du tube $L = 6$ m.

5.4.2 - Etapes de calcul

1 - Quantité de chaleur échangée Q

- Côté tube : $Q = 56624$ kcal/h

• Côté calandre : $Q = 526 \times 110 = 56624 \text{ kcal/h}$

Coefficient de condensation de la vapeur d'eau : $h_{ca} = 7000 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$ (valeur usuelle à adopter).

2 - Calcul de la surface d'échange installée A_0

2.1 - Surface de préchauffage A_1

U_1 env. $600 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$ pour la zone de préchauffage (tableau 10-14 [102])

$DTLM_1(\text{corrigée}) = 21.1 \text{ °C}$ (voir équation VIII.45)

$$A_1 = \frac{Cp_L(t_2 - t_1)}{U_1 \cdot DTLM_1}$$

avec Cp_L Capacité calorifique de l'eau, $Cp_L = 1.152 \text{ kcal/kg.°C}$

d'où $A_1 = 2.29 \text{ m}^2$

2.2 - Zone de vaporisation A_2

U_2 env. $800 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$ (tableau 10-14 [102]).

$DTLM_2(\text{corrigée}) = 12.5 \text{ °C}$ (voir équation VIII.44)

$$A_2 = \frac{(Q - Q_1)}{U_2 \cdot DTLM_2}$$

$$A_2 = 3.16 \text{ m}^2$$

d'où $A_0 = A_1 + A_2 = 5.45 \text{ m}^2$

3 - Nombre de tubes N_t et diamètre de calandre D_{ca}

$N_t = 12$ tubes (voir équation VIII.47)

$D_{ca} = 8 \text{ in} = 20.32 \text{ cm}$ (à partir du tableau 10-8 [118]), correspondant à un nombre de tubes de 16 tubes.

4 - Calcul de la zone de préchauffage (1-2)

4.1 - Coefficient de film h_1

$Re = 9044$ (voir équation VIII.48)

$h_1 = 1961 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$ (voir équation VIII.50)

avec $J_{H1} = 98$ (obtenu à partir de la figure 10-38 [118]),

$\lambda_L = 0.527 \text{ kcal/kg.°C}$,

$\mu_L = 0.491 \text{ cP}$,

$Cp_L = 1.153 \text{ kcal/kg.°C}$.

4.2 - Surface nécessaire au préchauffage A_1

- résistance du tube = $\frac{d_{ex} - d_{in}}{\lambda_p} = 0.00022$

- coefficient d'encrassement = $FF = 0.00040$

d'où $U_1 = 785 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$. (voir équation VIII.61)

$$A_1 = \frac{Cp_L(T_2 - T_1)}{U_p DTLM_1}$$

$$A_1 = 1.81 \text{ m}^2$$

5 - Zone de chauffage sensible

5.1 - Calcul du coefficient de film h_s

$Re = 9044$ (voir équation VIII.48).

$h_s = 1930 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$ (voir équation VIII.50).

Avec $\lambda_L = 0.572 \text{ kcal/h.m.°C}$.

$\mu_L = 0.491 \text{ cP}$.

$Cp_L = 1.155 \text{ kcal/kg.°C}$.

5.2 - Coefficient de transfert de chaleur U_s

$U_s = 781 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$. (voir équation VIII.61)

5.3 - Calcul de la longueur de chauffage sensible $\Delta L_{2,3}$

On suppose que dans zone d'échauffement sensible la $DTLM_s$ est de 11 °C

$$W \cdot Cp_L \cdot \Delta t = U_s \cdot A_2 \cdot DTLM_s = U_s \cdot (\pi \cdot N \cdot L \cdot d_{ex}) \cdot DTLM_s$$

$$\Delta t / \Delta l = \frac{\pi \cdot (Nt \cdot L \cdot d_{ex}) DTLM_s}{W \cdot Cp_L} \quad (\text{VIII.69})$$

$$\Delta t / \Delta l = 9.7 \text{ }^\circ\text{C/m}$$

$$\frac{P_2 - P_3}{P_2 - P_4} = \frac{(\Delta t / \Delta P)_s}{(\Delta t / \Delta P)_s + \frac{\Delta t / \Delta l}{\Delta P / \Delta l}} \quad (\text{VIII.70})$$

avec $\left(\frac{\Delta t}{\Delta P}\right)_s$ variation de la température en fonction de la tension de vapeur de

l'eau, $\left(\frac{\Delta t}{\Delta P}\right)_s = 9.71 \text{ }^\circ\text{C/bar}$ (à partir des données bibliographiques [123]).

$$\text{d'où } \frac{\Delta P}{\Delta l} = \rho_L \cdot \frac{62.4}{144} = 0.412 \text{ psi/ft} = 0.095 \text{ bar/m (Avec } \rho_L = 951 \text{ kg/m}^3\text{)}$$

$$\frac{P_2 - P_3}{P_2 - P_4} = \frac{\Delta L_{2-3}}{\Delta L_{2-4}} = \frac{\Delta L_{2-3}}{0.6L}$$

$$\Delta L_{2-3} = 0.23 \text{ m}$$

5.4 - calcul de la quantité de chaleur de chauffage sensible Q_s

$$\Delta t = \frac{\Delta t}{\Delta l} \cdot l_{2-3} = 3 \text{ }^\circ\text{C, d'où } t_3 = 107.5 + 3 = 110.5 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$Q_s = W \cdot Cp_L \cdot \Delta t$$

$$Q_s = 2988 \text{ kcal/h}$$

5.6 - calcul de la surface d'échange A_s

$$DTLM_s = 11.1 \text{ }^\circ\text{C}$$

(voir équation VIII.45)

$$A_s = \frac{Q_s}{U_s \cdot DTLM_s}$$

$$A_s = 0.44 \text{ m}^2$$

6 - Calcul de la zone de vaporisation

6.1 - Coefficient d'évaporation h_{ev}

En utilisant la corrélation de Fair [122], nous avons le paramètre X_{TT} :

- Pour un taux de vaporisation $X = 0.4X_{out}$

$$X_{TT} = \left(\frac{1-X}{X}\right)^{0.9} \left(\frac{\mu_L}{\mu_V}\right)^{0.1} \left(\frac{\rho_V}{\rho_L}\right)^{0.5} \quad (\text{VIII.71})$$

avec $\mu_v = 0.012 \text{ cP}$,

$$\rho_v = 7.9 \text{ kg/m}^3.$$

d'où $X_{TT} = 1.45$

$$W_T = \frac{W}{a_t} = 31092 \text{ kg/h.m}^2.$$

avec $a_t = 6.13 \times 10^{-2} \text{ m}^2$

(voir équation VIII.49).

A partir de la figure 8 [122], nous obtenons $\alpha_1 = 1$, où α_1 est le coefficient caractéristique du régime d'écoulement.

- Pour $X = X_{OUT}$

$$X_{TT} = 0.76$$

(voir équation VIII.71)

d'où : $\alpha_2 = 1$ (à partir de la figure 8 [115]).

Le coefficient moyen α_m est $\alpha_m = \frac{\alpha_1 + \alpha_2}{2} = 1$ (Régime de bulles).

La surface d'échange disponible pour la vaporisation $A_{ev} = A_0 - A_1 - A_s = 3.20 \text{ m}^2$

le flux de chaleur dans la zone de vaporisation $Q_{ev} = 24695 \text{ kcal/h}$.

A partir de la figure 4 [122] nous obtenons le coefficient de transfert de chaleur en ébullition nucléée h_b , $h_b = 823 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$.

- Pour $X = 0.4X_{out}$, la corrélation de **Pengler et Addams** [122] donne

$$h_{tp} = 3.5 \left(\frac{1}{X_{TT}} \right)^{0.5} h_s \quad (\text{VIII.72})$$

$$h_{ev} = h_{tp} + \alpha_m h_b$$

d'où $h_{ev} = 6434 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C}$.

6.2- surface nécessaire à la vaporisation

$$U_{cv} = 963 \text{ kcal/h.m}^2.\text{°C} \quad (\text{voir équation VIII.51})$$

$$A_{cv} = \frac{Q_{cv}}{U_{cv} DTLM_2}$$

$$A_{cv} = 2.15 \text{ m}^2$$

7 - surface d'échange globale A

$$A = A_1 + A_s + A_{cv}$$

$$A = 4.52 \text{ m}^2.$$

Le facteur de sécurité $F_s = 1.19$ (Dimensionnement correct).

8 - Perte de charge frictionnelle

8.1 - Perte de charge dans la zone de préchauffage ΔP_1

En supposant une longueur de préchauffage égale à $0.4L$, nous avons :

$$\Delta P_1 = 2.83 \times 10^5 \text{ bar} \quad (\text{voir équation VIII.58})$$

avec $f = 0.026$ (obtenu à partir de la figure 10-124 [118]).

8.2 - Perte de charge dans la zone d'évaporation

En Appliquant de la méthode **Lockhart-Martinelli** [122], le pourcentage moyen évaporé pour

le calcul des pertes de charge est $X = \frac{2}{3} X_{out} = 0.033$.

$$W_v = X.W = 32.34 \text{ kg/h}$$

$$Re_v = \frac{d_{in} \cdot W_v}{a_t (3.6\mu_v)}, Re_v = 270$$

d'où $\Delta P_v = 0.03 \text{ Pa}$ (voir équation VIII.58).

avec $f = 0.375$ (obtenu à partir de la figure 10-124 [118]).

8.3 - Perte de charge en écoulement biphasique ΔP_L

Pour $X = \frac{2}{3} X_{out}$, nous obtenons à partir de la figure 10-100 [118], le paramètre $\Phi_G^2 = 18$,

de ce fait $\Delta P_{vL} = \Delta P_v \times \Phi_G^2 = 5.20 \times 10^{-6} \text{ bar}$.

9 - calcul de la densité moyenne du mélange ρ_{moy}

Pour $X = \frac{1}{3} X_{out} = 0.017$, (recommandation de **Fair**), nous obtenons à partir de la figure 10-98

[118], le paramètre $R_L = 0.42$.

d'où $\rho_{moy} = \rho_L R_L + \rho_v (1-R_L)$

$$\rho_{moy} = 399.9 \text{ kg/m}^3$$

10 - calcul du potentiel P

Pertes de charges

Zone de préchauffage
 $\rho_L \cdot (0.4L)g + \Delta P_1 = 2.83 \text{ bar}$.

Zone de vaporisation
 $\rho_{moy} \cdot (0.6L)g + \Delta P_{GL} = 1.28 \text{ bar}$.

Potentiel P = 4.11 bar.

Ce potentiel correspond à une hauteur de liquide de 4.30 m.

5.5 - Dimensionnement du préchauffeur de la chaudière (E-4)

5.5.1 - Données de base

- Quantité de chaleur échangée $Q = 80983.46 \text{ kcal/h}$.

• Côté tube

- Nature du fluide Eau.
- Température d'entrée $60 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Température de sortie $87.13 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Débit massique 2590 kg/h .

• Côté calandre

- Nature du fluide Eau.
- Température d'entrée $88.76 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Température de sortie $70 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Débit massique 3471 kg/h .

• Caractéristiques de l'échangeur

- Diamètre interne du tube $d_{in} = 0.75 \text{ in} = 19.05 \text{ cm}$.
- Diamètre externe du tube $d_{ex} = 1 \text{ in} = 25.40 \text{ cm}$.
- Pas du tube $p = 1.25 \text{ in} = 31.75 \text{ cm}$.

5.5.2 - Résultats des calculs

En se basant sur les mêmes étapes de calcul concernant le condenseur (C-1), nous obtenons des résultats suivants :

- Nombre de tubes..... $N_t = 292 \text{ tubes}$.
- Diamètre de la calandre $D_{ca} = 25 \text{ in} = 63.50 \text{ cm}$.
- Coefficient de film côté tube..... $h_t = 155.7 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}$.
- Coefficient de film côté calandre $h_{ca} = 948 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}$.
- Surface d'échange estimée..... $A_0 = 55.56 \text{ m}^2$.
- Résistance d'encrassement..... $FF = 0.000512 \text{ (kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C)}^{-1}$.
- résistance de la paroi..... $e/\lambda_p = 0.000475 \text{ (kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C)}^{-1}$.
- Coefficient de transfert de chaleur $U = 310.0 \text{ kcal/h.m}^2.\text{ }^\circ\text{C}$.
- Surface d'échange calculée..... $A = 44.81 \text{ m}^2$.
- Facteur de sécurité $F_s = 1.17$.
- Perte de charge coté tube négligeable.
- Perte de charge coté calandre..... $3.4 \times 10^{-3} \text{ bar}$.
- Vitesse maximale à l'entrée de la calandre $v_{max} = 2.43 \text{ m/s}$.

6 - Dimensionnement de la tour

6.1 - données de base

- Eau : débit $\phi = 1.47 \times 10^{-2} \text{ m}^3/\text{s}$, $T_1 = 43.26 \text{ }^\circ\text{C}$, $T_2 = 22 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Air extérieur $t_1 = 18 \text{ }^\circ\text{C}$ 80 % humidité.
- Air à la sortie $t_2 = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ 100 % humidité.

6.2 - Etapes de calcul

1 - Calcul de l'humidité de l'air à l'entrée et à la sortie H_{u1} et H_{u2}

$$H_u = \frac{P_e}{760 - P_e} \cdot \frac{18}{29} \quad (\text{en kg d'eau par kg d'air sec}).$$

où P_e est la pression partielle de l'eau, égale au produit de sa tension de vapeur par la valeur de l'humidité relative :

$$\text{à } 18 \text{ }^\circ\text{C} : H_{u1} = \frac{(0.8 \times 0.027)}{1.033 - 0.8 \times 0.027} \cdot \frac{18}{29} = 0.0103 \text{ kg/kg air sec}$$

$$\text{à } 20 \text{ }^\circ\text{C} : H_{u2} = \frac{0.023}{1.033 - 0.023} \cdot \frac{18}{29} = 0.0146 \text{ kg/kg air sec}$$

2 - calcul du débit d'air nécessaire W_{air}

La variation d'enthalpie de l'air s'écrit :

$$\Delta H = C_{p_{air}} (t_2 - t_1) + H_{air} (H_{u2} - H_{u1})$$

où $C_{p_{air}} = 0.327 \text{ kcal / (kg } ^\circ\text{C)}$.

$$H_{air} = 605.5 \text{ kcal/kg} .$$

d'où $\Delta H = 3.075 \text{ kcal/kg}$.

$$W_{\text{air}} = \frac{W \cdot (T_1 - T_2)}{\Delta H - (Hu_2 - Hu_1) \cdot T_2} \times 10^3$$
$$W_{\text{air}} = 3.57 \times 10^5 \text{ kg/h}$$

3 - Calcul de la hauteur de la tour L

Les tours atmosphériques ont une largeur égale à 12 feet (3.65 m), l'espacement entre les rampes se situe entre 30 et 36 in (0.762 et 0.914 m).

En se référant aux données bibliographiques [117], pour une vitesse d'air inférieure ou égale à 5 m/h et un nombre de rampes de 18 (ce qui permet d'approcher la température de sortie de l'air de près de 2 °C), nous obtenons :

$$\frac{\phi}{L} = 2.48 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$$

soit $L = \phi / \frac{\phi}{L}$

$$L = 6.86 \text{ m} = 22.5 \text{ ft.}$$

En décomposant la hauteur totale en modules de 6 feet de long, nous obtenons :

$$L \approx (4 \times 6) = 24 \text{ ft} = 6.10 \text{ m} \quad \text{Soit 4 modules de 6 ft de hauteur.}$$

4 - Calcul de la quantité d'eau évaporée ev

la quantité d'eau évaporée par les tours atmosphériques se situe généralement entre 0.1 et 0.2 % de la quantité d'eau à l'entrée.

De ce fait un appoint minimal de 52 kg/h devra être assuré au niveau du bac de stockage de l'eau de refroidissement.

RESUME

Ce travail traite de l'étude de l'extraction des essences de coriandre et de nigelle par différents procédés, de l'optimisation et de la modélisation de l'entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles de ces graines. Enfin une extrapolation des résultats de laboratoire et semi-pilote à l'échelle industrielle a été faite par conception, dimensionnement, simulation du fonctionnement et estimation du coût d'une unité d'extraction des huiles essentielles

MOTS CLES

Coriandrum sativum L.,
Nigella sativa L.,
Huile essentielle,
Analyses qualitatives et quantitatives,
Hydrodistillation,
Entraînement à la vapeur d'eau,
Extraction par solvant,
Modélisation du transfert de matière,
Cinétique d'extraction,
Unité industrielle d'entraînement à la vapeur d'eau,
Simulation,
Dimensionnement,
Estimation du coût.