

Année 2000

Ecole Nationale Polytechnique d'Alger
Département de Génie Chimique

M0010/00B

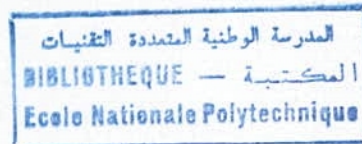
THESE

Présentée pour obtenir

Le grade de Magister

Spécialité : Génie Chimique

Par



Khaled Sofiane BERRAHMOUNE

Ingénieur d'Etat - ENP d'Alger

VALORISATION DU GRIGNON D'OLIVE PAR EXTRACTION DES HEMICELLULOSES

devant le jury composé de :

M. C. E. CHITOUR
M^{me} S. CHARCHARI
M. E. H. BENYOUSSEF
M. T. AHMED ZAID
M^{me} R. DERRICHE
M. A. BOUCHERIT

Professeur (E.N.P d'Alger)
Maître de conférences (E.N.P d'Alger)
Docteur (E.N.P d'Alger)
Maître de conférences (E.N.P d'Alger)
Maître de conférences (E.N.P d'Alger)
Attaché de recherches (C.R.N. Draria)

Président
Examineur
Examineur
Examineur
Rapporteur
Invité

VALORISATION DU GRIGNON D'OLIVE PAR EXTRACTION DES HEMICELLULOSES

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Mots clés :

Grignon d'olive, polysaccharides, hémicelluloses, polymères végétaux, extraction solide-liquide, modélisation, optimisation, colonne pulsée à disque et couronne, rétention solide, mélange axiale, coefficient de dispersion axiale.

Keywords :

Olive stone, polysaccharides, hemicelluloses, biopolymers, solid-liquid extraction, modelling, optimisation, pulsed sieves plates contactor, solid hold up, axial mixing, axial dispersion coefficient.

الزيتون المعصور عن طريق استخلاص مادة الهمسليلوزيا

ملخص :

تبرز هذه الدراسة نتائج عمل أجري على استخلاص مادة الهمسليلوزيا من بقايا الزيتون المعصور (عظم الزيتون) وذلك لتطوير طريقة متواصلة أساسها العمود المهتز. التجارب التي أجريت على مستوى المخبر والتي مكنت من تحديد كمية الهمسليلوزيا المتواجدة أو القابلة للاستخلاص؛ من الحصول على العوامل المثالية للاستخلاص و من متابعة انتقال المادة، توضح بنتائجها إيجابية الاتجاه نحو دراسة نصف صناعية. هذه الأخيرة أجريت بعدما تم إنشاء ثم تركيب العمود المهتز على شكل دراسة تجريبية لهيدروديناميكية هذا الأخير.

Valorisation du Grignon d'olive par extraction des hémicelluloses.

Résumé :

Cette étude présente les résultats d'un travail mené sur l'extraction des hémicelluloses du grignon d'olive en vue de développer un procédé continu en colonne pulsée à disques et couronnes.

La quantification du soluté hémicelluloses, l'optimisation des paramètres opératoires ainsi que le suivi des cinétiques des extractions effectuées sur la base d'essais expérimentaux entrepris à l'échelle laboratoire ont montré de par les résultats obtenus la faisabilité du processus.

La conception, réalisation de la colonne pulsée à disques et couronnes a permis, par ailleurs, le passage à une échelle pilote dans laquelle a été effectuée une étude hydrodynamique décrivant les phénomènes de transport des phases continue et dispersée, la rétention de la phase solide et le mélange de la phase continue dans la colonne.

Valorisation of olive stone by extraction of hemicelluloses

Abstract :

This study present the main results of a work in the field of extraction of hemicelluloses from olive stone in order to develop an extraction process with a pulsed sieves plates column as a solid-liquid contactor.

Quantification of hemicelluloses, optimisation of extraction parameters and mass transfer studies carry out at laboratory scale show, through the good results obtained, the feasibility of the process.

Conception and realisation of the pulsed column allow, moreover, pilot scale experimentation made up by study of contactor hydrodynamic, namely ; transport phenomena of both continuous and dispersed phases, hold-up of solid and axial mixing of continuous phase.

A ma mère

A mon père

A mes sœurs ; Lydia, Amel, Feriel et Saoussen

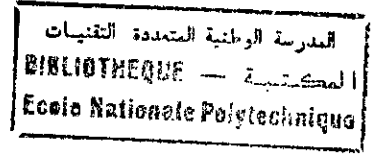
A mes frères ; Med Réda et Ameur

A Wassim, Adnane et Rayan

A ma grand-mère et mon grand-père

A mes tantes et mes oncles

A mes beaux-frères ; Moncef et Rédouane



Remerciements

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique d'Alger

L'étude que nous présentons dans ce mémoire a été effectuée au Laboratoire de Valorisation des Espèces Végétales Régionales du Département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger sous la direction de M^{me} R. Derriche. Qu'elle veuille bien trouver, ici, l'expression de ma profonde reconnaissance pour son encadrement, ses conseils lors du déroulement de ce travail et pendant la rédaction de cette thèse, et pour sa participation à ce jury.

Je suis particulièrement reconnaissant à M. le Professeur C.E. Chitour (Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles - Ecole Nationale Polytechnique d'Alger), d'avoir bien voulu juger ce travail et de nous avoir fait l'honneur de présider le jury.

Mes vifs et sincères remerciements vont à Mme S. Charchari (Laboratoire de Valorisation des Espèces Végétales - Ecole Nationale Polytechnique d'Alger), qui a bien voulu s'intéresser, examiner ce travail et me faire l'honneur de participer au jury.

Je suis gré à M. E. H. Benyoussef (Laboratoire de Valorisation des Espèces Végétales - Ecole Nationale Polytechnique d'Alger) d'avoir accepté d'être membre du jury.

Je tiens à exprimer ici ma profonde gratitude à M. T. Ahmed Zaid (Laboratoire de Sulfonation - Ecole Nationale Polytechnique d'Alger) sans qui la réalisation de la colonne pulsée n'aurait pu être menée à terme, et à M. A. Boucherit (Centre de Recherche Nucléaire de Draria) pour sa disponibilité, ses conseils et la quantité de documentation qu'il a mise à notre disposition. Je les remercie d'avoir accepté de siéger au jury de cette thèse.

Je remercie M. O. Dahmani (Laboratoire de Thermodynamique des Solutions, Université des Sciences et de Technologie Houari Boumediène) qui a rendu possible l'analyse par chromatographie en Phase Gazeuse.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance à M. F. Kafi qui, de par son projet de fin d'études, a contribué directement à l'élaboration de ce travail. Je lui souhaite bonne chance pour sa formation en post-graduation.

Je remercie également M. S. Bessalem pour tous les efforts qu'il a fournis pour remettre le générateur de pulsations en marche.

Je tiens à remercier ; M^{elle} Faiza du centre de calcul de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger qui n'a pas ménagé sa peine pour me porter assistance ; M. Hellali sofiane pour m'avoir prêté son micro-ordinateur et Krime du Centre de documentation pour m'avoir beaucoup facilité les recherches bibliographiques.

Dans un même remerciement, je rends hommage à mes camarades de promotion : M. Dellah, A. Sid-Ali, N. Zouaghi, K. Benmaza, R. Cheradi, et à mes amis : Salim, Zoheir, Abderahmane, Adel, Nabil et Djamel.

Ce travail ne serait pas, sans l'environnement familial dont j'ai bénéficié. Je tiens ainsi, à exprimer ma profonde reconnaissance à tous les membres de ma famille pour leur patience et leur compréhension. Clin d'œil pour Fériel, Saoussen, Moha et Ameur.

Sommaire

	Page
INTRODUCTION.	1
<u>Chapitre I</u> : CARACTERISATION DU SUBSTRAT VEGETAL.	3
I-1- Hémicelluloses ; Présentation et structure.	3
I-1-1- Origine.	3
I-1-2- Structure chimique.	4
I-2- Caractérisation du grignon d'olive.	6
I-2-1- Présentation et méthodes.	6
I-2-2- Résultats et discussions.	8
I-3- Caractérisation des hémicelluloses.	14
I-3-1- Introduction.	14
I-3-2- Application à la caractérisation des hémicelluloses du grignon d'olive	14
I-3-3- Résultats et discussions.	17
I-4- Conclusion.	18
<u>Chapitre II</u> : ETUDE DE L'EXTRACTION DES HEMICELLULOSES.	20
II-1- Recherche exploratoire.	20
II-2- Criblage des paramètres opératoires.	22
II-2-1- Stratégie expérimentale et planification des expériences.	22
II-2-2- Application à l'extraction des hémicelluloses.	24
II-2-3- Interprétations.	26
II-3- Etude quantitative des facteurs.	27
II-4- Optimisation de l'extraction.	31
II-5- Etude de la cinétique d'extraction.	35
II-6- Conclusion.	37

<u>Chapitre III</u> : LES COLONNES PULSEE.	38
III-1- Introduction.	38
III-2- Description et paramètres opératoires d'une colonne pulsée pour contact solide-liquide.	38
III-3- Hydrodynamique dans les colonnes pulsées.	40
III-3-1- Vitesses dans une colonne pulsée.	42
III-3-2- Mélange dans une colonne pulsée.	49
III-3-3- Engorgement et entraînement.	57
<u>Chapitre IV</u> : MONTAGE EXPERIMENTALE.	60
IV-1- Description de l'installation.	60
IV-2- Corps de la colonne.	62
IV-3- Circuit du fluide extracteur.	64
IV-4- Système de récupération de l'extrait.	64
IV-5- Système d'alimentation en matière première.	65
IV-6- Système de récupération du solide épuisé.	66
IV-7- Générateur de pulsations.	67
IV-8- Circuit du fluide caloporteur.	69
IV-9- Alimentation de la colonne en énergie.	70
<u>Chapitre V</u> : ETUDE DES PHENOMENES DE TRANSPORT	71
V-1- Vitesses terminales de chute.	71
V-1-1- Appareillage et protocole opératoire.	71
V-1-2- Résultats et commentaires.	72
V-2- Vitesses de chute des particules dans la colonne pulsée.	75
V-2-1- Appareillage et protocole opératoire.	75
V-2-2- Résultats et commentaires.	76

Chapitre VI : ETUDE EXPERIMENTALE DE LA RETENTION.	81
VI-1- Appareillage et protocole opératoire.	81
VI-2- Résultats et commentaires.	83
VI-2-1- Influence du débit de la phase continue.	83
VI-2-2- Influence du débit de la phase dispersée.	85
VI-2-3- Influence de la fréquence de pulsation.	85
VI-3- Engorgement.	85
VI-4- Corrélation des résultats obtenus.	87
Chapitre VII : ETUDE DE LA DISPERSION AXIALE.	89
VII-1- Appareillage et protocole opératoire.	89
VII-2- Traitement de l'information.	91
VII-2- Résultats et commentaires.	92
ANALYSE DE L'ETUDE HYDRODYNAMIQUE	99
CONCLUSION	101

INTRODUCTION

La valorisation par voie chimique ou biochimique de l'industrie et résidus organiques de l'agronomie ou de l'industrie en découlant demeure un sujet de grande importance pour notre pays. L'industrie de l'huile d'olive en est le parfait exemple. En effet, plus de trois millions de quintaux d'olives sont produits annuellement et près de 90% de cette quantité constitue une matière première des huileries de petites ou moyennes capacités de production, localisées essentiellement dans le nord du pays, dans la région de la Kabylie. Le rendement obtenu pour une campagne varie en général entre 13 litres/quintal et 19 litres /quintal, ceci nous amène à dire que les déchets solides des huileries constitués par le grignon d'olive avoisine les deux millions de quintaux. Ces déchets solides sont dans le meilleur des cas utilisés comme combustible domestique.

Des études menées au niveau de l'Institut National d'Agronomie d'Alger ont montré que le grignon d'olive comporte une part non négligeable d'hémicelluloses ; Polymères végétaux contenus dans les parois des cellules végétales.

En tant que polysaccharides, ces hémicelluloses, particulièrement les xylanes peuvent être utilisés pour leurs propriétés rhéologiques similaires aux gommés utilisées habituellement. Ils peuvent être ainsi employés comme agents épaississants, stabilisants ou émulsifiants pour des formulations de produits pharmaceutiques, cosmétiques ou alimentaires. La préparation des films minces à partir de glucuronoarabinoxylane met en œuvre de telles propriétés. Leurs propriétés liantes permettent de les utiliser comme additifs papetiers en tant qu'aide à la rétention.

Un autre potentiel autant prometteur est l'utilisation des hémicelluloses comme sources de produits chimiques. Le xylose et le furfural pour les xylanes, le mannose

pour les mannanes représentent les précurseurs de dérivés chimiques couvrant un large domaine d'application industrielle.

Fort de ces connaissances, l'idée d'une exploitation industrielle du grignon d'olive comme source des hémicelluloses devient intéressante dès lors qu'un procédé continu rentable est mis au point.

Ce présent travail se veut une contribution, aussi modeste soit-elle, dans ce domaine, à travers lequel nous escomptons aborder des étapes essentielles à l'étude de faisabilité d'une éventuelle revalorisation du grignon d'olive comme source des hémicelluloses. Le travail sera présenté sous la forme suivante :

- le chapitre I sera consacré à la caractérisation du substrat végétal utilisé, pour la détermination et la quantification des composés pariétaux, et enfin à l'identification des hémicelluloses.
- Nous présenterons ensuite au chapitre II l'étude du procédé d'extraction des hémicelluloses en batch dont l'objectif est de prévoir les conditions les plus favorables au passage vers un procédé en continu. Cette étude porte en fait sur la détermination des paramètres les plus influents sur le rendement d'extraction, sur l'optimisation de ces paramètres.
- La faisabilité du processus en batch établie, le passage vers un procédé continu, nécessite tout d'abord, le choix du contacteur adéquat. Ainsi, nous apporterons dans le chapitre III, constitué entièrement par une étude bibliographique, la justification au choix de la colonne pulsée comme extracteur par la présentation des différents travaux menés dans ce domaine. La méthodologie de l'étude hydrodynamique de ce type de contacteur est aussi présentée.
- Le chapitre IV englobera la partie conception - réalisation du contacteur. Celui-ci monté au niveau du Hall du département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger servira ensuite pour l'étude expérimentale de l'hydrodynamique présentée sous forme de trois chapitres différents ;
- chapitre V pour l'étude des phénomènes de transport ;
- chapitre VI pour l'étude de la rétention de la phase solide et
- le chapitre VII pour la description du mélange dans la colonne.

CARACTERISATION DU SUBSTRAT VEGETAL

I-1- Hémicelluloses ; présentation et structure :

I-1-1 Origine :

Les polysaccharides hémicelluloses entrent dans la composition des parois cellulaires primaires et secondaires de la plupart des végétaux [1]. En s'associant aux substances pectiques et à la lignine, elles constituent un réseau dont la cohésion peut être assurée par des liaisons de type Van-der-Waals, hydrogènes, ioniques ou covalentes, et dont le rôle est d'inclure les microfibrilles cellulosiques pour assurer la cohésion de la cellule et le maintien de la paroi [1][2].

La quantité et la nature des hémicelluloses dans le végétal varie en fonction de son origine végétale et de son histoire (mode de culture, période de croissance...). Ainsi, si l'examen de la composition osidique de parois cellulaires de différentes origines montre que tous les grands groupes d'hémicelluloses (xylanes, mannanes, galactanes et glucanes) peuvent se retrouver dans presque toutes les plantes supérieures, leurs proportions relatives varient selon la classe, la famille, le genre ou même l'espèce [1]. Les végétaux supérieurs et les fougères en sont particulièrement riches (20 à 35%). Les algues et les plantes aquatiques ont un potentiel important d'hémicelluloses [2]. Cependant, les sous-produits de l'industrie des huiles coques de tournesol [3] et grignons d'olive peuvent se présenter comme source industrielle d'hémicelluloses. Celles-ci peuvent par la suite être utilisées par les industries agro-alimentaires et pharmaceutiques en raison de leurs propriétés épaississantes et gélifiantes.

I-1-2- Structure chimique :

Les hémicelluloses sont des biopolymères d'un nombre relativement limité de sucres, principalement le D-xylose, D-mannose, D-glucose, D-galactose, L-arabinose, D-acide glucuronique, 4-O-méthyl-D-acide glucuronique, D-acide galacturonique, et à un degré moindre, L-rhamnose, L-fucose et divers sucres neutres O-méthylés. L'enchaînement de ces oses monomères est assuré par une liaison particulière dite, glucosidique résultant de la condensation d'un hydroxyle hémiacétalique d'un ose avec un des hydroxyles alcooliques d'un autre comme peut l'indiquer l'exemple de la figure(1-1) [1, 4].

Du fait de cette diversité de ces monomères et du type d'enchaînement qu'ils peuvent produire, une large gamme d'hémicelluloses est possible. Fort heureusement, des degrés de complexité élevés ne sont pas communs [5].

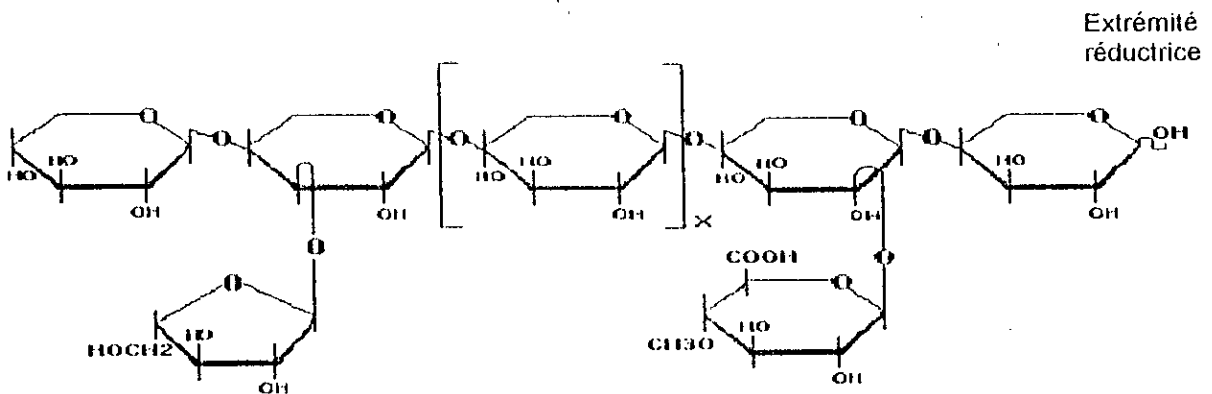


Figure- 1-1 : Arabino-4-O-méthyl-glucuronoxylane[1].

Un certain nombre d'hémicelluloses sont des molécules neutres, les plus abondantes sont constituées d'un enchaînement β (1 \rightarrow 4) de D-xylopyranose (xylose sous forme pyranosique). La chaîne peut dans ce cas être linéaire mais elle est le plus souvent ramifiée et comporte généralement d'autres oses monomères. Lorsque à la chaîne sont liées des unités d'acides uroniques, les hémicelluloses correspondantes sont dites acides. Quelques chaînes xylaniques possèdent comme ramifications des unités de D-acide glucopyranosique, cependant, la majorité de ces hémicelluloses acides sont des O-acétyl-4-O-méthyl-D-glucuronoxylanes ou L-arabino-4-O-méthyl-D-glucuronoxylanes. Dans ce dernier type, qui représente la fraction hémicellulose prépondérante dans les bois des angiospermes, l'unité acide

4-O-méthyl-D-glucopyranosique est liée à la chaîne d'unité D-xylopyranose par une liaison α -D-(1 \rightarrow 2) et le nombre d'unité acide varie considérablement dans ce cas. La plupart des xylanes des bois durs comportent approximativement une ramification acide pour 10 unités de xylose. La distribution des groupes le long de la chaîne xylanique n'est pas totalement identifiée, cependant, le groupe ne présente pas d'unité xylose adjacente [1, 5, 6].

Le tableau I-1 regroupe quelques familles composant les hémicelluloses.

Tableau I-1 : Différents types d'hémicelluloses et distribution des groupes le long de leurs chaînes [6].

Nom	Source	Commentaires
L-arabino-(4-O-méthyl-D-glucurono) xylanes	Paille d'avoine	Chaîne linéaire de 45 à 50 unités β -D-xylopyranose ; avec une unité de 4-O-méthyl-D-acide glucopyranosyluronic en position C-2 ; et une unité L-arabinoformosyl par 32 unités de D-xylose.
	Paille de lin	Approximativement chaîne de 135 unités xylaniques avec approximativement 15 unités 4-O-méthyl acide glucuronique et 2 unités L-rhamnose dont une est terminale.
	Feuilles recouvrant les grains de maïs	Chaîne xylanique hautement ramifiée par des chaînes latérales de ; 3-O- α -xylopyrnosyl-L-arabinose et L-galactopyranosyl-(1-4)-D-xylopyranosyl-(1-2)-L-arabinose, et par du D- et L- galactose comme extrémité non réductrice de la chaîne. Présence d'acide glucopyranosique lié en position C-2 au D-xylose.
	Epi de maïs	Chaîne xylanique linéaire avec en moyenne une unité d'acide glucopyranosique par molécule.
	Bois de l'hêtres de l'Europe (Fagus sylvatica)	Chaîne linéaire de près de 70 (1-4)-xylopyranose, ramifiée par le 4-O-méthyl acide glucopyranosique en position C-2, dans un rapport de 10/1.
	Sapin norvégien (Picea abies)	Chaîne xylanique de 80-85 unités liées en position C-2 au 4-O-méthyl acide glucopyranosique dans un rapport de 5/1 ; similaire aux xylanes des beachwood .
D-gluco-D-mannanes	Parois cellulaires des bois durs et tendres.	Chaines linéaires dont les unités sont liées en β -(1-4) dans un ordre fortuit. Les hémicelluloses des bois durs sont des copolymères purs de D-glucose et D-mannose ; ceux des bois légers sont constitués de D-glucose et D-mannose dans un rapport de 1/3, et de quelques unités galactose liées en position C-6 au mannose et probablement en position C-3 à quelques unités glucose.
D-galacto-D-gluco-D-mannanes		La chaîne linéaire principale est constituée par l'enchaînement d'unités D-glucose et D-mannose en β -(1-4) dans un ordre fortuit, et est liée latéralement à des chaînes constituées de galactose.
L-arabino-D-galactanes	Conifères et cannes à sucre	Chaîne fortement ramifiée constituée de L-arabinose et L-mannose

I-2- Caractérisation du grignon d'olive :

Dans le but de déterminer le potentiel du substrat végétal en hémicelluloses, nous avons procédé par trois méthodes différentes. Celles-ci sont basées sur le principe de fractionnement et permettent par conséquent la détermination de l'ensemble des constituants membranaires. Il n'existe pas en fait des méthodes spécifiques permettant de doser l'ensemble des hémicelluloses.

I-2-1- Présentation et méthodes :

Le substrat végétal utilisé dans cette étude est du grignon d'olive (compagne 1997-1998) provenant sous une forme broyée d'une unité de production d'huile d'olive sise à Azazga (Tizi Ouzou, Algérie) qui utilise un mélange de variété d'olive sur lequel est appliqué un procédé d'extraction.

La granulométrie du substrat végétal, illustrée par la figure I-2 et donnée dans l'annexe 1 semble étalée. La distribution massique obtenue après tamisage ne semble pas être uniforme, il y a une nette prédominance de la fraction dont la taille est comprise entre 2 mm et 4,25 mm avec 65,5% de la masse totale. La fraction choisie pour la caractérisation est celle comprise entre 1.4 mm et 2mm.

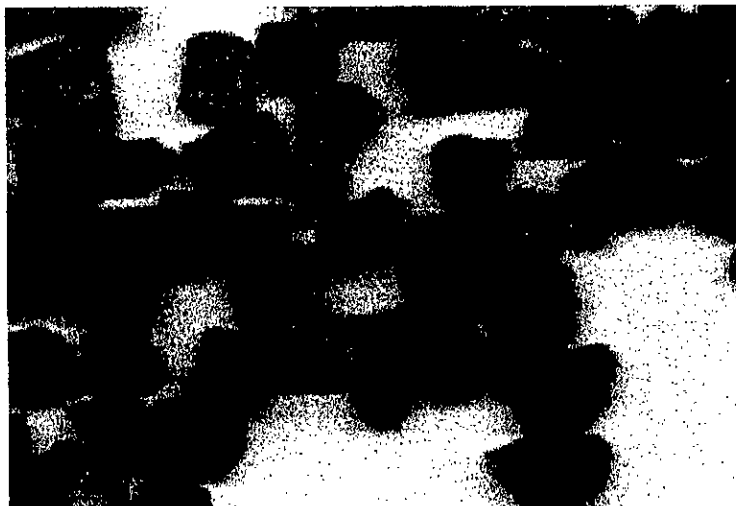


Figure I-2- : Morphologie des grains de grignon d'olive.

La masse de la matière sèche notée MS est déterminée par pesée après une durée de séchage de 24 heures dans une étuve à 90°C des échantillons du substrat végétal. Celle-ci est estimée à 88,3 % de la matière végétale, soit une humidité de 11,7 %.

Tous les résultats obtenus le long de ce travail sont exprimés par rapport à la matière sèche MS.

La teneur en cendre est déterminée par pesée du résidu de la calcination d'un échantillon de 5g de substrat végétal dans un four à 500°C pendant 4 heures. La teneur en cendre est estimée à 5,2 % de la matière sèche.

Les essais décrits dans les méthodes 1, 2 et 3 sont réalisés dans un réacteur de 500 ml thermostaté où l'agitation est magnétique. L'opération de filtration s'effectue sous vide et la pesée se fait sur une balance électronique.

1^{ère} méthode : Elle présente le même schéma de fractionnement proposé par BAILEY en 1966 [1]. Les hémicelluloses, la cellulose et la lignine sont quantifiées en effectuant des hydrolyses spécifiques successives. Le substrat est cependant prétraité comme l'indique la figure I-3 par une délipidation à l'hexane, un lavage dans l'eau bouillante puis par un reflux dans l'oxalate de sodium.

L'échantillon constitué de 3g de grignon d'olive est en premier lieu traité pendant 2h à l'hexane dans un soxhlet à température d'ébullition. Le résidu solide est alors lavé à l'eau distillée, séché à 110°C pendant 30 mn, puis pesé. Ces opérations sont effectuées après chaque étape de fractionnement. Le procédé de délipidation permet d'éliminer de l'échantillon ce qu'on appelle les "extractibles" qui sont essentiellement constituées de tannins, terpènes, résines, huiles et cires [7]. Les polysaccharides ne peuvent être récupérés à ce stade du fait de leur insolubilité dans les solvants organiques.

Le passage dans l'eau bouillante permet d'éliminer les oses libres solubles dans l'eau, les composés azotés (protéines) et une partie des substances pectiques (protopectines et pectines faiblement méthylées). La plus grande partie des substances pectiques quant à elle est récupérée en batch dans l'oxalate de sodium sous reflux et à chaud sous les conditions indiquées dans la figure I-3 [1, 8]. Le résidu membranaire ainsi obtenu contient les hémicelluloses, la cellulose et la lignine ; il est soumis à une première hydrolyse par l'acide sulfurique dans un rapport de 100ml de H₂SO₄/g de solide, sous reflux et sous des conditions permettant d'attaquer les hémicelluloses sans toutefois dégrader la fraction lignocellulosique. Celle-ci sera traitée par la suite en deux étapes, d'abord à température ambiante où l'hydrolyse s'effectue avec du H₂SO₄ 24 N pendant 4

heures, ensuite le mélange est dilué jusqu'à 1 N et l'hydrolyse se poursuit sous reflux pendant 2 heures. Le résidu restant constitue alors la lignine brute.

2^{ème} méthode : Cette méthode proposée par Riquet et al 1981, citée par [8], découle directement de celle de Salo 1965 [1]. Son principe se base aussi sur les hydrolyses acides successives, et son cheminement est similaire à celui de la méthode décrite précédemment. La seule différence réside en fait dans le type d'acide utilisé pour hydrolyser la fraction des hémicelluloses. Il s'agit dans ce cas de l'acide chlorhydrique 0.7 N. Le protocole opératoire relatif à cette méthode est représenté par la figure I-4.

3^{ème} méthode : La troisième méthode diffère fondamentalement des deux premières par le fait que le substrat subit une délignification préalable, effectuée en deux étapes par une solution contenant de l'hypochlorite de sodium et de l'acide acétique dans les rapports indiqués sur la figure I-5. La lignine oxydée par ce traitement est récupérée dans le filtrat, le résidu restant dit holocellulose est alors constitué essentiellement d'hémicelluloses et de cellulose [1, 8]. Les hémicelluloses sont extraites à ce stade successivement par une solution alcaline de potasse 24% suivie d'une solution de soude 17,5% [1]. Le résidu récupéré par filtration correspond alors à la cellulose. Le filtrat récupéré après chaque opération d'extraction subit une neutralisation par l'acide acétique puis une addition d'éthanol selon le schéma décrit dans la figure I-6. Ce fractionnement nous permet de qualifier d'une façon primaire le type d'hémicelluloses extraites.

I-2-2- Résultats et discussion :

Nous résumons les résultats obtenus dans les deux tableaux suivants :

Tableau I-2 : Caractérisation du grignon d'olive. Quantification des composés non pariétaux en %MS

Méthodes	Extr organiques	Extr à l'eau	Pectines	Total
1	2,6	4,8	1,3	8,7
2	-	5,9	-	5,9
3	-	5,9	-	5,9

Tableau I-3 : Caractérisation du grignon d'olive. Distributions des hémicelluloses, cellulose et lignine obtenues par les différentes méthodes %MS.

Méthodes	Hémicelluloses	Cellulose	Lignine
1	30,7	36,9	18,5
2	32,5	26,8	29,6
3	26,7	39,4	22,8
Bibliographie [9]	33,8	29,1	13,9

La comparaison des résultats obtenus par les trois méthodes mène à dire que :

- D'un point de vue quantitatif, le fractionnement des hémicelluloses par la première et la seconde procédure mène à des résultats similaires. La légère différence (2 %) peut être attribuée à la différence entre les opérations de prétraitement venant avant l'hydrolyse. En effet, dans la première méthode, il y a distinction entre les opérations de séparation de la matière grasse, des extractibles à l'eau et des substances pectiques. Il y a sélectivité du solvant donc la matière extraite est plus importante. Dans la deuxième méthode par contre ces mêmes constituants sont solubilisés par une seule opération à savoir l'ébullition dans l'eau distillée, celle-ci n'aboutit pas en fait à une extraction complète, la partie restante de ces composés non pariétaux peut se retrouver soit récupérée avec les hémicelluloses ou la cellulose, soit avec la lignine en fin d'opération. Les pectines résiduelles quant à elles s'hydrolysent avec les hémicelluloses. La teneur en matière grasse, en extractible à l'eau et en substances pectiques dans le grignon d'olive n'étant pas importante, les résultats des deux méthodes concernant les hémicelluloses sont par conséquent proches. Il faut noter cependant que la nature des oses obtenus à la fin de l'hydrolyse des hémicelluloses ne peut être identique du fait de la différence de la stabilité d'un même sucre dans les deux milieux acides considérés. L'acide sulfurique présente en fait l'avantage d'être moins agressif vis-à-vis des monosaccharides que l'acide chlorhydrique.
- L'hydrolyse de la cellulose se fait dans un milieu de même nature dans les deux procédures mais sous des conditions nettement plus sévères dans la première

méthode. Ce fait peut expliquer la différence obtenue entre les teneurs en cellulose (de l'ordre de 10 %), et donc les différences obtenues sur les teneurs en lignine. Les microfibrilles cellulosiques présentent un double inconvénient ; elles sont d'abord constituées de polymères de glucose de tailles très différentes et sont ensuite incluses à différentes positions dans un réseau constitué d'hémicelluloses, de lignine et de substances pectiques. Elles offrent par conséquent par leur taille et leur position une sensibilité et une accessibilité très différentes vis-à-vis du réactif acide. Le résidu obtenu à la fin des opérations relatives à la seconde procédure (lignine) peut donc contenir une partie non négligeable de cellulose, et la teneur en lignine est dans ce cas surestimée. Le temps de séjours peut par conséquent être un paramètre important.

- La solubilisation de la fraction ligneuse citée dans la troisième procédure se fait par oxydation au chlorite de sodium (NaClO_2) sous des conditions acides et avec les ions ClO_2^- comme agent réducteur. Le résultat concernant la lignine obtenu dans ce cas (22,8 %) est plus important que celui obtenu par la première procédure pour les mêmes raisons déjà indiquées, à savoir qu'une partie des extractibles et des substances pectiques non récupérées après ébullition dans l'eau va l'être avec l'agent délignifiant. La teneur relativement moins importante en hémicelluloses est due au fait que dans ce cas ces polysaccharides ne sont pas hydrolysés mais sont extraits sous forme de polymères. Dans ce sens, et vu la polydispersité de ceux-ci et des effets que peuvent avoir différents paramètres (Température, concentration, temps,.....) sur le phénomène d'extraction, on ne peut plus parler de teneur en hémicelluloses mais de rendement maximal de l'extraction. Une partie des hémicelluloses reste toujours dans l'holocellulose et c'est la cause pour laquelle nous avons une forte teneur en cellulose. Les hémicelluloses sont sous-estimées, alors que la cellulose est surestimée. Il est à noter cependant que lorsque nous avons remplacé la première étape de cette méthode, c'est-à-dire le double rinçage à l'eau distillée bouillante par une délipidation suivie de rinçage à l'eau distillée puis d'une extraction des pectines identique à celles présentées pour la première méthode, nous avons eu une diminution de près de 3 % dans le résultat de la teneur en lignine qui devient dès lors comparable à celui obtenu par la première méthode, ceci amène à confirmer

le fait que la solubilisation de la lignine entraîne l'extraction des matières grasses, des extractibles à l'eau et des substances pectiques.

L'acidification du filtrat de l'extrait de KOH obtenu ne provoque aucun changement dans la solution, tandis que l'addition d'éthanol donne un précipité amorphe de couleur brune. Le traitement similaire de l'extrait de NaOH ne produit qu'une faible précipitation.

Les extractions successives procédées sur l'holocellulose par la potasse 24% puis par la soude 17,5% permettent en fait de fractionner les hémicelluloses. En effet, les hémicelluloses de nature xylanique passent en solution dès la première extraction, les autres types d'hémicelluloses restant dans l'holocellulose ne se dissolvent qu'après traitement à la soude. La neutralisation de ces extraits par l'acide acétique permet quant à elle de précipiter la fraction lourde des hémicelluloses (hémicelluloses type A) correspondant aux hémicelluloses linéaires ou faiblement acidifiées. Les hémicelluloses ramifiées ou acidifiées c'est-à-dire comportant des unités d'acides uroniques (hémicelluloses type B) sont récupérées ensuite par précipitation dans l'éthanol. Ce qui revient à conclure à priori d'après les constatations faites, que les hémicelluloses en question sont à majorité de nature xylanique et de type B donc ramifiées et comportant des unités d'acides uroniques. Une caractérisation plus poussée effectuée sur ces hémicelluloses par chromatographie sur papier, par chromatographie en phase gazeuse et par colorimétrie permettra alors de qualifier d'une façon plus précise la nature et la quantité des unités structurales formant les polysaccharides.

Notons enfin que le choix de ces trois procédures de fractionnement a été dicté par la rapidité et la simplicité de mise en œuvre des protocoles expérimentaux qu'elles nécessitent. Une autre méthode gravimétrique non étudiée ici mais qui reste très utilisée dans les laboratoires d'analyse est toutefois à mentionner, il s'agit de celle proposée par Van Soest [10] et Van Soest et al [11], elle reste d'une utilité indéniable lorsque le substrat végétal est riche en protéines. Ce n'est pas le cas pour le grignon qui ne présente qu'une faible proportion de matières grasses 2,6 %, et de matières extractibles à l'eau 4,8 %, valeurs déterminées après délipidation à l'hexane et ébullition dans l'eau distillée.

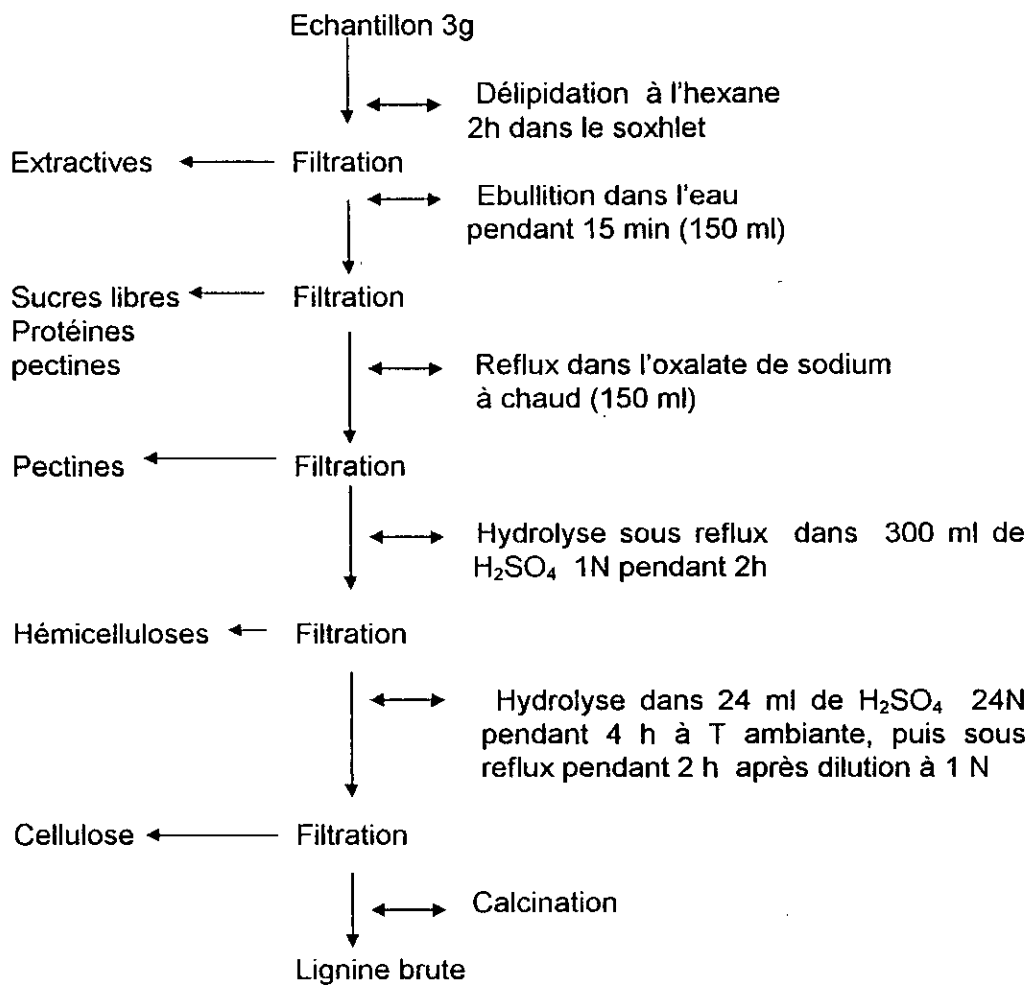


Figure I-3 : Caractérisation du grignon d'olive ;Procédure de fractionnement n°1 [1].

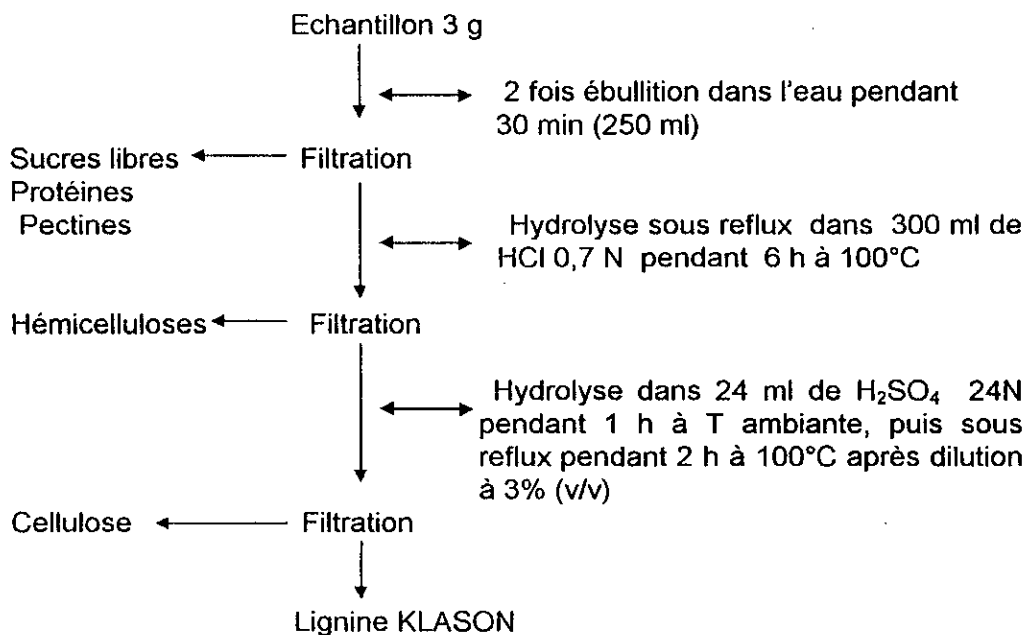


Figure I-4 : Caractérisation du grignon d'olive ;Procédure de fractionnement n°2 [1, 8].

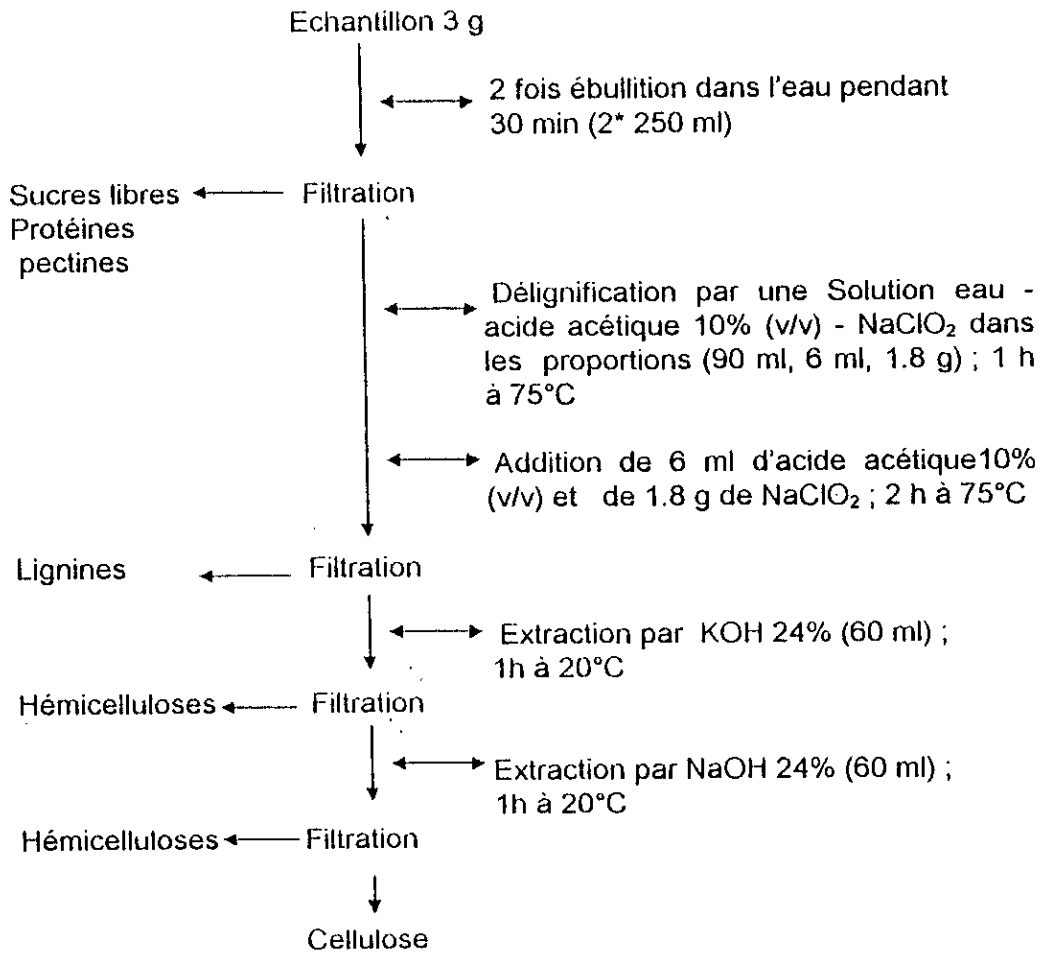
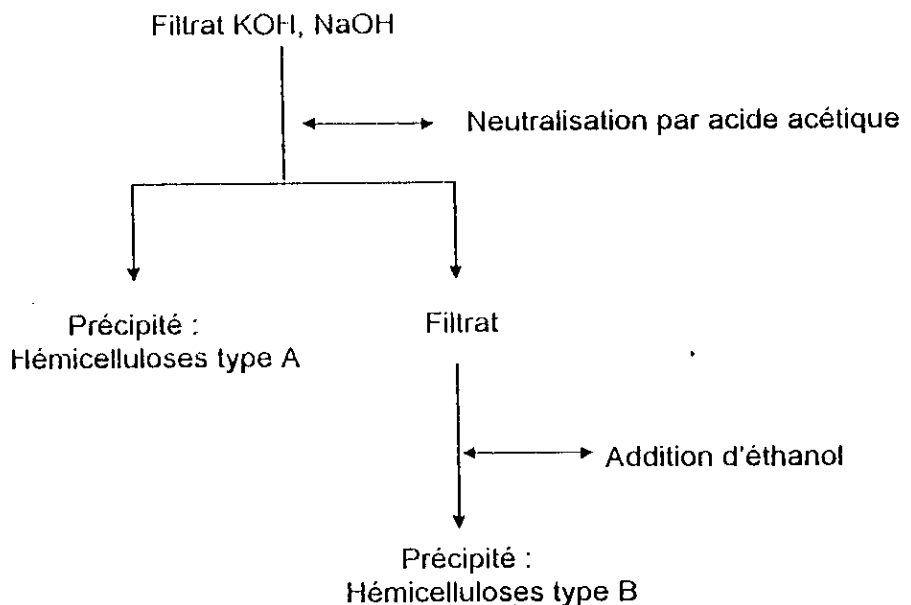


Figure I-5 : Caractérisation du grignon d'olive ; Procédure de fractionnement n°3 [1, 8].



**Figure I-6 : Caractérisation des hémicelluloses ;
Procédures de fractionnement des hémicelluloses [1].**

I-3- Caractérisation des hémicelluloses :

I-3-1- Introduction :

La première étape pour déterminer la composition chimique d'un polysaccharide est une hydrolyse acide qui mène aux constituants monomères. Les conditions sous lesquelles s'effectue l'hydrolyse doivent être choisies avec soin car elles doivent tenir compte d'une part de la différence de stabilité des sucres monomères dans le milieu acide choisi, et d'autre part, des différences de vitesse d'hydrolyse existant entre les liaisons glycosidiques [12].

Plusieurs types d'acides peuvent être utilisés à cet effet. Parmi les acides minéraux, l'acide sulfurique reste le plus utilisé, il présente l'avantage d'être moins agressif vis-à-vis des monosaccharides à savoir ; 18h dans H₂SO₄ 2N pour les oses neutres et 1h dans H₂SO₄ 1N pour tous les monosaccharides. L'acide chlorhydrique et l'acide fluorhydrique sont aussi utilisés. Parmi les acides organiques, l'acide trifluoroacétique offre de part sa volatilité importante l'avantage d'être facilement éliminé en fin d'opération [12, 13].

La seconde étape dans la détermination de la composition des polysaccharides est l'identification et le dosage des différents oses en question. Celle-ci peut s'effectuer par les différentes techniques chromatographiques, sur papier, en couche mince, sur colonne d'échange d'ions, en phase gazeuse et par colorimétrie [12, 13, 14].

I-3-2- Application à la caractérisation des hémicelluloses du grignon d'olive :

Dans le but d'aboutir à une hydrolyse maximale des hémicelluloses sans dégradation importante, nous avons opté pour une attaque à l'acide sulfurique 1N à 100°C pendant une durée de 1 heure précédée par une pré-hydrolyse à l'acide sulfurique 24N à température ambiante pendant 5 minutes. Les deux types d'hydrolysât obtenus sont représentés dans la figure I-7 par :

Echantillon1 : Hydrolysât obtenu après attaque acide sur les hémicelluloses extraites à partir de grignon d'olive prétraité. L'analyse de celui-ci permet d'identifier les oses monomères constituant les hémicelluloses pouvant directement être extraites par une solution alcaline de soude.

Echantillon2 : Hydrolysât obtenu après attaque acide sur le grignon d'olive prétraité.

L'analyse de celui-ci permet d'avoir une idée sur les oses monomères constituant les hémicelluloses existantes dans le végétal.

Le prétraitement se fait par une solution de potasse 0,1N suivi d'un double rinçage (2 fois 15 minutes) à l'eau bouillante, et a comme objectif de d'extraire le maximum de pectines et de gonfler les fibres pour permettre une meilleure pénétration du solvant d'extraction des hémicelluloses.

Les deux types d'échantillons obtenus font l'objet d'une caractérisation chimique. Celle-ci est menée à terme par des méthodes de dosages colorimétriques, par chromatographie sur papier puis en phase gazeuse.

La chromatographie sur papier effectuée sur l'hydrolysât nous permet d'établir d'une façon primaire la qualité des unités structurales rentrant dans la composition des hémicelluloses. Le dosage des acides glucuroniques et des sucres neutres totaux se font par colorimétrie, les mesures colorimétriques ne pouvant en fait se faire directement sur les hémicelluloses, elles se font par conséquent sur les sucres libérés après hydrolyse de celles-ci.

Enfin, la composition de ces oses neutres se fait par chromatographie en phase gazeuse.

1-3-2-1- Chromatographie sur papier :

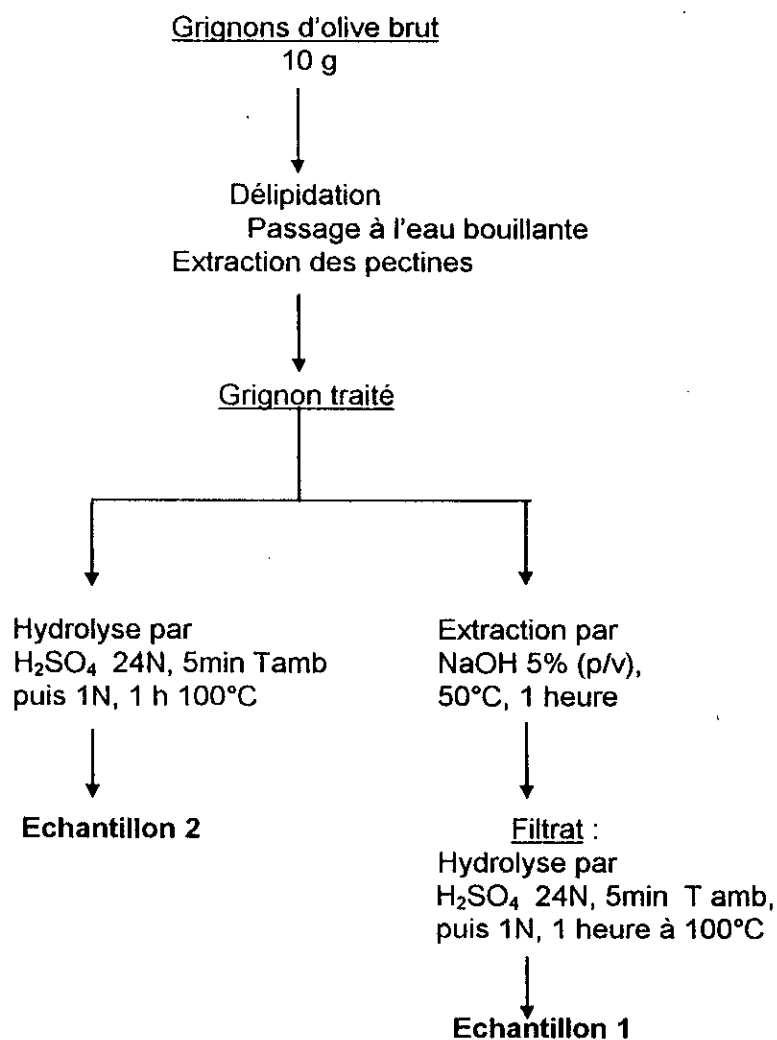
La chromatographie sur papier est effectuée sur les deux échantillons, et dans les deux cas, les échantillons sont neutralisés par l'hydroxyde de Baryum puis filtrés. Ils sont ensuite appliqués sur du papier chromatographique Whatman n°1 en même temps que des solutions témoins de monosaccharides (arabinose, galactose, glucose, xylose, acide glucuronique, mélange). L'élution se fait en parallèle dans deux systèmes de solvants préparés dans les rapports suivants [14] :

Système1 : n-Butanol - Ethanol - H₂O (4 : 1: 2,2)

Système2 : Phénol saturé d'eau.

La révélation des taches nécessite l'utilisation de réactif. Pour cela, le chromatogramme préalablement séché est immergé dans une solution d'aniline hydrogène phtalate préparée en dissolvant 9,2 ml d'aniline avec 16 g d'acide phtalique dans un mélange de 490 ml de n-Butanol, 490 ml d'éther diéthylique et 20 ml d'eau [14], puis chauffé à l'étuve à 110°C jusqu'à développement des colorations

caractéristiques. Une bonne séparation nécessite un temps de développement supérieur à 24 h.



**Figure I-7 : Caractérisation des hémicelluloses.
Préparation des échantillons.**

I-3-2-2- Dosage des acides glucuroniques :

La teneur en acides glucuroniques est déterminée par colorimétrie selon la méthode au métahydroxydiphénol (MHDP) dont le principe repose, sur la condensation de dérivés du furfural formés par chauffage en milieu acide avec ce réactif.

Le MHDP donne avec les acides uroniques, en milieu sulfurique et à chaud, un complexe coloré (rose violacé) dont l'absorbance à 520 nm est proportionnelle à la concentration en acides uroniques[2,13]. Cette méthode, très sensible, est

spécifique des acides uroniques, les interférences avec les oses neutres étant négligeables. Le mode opératoire est indiqué dans l'annexe 2.

1-3-2-3- Dosage des oses neutres :

La teneur en oses neutres se fait aussi par colorimétrie. La méthode utilisée est dite méthode du " phénol sulfurique ", celle-ci en fait donne une estimation globale sur les sucres totaux à voir ; les oses neutres et acides.

Le phénol sulfurique donne en fait avec les oses, en milieu sulfurique et à chaud un complexe coloré dont l'absorbance à 480 nm est proportionnelle cette fois, à la concentration en sucres totaux [2, 13]. Le mode opératoire utilisé est décrit dans l'annexe 3.

1-3-2-4- Chromatographie en phase gazeuse :

Une identification et une quantification précise de la qualité et de la quantité relative des sucres neutres composant les chaînes structurales des hémicelluloses peut se faire par chromatographie en phase gazeuse. Les sucres dans leur état naturel sont très peu volatils, une modification chimique devient alors indispensable. Dans ce sens, chaque sucre est transformé en son alditol (polyalcool) correspondant puis en son dérivé acétylé par une réaction dite d'acylation. L'identification et la quantification sont faites par utilisation de solutions étalons [1, 2, 15, 16]. Le mode opératoire concernant les réactions de transformations est donné dans l'annexe 4.

1-3-3- Résultats et discussion :

La coloration des taches révélées et le calcul des facteurs de rétention après chromatographie sur papier montre que :

- L'hydrolysât de l'échantillon 1 comporte le xylose (tache la plus nette), d'arabinose, de glucose et d'acide glucuronique.
- L'hydrolysât de l'échantillon 2 comporte en plus des trois sucres suscités, une certaine quantité de glucose et de mannose.

Les résultats des analyses par colorimétrie et par CPG sont rassemblés et résumés dans le tableau 1-4.

La chromatographie en phase gazeuse effectuée sur l'échantillon 1 montre que la composition en oses neutre est majoritairement constituée de xylose puis d'arabinose. La quantité d'oses acides déterminée par colorimétrie et leur qualité déterminée par chromatographie sur papier permettent ensuite de conclure que les hémicelluloses en question sont glucuronoarabinoxylane. Le rapport acides uroniques sur sucres totaux déterminé après dosage colorimétrique est de 0,071. Les uronoarabinoxylanes en question comporte donc, en moyenne, une unité sucre acide pour 14 unités de sucres totaux.

Tableau 1-4 : Caractéristiques chimiques des échantillons. Composition en % des oses totaux.

Echantillons	A.Uronique	Xylose	Arabinose	Glucose	Mannose	Galactose
1	7,1	76,4	13,2	3,3	-	-
2	6,9	59,6	11,3	10,4	9,7	2,1

L'interprétation des résultats de la chromatographie en phase gazeuse permet aussi de faire la remarque sur la quantité de glucose et mannose détectée dans l'échantillon 2. Il est peu probable, vu les conditions d'hydrolyse peu sévères, qu'il y ai dépolymérisation notable de la cellulose. Ainsi l'origine du glucose détecté ne peut être la cellulose mais les hémicelluloses, polymères probables de glucose de mannose et d'acide uronique, coexistants avec les uronoarabinoxylanes dans le substrat végétal. Ce type d'hémicelluloses n'est pas extractibles, en effet, sans délignification préalable. Dans ce cas, la part de ces hémicelluloses est de près de 20 % des hémicelluloses totales. Les glucuronoarabinoxylanes sont par contre majoritaire et représentent 78% de la totalité des hémicelluloses existant dans le substrat végétal.

1-4- Conclusion :

Nous pouvons avancer, à ce stade de l'étude, que nous sommes en présence d'un substrat végétale potentiellement riche en hémicelluloses (de l'ordre de 30% de la MS), principalement des glucuronoarabinoxylanes (78% des hémicelluloses totales soit ; 23 % de la MS), dont l'extraction peut se faire directement avec des

solutions de soude sans délignification préalable. Notons, toutefois, que des extractions successives effectuées jusqu'à atteindre l'équilibre sur un échantillon de grignon d'olive broyé ont aboutit à une teneur en hémicelluloses extractibles voisine de 18%.

L'optimisation de l'extraction et la définition des conditions opératoires qui en découlent constituent une partie très importante de la mise en œuvre d'un procédé. C'est d'elles que dépend d'une grande part la qualité et la quantité du produit désiré. L'optimisation, elle-même étant une fin, nécessite l'élaboration de toute une étude théorique et expérimentale préalable dont l'objectif est d'apporter une série d'informations nécessaires à cette même optimisation.

Le présent travail a pour but l'étude de l'extraction des hémicelluloses du grignon d'olive par la détermination des paramètres opératoires influents et l'optimisation de ceux-ci. Le problème a été abordé suivant une méthodologie qui a permis d'affiner de proche en proche les résultats obtenus.

II-1- Recherche exploratoire :

D'une façon générale, les paramètres qui influent sur l'extraction peuvent être d'ordre qualitatif (choix du solvant par exemple) ou quantitatif (température, durée de l'extraction, etc...). La réponse quant à elle peut être unique et correspondre à un rendement d'extraction par exemple ou multiple et correspondre au rendement et à la sélectivité de l'extraction.

Constituée essentiellement par une recherche bibliographique [1, 3, 5, 8, 9] et une série d'expérimentations préliminaires, la recherche exploratoire que nous avons menée nous a permis d'opter pour une extraction des hémicelluloses par des solutions aqueuses de NaOH de concentrations comprises entre 2% (p/v) et 8% (p/v) pour lesquelles, les températures opératoires varient entre 20°C et 80°C (la limite supérieure est conditionnée par le fait que l'extraction ne devient plus sélective et d'importantes quantités de co-produits indésirables peuvent être

extraites), le rapport entre le volume de solvant d'extraction utilisé et la masse du substrat végétal (hydromodule) est compris entre 10 à 20 ml de solvant par gramme de substrat à traiter et les durées des extractions allant de 1 h à 3 h. Ces facteurs sont quantitatifs et leurs variations peuvent être continues.

Trois autres facteurs considérés comme qualitatifs sont pris en considération. Ainsi, l'effet du prétraitement à la potasse qui en gonflant les fibres facilite l'accès au solvant d'extraction, l'effet de la granulométrie introduit par l'étude de deux fractions de diamètres différents (grignon brut de diamètre moyen de 2,7 mm et une fraction de grignon d'olive de granulométrie plus fine de taille comprise entre 1.4 mm et 2 mm) et l'effet de l'agitation (passage d'une extraction sans agitation à une extraction dans un réacteur uniformément agité) sont mis en évidence. Ces derniers facteurs étant qualitatifs, leur choix se limite à l'une de leurs deux valeurs proposées.

Les expressions des variables codées X_i , citées dans [17], en fonction des variables réelles choisies sont données par les expressions ci-dessous.

$$X_1 = \frac{T - \frac{(80+20)}{2}}{\frac{(80-20)}{2}}, \quad X_2 = \frac{[NaOH] - \frac{(8+2)}{2}}{\frac{(8-2)}{2}}, \quad X_3 = \frac{Hm - \frac{(20+10)}{2}}{\frac{(20-10)}{2}}, \quad X_4 = \frac{t - \frac{(3+1)}{2}}{\frac{(3-1)}{2}} \quad (II-1)$$

dans lesquelles :

$$-1 \leq X_i \leq +1 \text{ et ;}$$

T : température d'extraction en °C.

[NaOH] : concentration de la soude en p/v.

Hm : hydromodule ; rapport entre quantité de solvant et quantité de solide en ml /g.

t : durée d'extraction.

La réponse (variable addimentionnelle Y) est unique dans ce cas et est définie par le rapport entre la quantité des hémicelluloses extraites à la quantité des hémicelluloses extractibles estimée à 18% de la matière sèche (MS).

II-2- Criblage des paramètres opératoires :

Cette phase d'étude a pour objectif de définir de façon grossière et rapide les effets des différents facteurs pouvant influencer sur le rendement de l'extraction.

II-2-1- Stratégie expérimentale et planification des expériences :

Lorsqu'on se trouve confronté à étudier les effets d'un nombre k élevé de facteurs, le nombre d'expériences nécessaire pour élaborer une planification factorielle complète de type 2^k devient rapidement important. Une variation de sept paramètres nécessite déjà 2^7 , soit 128 mesures expérimentales correspondant à 127 degrés de liberté. Sur ces 127 degrés de liberté, seulement 7 correspondent en fait à des effets individuels, 21 degrés sont rattachés à des effets d'interactions binaires. Les 99 degrés de libertés restants correspondent à des effets d'interaction d'ordre plus élevé [18, 19].

Si l'on peut raisonnablement supposer que les interactions d'ordre supérieur à 2 peuvent être négligées, les informations concernant les effets individuels et d'ordre deux peuvent être obtenus donc en exploitant seulement une fraction de la matrice factorielle complète 2^k . Cette fraction est dite alors matrice factorielle fractionnaire. Il devient dès lors possible de construire une stratégie de résolution notée III, pour étudier $k=N-1$ facteurs en n'effectuant que N mesures expérimentales. N dans ce cas est un multiple de 4.

L'étude des effets liés à 7 paramètres opératoires en utilisant cette stratégie expérimentale requière donc 2_{III}^{7-4} , soit 8 expériences représentant une fraction de 1/16 de la matrice factorielle complète 2^7 .

La matrice 2_{III}^{7-4} est élaborée en écrivant en premier lieu les niveaux + et - (+1 et - 1) pour les $2^3 = 8$ expérimentations correspondant aux facteurs X_1, X_2, X_3 , puis en associant les niveaux + et - des quatre autres facteurs restants aux interactions engendrées par les premiers facteurs soit X_4, X_5, X_6, X_7 . Soit :

$$X_4 = X_1X_2; \quad X_5 = X_1X_3; \quad X_6 = X_2X_3; \quad X_7 = X_1X_2X_3.$$

Les générateurs (colonnes identités) notés I s'obtiennent dans ce cas par les produits suivants :

$$I = X_1X_2X_4; \quad I = X_1X_3X_5; \quad I = X_2X_3X_6; \quad I = X_1X_2X_3X_7.$$

La matrice factorielle fractionnaire s'écrit alors :

Tableau II-1- : Matrice d'expérience 2⁷⁻⁴.

Facteur n° exp	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₇
1	-	-	-	+	+	+	-
2	+	-	-	-	-	+	+
3	-	+	-	-	+	-	+
4	+	+	-	+	-	-	-
5	-	-	+	+	-	-	+
6	+	-	+	-	+	-	-
7	-	+	+	-	-	+	-
8	+	+	+	+	+	+	+

Tableau II-1-bis : Estimation des effets E'xi

$$\begin{aligned} A_1 &\rightarrow a_1 + a_{24} + a_{35} + a_{67} \\ A_2 &\rightarrow a_2 + a_{14} + a_{36} + a_{57} \\ A_3 &\rightarrow a_3 + a_{15} + a_{26} + a_{47} \\ A_4 &\rightarrow a_4 + a_{12} + a_{37} + a_{56} \\ A_5 &\rightarrow a_5 + a_{13} + a_{27} + a_{46} \\ A_6 &\rightarrow a_6 + a_{23} + a_{17} + a_{46} \\ A_7 &\rightarrow a_7 + a_{34} + a_{25} + a_{16} \end{aligned}$$

La relation de définition complète pour cette stratégie est obtenue en multipliant les quatre générateurs : $I = X_1X_2X_4; I = X_1X_3X_5; I = X_2X_3X_6; I = X_1X_2X_3X_7$ ensemble, 2 à la fois, 3 à la fois, puis 4 à la fois[18][19]. On aboutit ainsi à :

$$\begin{aligned} I &= X_1X_2X_4 = X_1X_3X_5 = X_2X_3X_6 = X_1X_2X_3X_7 = X_2X_3X_4X_5 = X_1X_3X_4X_6 = X_3X_4X_7 = \\ &X_1X_2X_5X_6 = X_2X_5X_7 = X_1X_6X_7 = X_4X_5X_6 = X_1X_4X_6X_7 = X_3X_5X_6X_7 = X_2X_4X_6X_7 = \\ &X_1X_2X_3X_4X_5X_6X_7. \end{aligned}$$

Les aliasés (variables ayant la même structure et dont les effets sont estimés simultanément) de l'effet sont déterminés en multipliant l'effet par chacun des mots dans la relation de définition. Dans ce sens les aliasés de X₂ sont :

$$\begin{aligned} X_2 &= X_1X_4 = X_1X_5 = X_3X_6 = X_1X_3X_7 = X_3X_4X_5 = X_1X_2X_3X_1X_6 = X_2X_3X_4X_7 = \\ &X_1X_5X_6 = X_5X_7 = X_1X_2X_6X_7 = X_2X_4X_5X_6 = X_1X_2X_4X_5X_7 = X_2X_3X_5X_6X_7 = X_4X_6X_7 \\ &= X_1X_3X_4X_5X_6X_7. \end{aligned}$$

Comme cela est indiqué, chaque effet possède 15 aliasés, cependant en appliquant l'hypothèse déjà établie (interaction d'ordre 3 et plus négligeable), on

engendre des simplifications importantes qui aboutissent aux expressions du tableau II-1-bis.

De plus, en combinant des matrices factorielles fractionnaires dans lesquelles certains ou la totalité des signes (selon le besoin) seront inversés, on peut systématiquement isoler les effets potentiellement intéressants. La structure des aliasés pour n'importe quelle fraction est donc obtenue en effectuant des changements dans les signes de facteurs appropriés dans la matrice originelle[18].

Si on inverse par exemple, la totalité des signes de la matrice originelle, on obtient une seconde stratégie expérimentale 2_{III}^{7-3} donnée par le tableau II-2.

La combinaison entre les deux fractions donne les estimations des effets principaux et les effets d'interactions binaires regroupés dans le tableau II-3.

Tableau II-2 : Matrice d'expérience 2^{7-4} (suite).

Facteur n° exp	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₇
9	+	+	+	-	-	-	+
10	-	+	+	+	+	-	-
11	+	-	+	+	-	+	-
12	-	-	+	-	+	+	+
13	+	+	-	-	+	+	-
14	-	+	-	+	-	+	+
15	+	-	-	+	+	-	+
16	-	-	-	-	-	-	-

Tableau II-2-bis : Estimation des effets E'xi

$$\begin{aligned}
 A'_1 &\rightarrow a_1 - a_{24} - a_{35} - a_{67} \\
 A'_2 &\rightarrow a_2 - a_{14} - a_{36} - a_{57} \\
 A'_3 &\rightarrow a_3 - a_{15} - a_{26} - a_{47} \\
 A'_4 &\rightarrow a_4 - a_{12} - a_{37} - a_{56} \\
 A'_5 &\rightarrow a_5 - a_{13} - a_{27} - a_{46} \\
 A'_6 &\rightarrow a_6 - a_{23} - a_{17} - a_{46} \\
 A'_7 &\rightarrow a_7 - a_{34} - a_{25} - a_{16}
 \end{aligned}$$

Tableau II-3 : Estimation des effets principaux et des effets d'interactions binaires

X _i	A partir de (A _i + A' _i)/2	A partir de (A _i - A' _i)/2
X ₁	a ₁	a ₂₄ + a ₃₅ + a ₆₇
X ₂	a ₂	a ₁₄ + a ₃₆ + a ₅₇
X ₃	a ₃	a ₁₅ + a ₂₆ + a ₄₇
X ₄	a ₄	a ₁₂ + a ₃₇ + a ₅₆
X ₅	a ₅	a ₁₃ + a ₂₇ + a ₄₆
X ₆	a ₆	a ₂₃ + a ₁₇ + a ₄₆
X ₇	a ₇	a ₃₄ + a ₂₅ + a ₁₆

II-2-2- Application à l'extraction des hémicelluloses :

L'application de la stratégie expérimentale développée ci-dessus à l'extraction des hémicelluloses mène au plan des expériences et résultats mentionnés dans le

tableau II-4 dans lequel le rendement est défini par le rapport entre la quantité des hémicelluloses extraites à la quantité des hémicelluloses extractibles fixée à 18% de la matière sèche (MS).

Tableau II-4 : Plan des expériences et résultats.

n° exp	T° C	[NaOH] % p/v	Hm ml/g	Temps h	Prétraitement	Granulométrie	Agitation tr/min	Rendement Y %
1	20	2	10	3	Avec	Fine	0	15,9
2	80	2	10	1	Sans	Fine	400	23,5
3	20	8	10	1	Avec	Brut	400	29,5
4	80	8	10	3	Sans	Brut	0	21,8
5	20	2	20	3	Sans	Brut	400	14,5
6	80	2	20	1	Avec	Brut	0	21,7
7	20	8	20	1	Sans	Fine	0	31,2
8	80	8	20	3	Avec	Fine	400	24,7

n° exp	T° C	[NaOH] % p/v	Hm ml/g	Temps h	Prétraitement	Granulométrie	Agitation Tr/min	Rendement Y %
9	80	8	20	1	Sans	Brut	400	32,1
10	20	8	20	3	Avec	Brut	0	30,8
11	80	2	20	3	Sans	Fine	0	24,8
12	20	2	20	1	Avec	Fine	400	20,8
13	80	8	10	1	Avec	Fine	0	32,9
14	20	8	10	3	Sans	Fine	400	33,2
15	80	2	10	3	Avec	Brut	400	29,3
16	20	2	10	1	Sans	Brut	0	6,2

L'effet biaisé du facteur i est la variation de la réponse lorsque la variable codée X_i correspondante augmente d'une unité. Son estimation A_i est déterminée en faisant la demi-différence entre la moyenne arithmétique des résultats obtenus lorsque X_i est au niveau +1 et la moyenne des résultats obtenus quand X_i est au niveau -1 [18][19]. Par exemple, l'estimation A_1 de l'effet 1 du facteur température (biaisé) est calculé pour chaque matrice par :

$$A_1 = [(23,5+21,8+21,7+24,7)/4 - (15,9+29,5+14,5+31,5)/4]/2 = 0,075$$

$$A'_1 = [(32,1+24,8+32,9+29,3)/4 - (30,8+20,8+33,2+6,2)/4] / 2 = 3,512$$

$$a_1 = (A_1 + A'_1) / 2 = 1,79$$

et

$$a_{24} + a_{35} + a_{67} = (A_1 - A'_1) / 2 = -1,72$$

Nous obtenons ainsi les estimations des effets individuels suivantes :

1- Température :	$a_1 = 1,79$	2- [NaOH] :	$a_2 = 4,97$
3- Hydromodule (Hm) :	$a_3 = 0,52$	4- Temps d'extraction :	$a_4 = -0,18$
5-Prétraitement :	$a_5 = 1,40$	6- Granulométrie :	$a_6 = 1,40$
7- Agitation :	$a_7 = 1,39$		

avec ;

$$a_0 = (\sum Y) / 16 = 24,6.$$

II-2-3- Interprétations :

La valeur $a_6 = 1,4$ indique que le rendement augmente en moyenne de 2. $1,4 = 2,8$ % lorsqu'on passe d'un substrat brut à un échantillon broyé jusqu'à une granulométrie moyenne de 1,7 mm (fraction dont la taille est comprise entre 1,4 mm et 2 mm). Ce résultat est prévisible du moment où plus la granulométrie du substrat est fine plus l'accessibilité du solvant est aisée et plus le soluté diffuse plus facilement. La contribution positive du prétraitement est aussi bien mis en évidence par l'estimation de son effet, le rendement de l'extraction augmente de près de 2,3% ($1,14 \cdot 2$). La solution de potasse faiblement concentrée fait gonfler les fibres des parois des cellules végétales, facilite ainsi le passage des hémicelluloses sans toutefois les extraire. En réalité, les deux facteurs énumérés sont liés car, au-delà des propriétés intrinsèques du système solide - soluté - solvant, mieux le substrat est broyé, plus il y a pénétration de la solution de prétraitement. Ces deux facteurs étant qualitatifs, leur optimisation se limite au choix d'un des deux niveaux proposés.

La valeur $a_7 = 1,39$ signifie que le rendement entre une extraction effectuée dans un réacteur non agité et un réacteur uniformément agité diffère de près de 2,8 %. Nous prenons ce paramètre comme étant qualitatif et son choix se limite comme pour les deux premiers à l'une des deux valeurs proposées.

Le fait le plus important et le plus discutable néanmoins, est que la température ait un effet plus faible que celui de la concentration de la soude et de même ordre de grandeur que celui du prétraitement, de l'hydromodule ou même de

l'agitation (1,79 contre 4,97 ; 1,14 et 1,4). Il apparaît clairement d'après les résultats résumés dans le tableau III-1et III-2 et l'analyse des valeurs des effets mentionnés qu'une température trop importante affecte négativement le rendement d'extraction. En fait la température et la concentration en NaOH favorisent l'extraction mais, une extraction prolongée à haute température peut provoquer une chute du rendement d'extraction. Deux phénomènes peuvent contribuer à rendre l'extraction moins efficace :

- Un phénomène physique de gonflement de la cellulose qui s'opère en général à haute température associé à un temps d'extraction plus ou moins important et qui conduit à une réduction de l'accessibilité des hémicelluloses ainsi qu'à la limitation de leur diffusion vers la solution extractante [20].
- Un phénomène de dégradation chimique des hémicelluloses par lequel, les oses réducteurs situés à l'extrémité terminale des polysaccharides se transforment à travers des réactions d'isomérisation et d'arrangement en dérivés carboxyliques, en dérivés cétoniques (cétoses) ou en acides sacchariniques. Des réactions de dépolymérisation, dites de peeling, procèdent ensuite par une β -alkoxy élimination récurrente des liaisons glycosidiques au sein de la chaîne de polysaccharide jusqu'à l'obtention, par une réaction d'arrêt, d'un groupement terminal stable en milieu alcalin. Une autre réaction quoi que nécessitant des conditions plus sévères peut contribuer à la dégradation des hémicelluloses. Il s'agit de l'hydrolyse basique [1, 20].

Au-delà de ces résultats préliminaires, aucun des effets individuels n'apparaît suffisamment faible pour être négligé. Notons enfin que les estimations faites sur les effets d'interaction binaires à partir du tableau II-3 montrent qu'il n'y a non plus aucun effet d'interaction binaire majoritaire. Une étude complémentaire est alors indispensable pour voir de plus près l'influence des différents facteurs quantitatifs. Nous la détaillons dans le paragraphe suivant.

II-3- Etude quantitative des paramètres opératoires :

Dans cette étude, nous avons élaboré une nouvelle stratégie expérimentale dans laquelle la température est limitée à 60°C. Cette limitation vient du fait que le

rendement d'extraction en hémicelluloses décroît au voisinage de 80°C. Nous avons alors étudié les effets principaux et binaires des différents facteurs ; température, concentration, hydromodule et temps de contact, soit : X_1 , X_2 , X_3 et X_4 , en fixant les variables codées relatives aux autres paramètres à leurs niveaux supérieurs ; $X_5 = X_6 = X_7 = +1$. Nous effectuons donc les essais sur un échantillon de grignon d'olive de granulométrie fine, préalablement prétraité et dans un réacteur uniformément agité.

La stratégie expérimentale considérée est constituée par une matrice factorielle entière de type 2^4 soit 16 essais complétés par des expériences au centre du domaine expérimental, au niveau 0 pour chaque paramètre. Ces derniers permettent de vérifier la reproductibilité des résultats.

La matrice d'expérimentation est décrite dans le tableau II-6, le plan d'expériences correspondant et les résultats sont réunis dans le tableau II-7.

Tableau II-6 : Matrice d'expérience 2^4 .

n°exp	X_1	X_2	X_3	X_4	n°exp	X_1	X_2	X_3	X_4
17	-	-	-	-	27	-	+	-	-
18	+	-	-	+	28	+	+	-	+
19	-	+	-	+	29	-	-	+	-
20	+	+	-	-	30	+	-	+	+
21	-	-	+	+	31	-	+	+	+
22	+	-	+	-	32	+	+	+	-
23	-	+	+	-	33	0	0	0	0
24	+	+	+	+	34	0	0	0	0
25	-	-	-	+	35	0	0	0	0
26	+	-	-	-	36	0	0	0	0

L'utilisation d'une telle stratégie permet d'exprimer le rendement de l'extraction comme fonction polynomiale des variables codées choisies, X_1 , X_2 , X_3 et X_4 . L'expression générale est dans ce cas [19][21] :

$$Y = b_0 + \sum_i b_i X_i + \sum_{ij} b_{ij} X_i X_j + \sum_{ijk} b_{ijk} X_i X_j X_k + \dots \quad (\text{II-2})$$

Le modèle réduit contient donc 2^4 coefficients (b_i , b_{ij} , b_{ijk} , ...) qui sont les inconnues. L'ensemble des résultats conduit néanmoins à un système de 2^4 équations à 2^4 inconnues que l'on peut exprimer sous une forme matricielle par :

$$B X = Y \quad (II-3)$$

Le vecteur Y est composé, dans ce cas, des réponses des essais, le vecteur B a pour composantes les coefficients du modèle à déterminer, et la matrice carrée $(2^4, 2^4)$ X obtenue en complétant la matrice d'expérience du tableau II-6 par les colonnes X_i et de la combinaison de leurs produits $X_i X_j$, $X_i X_j X_k$, $X_i X_j X_k X_l$ [18, 19, 22].

L'estimation des coefficients du modèle nécessite par conséquent la résolution du système décrit par l'équation II-3.

La matrice X étant orthogonale son produit avec sa matrice transposée est donné par :

$$X' X = n I \quad (II-4)$$

et les coefficients du modèle sont calculés directement par :

$$B = \frac{1}{n} X' Y \quad (II-5)$$

Tableau II-7 : Plan d'expérimentation et résultats.

n° exp	T° C	[NaOH] % p/v	Hm ml/g	t h	Rendement Y %
17	20	2	10	1	15,10
18	60	2	10	3	40,35
19	20	8	10	3	37,55
20	60	8	10	1	39,50
21	20	2	20	3	24,10
22	60	2	20	1	46,20
23	20	8	20	1	41,00
24	60	8	20	3	59,80
25	20	2	10	3	19,70
26	60	2	10	1	43,74
27	20	8	10	1	33,59
28	60	8	10	3	46,80
29	20	2	20	1	20,75
30	60	2	20	3	49,82
31	20	8	20	3	38,04
32	60	8	20	1	49,35
33	40	5	15	2	38,78
34	40	5	15	2	40,06
35	40	5	15	2	36,70
36	40	5	15	2	41,22

Remarque : La numérotation tient compte des 16 expériences déjà effectuées. Les expériences 33 - 36 sont des essais répétitifs au centre du domaine.

La détermination des coefficients a permis d'écrire le modèle mathématique suivant l'expression :

$$\begin{aligned}
 Y = & 37,84 + 9,11X_1 + 5,37X_2 + 3,30X_3 + 1,68X_4 - 3,45X_1X_2 + 1,05X_1X_3 \\
 & + 0,56X_1X_4 + 0,55X_2X_3 + 0,66X_2X_4 + 0,12X_3X_4 + 0,82X_1X_2X_3 + \\
 & 1,53X_1X_2X_4 + 1,15X_1X_3X_4 - 0,60X_2X_3X_4 + 0,11X_1X_2X_3X_4
 \end{aligned}
 \tag{II-6}$$

où les coefficients ne sont autre que les effets principaux respectivement ; température (1), concentration (2), hydromodule (3) et temps(4) et d'interaction ainsi :

$$\begin{aligned}
 a_1 &= 9,11 & a_2 &= 5,37 & a_3 &= 3,30 & a_4 &= 1,68 \\
 a_{12} &= -3,45 & a_{13} &= 1,05 & a_{14} &= 0,56 & a_{23} &= 0,55 & a_{24} &= 0,66 & a_{34} &= 0,12 \\
 a_{123} &= 0,82 & a_{124} &= 1,53 & a_{134} &= 1,15 & a_{234} &= -0,60 \\
 a_{1234} &= 0,11 & a_0 &= 37,84
 \end{aligned}$$

La lecture qu'on peut faire est que les effets principaux les plus importants sont dus à la température (variable X_1), à la concentration de la soude (variable X_2) et dans une moindre mesure à l'hydromodule (variable X_3). La réponse croit (coefficient positif) en moyenne de 18,22 % ($2 \cdot 9,11$) quand on passe de 20°C à 60°C. La même remarque peut être faite pour les autres

effets individuels. Pour les effets d'interactions, seul paraît important le coefficient a_{12} de l'effet d'interaction température – concentration. Son interprétation est facilitée par l'analyse de la figure II-1 construite comme suit :

Chaque sommet carré représente une Combinaison des niveaux des deux facteurs température et concentration [18]. Par exemple, le coin en haut à gauche correspond à la température de 20°C et à la concentration de 8%.

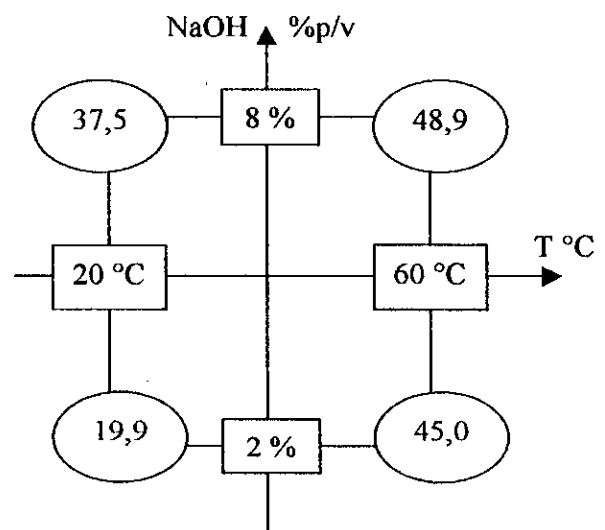


Figure II-1 : Interprétation de l'interaction température - concentration.

La valeur 37,5 est obtenue en faisant la moyenne des résultats expérimentaux issus des expériences effectuées sous ces conditions (exp n° 19, 23, 27, 31), soit : $(37,5 + 41,0 + 33,6 + 38,0) = 37,5$.

Quand la température est au niveau bas (20°C), le passage d'une solution de NaOH de 2 % à 8 % fait augmenter le rendement de près de 20 % (37,5 - 19,9). A 60°C par contre pour la même augmentation de concentration, l'amélioration en rendement ne dépasse guère les 4 %. Ce résultat montre que l'effet de la température n'est pas constant, mais au contraire il dépend du niveau des autres facteurs.

L'expression du modèle proposé peut être simplifiée après test de Student [23] effectué sur chaque terme et après validation de la nouvelle expression obtenue par test de Fischer [23] à :

$$Y = 37,84 + 9,11X_1 + 5,37X_2 + 3,30X_3 + 1,68X_4 - 3,45X_1X_2 + 1,05X_1X_3 + 0,82X_1X_2X_3 + 1,53X_1X_2X_4 + 1,15X_1X_3X_4 \quad (\text{II-7})$$

II-4- Optimisation de l'extraction :

Le calcul de l'optimum de la fonction mathématique représentant le modèle passe par la résolution du système d'équation suivant :

$$\frac{\partial Y}{\partial X_i} = 0 \quad i = 1, \dots, 4 \quad (\text{II-8})$$

L'optimum obtenu en résolvant le système d'équations précédent se trouve à l'extérieur du domaine expérimental et l'utilisation du modèle en question (incomplet) pour la détermination des conditions optimales semble inadéquat. L'établissement d'un modèle polynomial du second degré, plus complet, pouvant prédire en tout point du domaine expérimental les valeurs qui seraient obtenues par expérimentation nécessite la mise en œuvre d'une toute autre stratégie expérimentale basée sur l'étude quantitative des réponses par les matrices de Doehlert ou les matrices composites. Une autre voie pour atteindre l'optimum sans modélisation consiste à utiliser la méthode du simplex [18, 19, 24].

L'algorithme du simplexe est un procédé qui permet de se déplacer d'un point extrême de l'ensemble des points réalisables jusqu'à un autre point extrême, mais adjacent au premier, de façon que la valeur à maximiser se trouve améliorée avec chaque déplacement, soit jusqu'à trouver la solution du programme, soit jusqu'au moment où l'on établit que la solution n'existe pas.

Pour étudier k facteurs, par exemple, la matrice d'expérience initiale est constituée de $k+1$ expériences représentant les points extrêmes d'une figure géométrique régulière, appelée simplexe, dans un espace à k dimensions. Une fois les expériences initiales effectuées, l'expérience pour laquelle la réponse est la plus mauvaise est remplacée par une nouvelle expérience qui est son symétrique par rapport au centre de gravité des k autres sommets du simplexe. Ainsi, chaque nouvelle expérience (point extrême) apporte une information qui permet de choisir l'expérience suivante [18, 19, 24].

Lors de l'étude des paramètres influants sur l'extraction des hémicelluloses du grignon d'olive, il a été établi que les effets les plus importants et par ordre de priorité sont au nombre de trois ; la température d'extraction, la concentration de soude et à un moindre effet l'hydromodule. L'optimisation par utilisation de la progression du simplexe engendre, dans ce cas où on a à traiter trois paramètres, un tétraèdre régulier dans un espace à trois dimensions, où il est délicat de déterminer la position du point symétrique de l'expérience la plus mauvaise. Aussi, puisque l'effet de l'hydromodule nous semble le moins important parmi les trois, nous avons fixé sa valeur au centre ($X_3 = 0$). L'étude se ramène ainsi à l'étude de deux paramètres où le simplexe de départ, triangle équilatéral, est le plus souvent donné par le plan d'expérience du tableau II-8:

Tableau II-8: Coordonnées du Simplex initial

Points	Facteurs	X_1	X_2
1		0	0
2		p	q
3		q	p

$$\text{Avec ; } p = \frac{k-1+\sqrt{k+1}}{k\sqrt{2}}, \quad q = \frac{\sqrt{k+1}-1}{k\sqrt{2}}$$

$$\text{Pour } k = 2 ; p = 0,96 ; q = 0,26.$$

La matrice d'expérimentation de ce simplex de départ est pratiquement irréalisable du fait qu'il est impossible de ne faire varier la température que de 1°C et la concentration de NaOH de 0,1%. En effet, pour $X_1 = p = 0,96$, la température $T=59,2^\circ\text{C}$ soit un pas d'évolution de 0,8°C. De même, pour $X_2 = p = 0,96$ la concentration de la soude $[\text{NaOH}] = 7,9\%$ soit un pas d'évolution de 0,1%. Nous fixons, par conséquent, le pas de la progression au minimum, réalisable techniquement. Soit ; 10°C pour la température et 0,6% pour la concentration.

Les essais d'extractions sont effectués sur du grignon d'olive de granulométrie fine sans prétraitement à la potasse. Le temps d'extraction est fixé à 1heure et l'hydromodule à 15 ml/g de substrat.

Les matrices d'expérimentation correspondant à la progression du simplex sont présentées dans la série de tableaux ci-dessous.

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
1	40	5,0	39,5
2	34	4,5	31,0
3	45	4,5	36,0

L'expérience 2, qui est la plus mauvaise, est remplacée par sa symétrique par rapport au centre de gravité des deux autres points (figure II-2) pour donner l'expérience 4.

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
1	40	5,0	39,5
3	45	4,5	36,0
4	50	5,0	50,6

L'opération est répétée à chaque fois pour l'expérience la plus mauvaise, soit :

3 → 5

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
1	40	5,0	39,5
4	50	5,0	50,6
5	45	5,5	43,4

1 → 6

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
4	50	5,0	50,6
5	50	5,5	43,4
6	55	5,5	67,6

5 → 7

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
4	50	5,0	50,6
6	55	5,5	67,6
7	60	6,5	55,1

4 → 8

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
6	55	5,5	67,6
7	60	6,5	55,1
8	65	5,5	57,8

7 → 9

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
6	55	5,5	67,6
8	65	5,5	57,8
9	60	6,0	60,0

8 → 10

n°exp	T°C	[NaOH] % p/v	Rendement Y %
6	55	5,5	67,6
9	60	6,0	60,0
10	55	6,0	63,4

Il est clair si l'on analyse la progression ainsi développée, on remarque qu'il existe une courbure assez importante autour du point « 6 » (augmentation importante du rendement) qui n'est pas et qui ne peut pas être traduite par le modèle linéaire proposé.

La représentation graphique de la progression du simplex illustrée sur la figure II-2 permet de déduire que l'optimum se confond avec le point « 6 » ; celui-ci correspond aux conditions opératoires suivantes : $T = 55^{\circ}\text{C}$; $[\text{NaOH}] = 5,5\% \text{ p/v}$

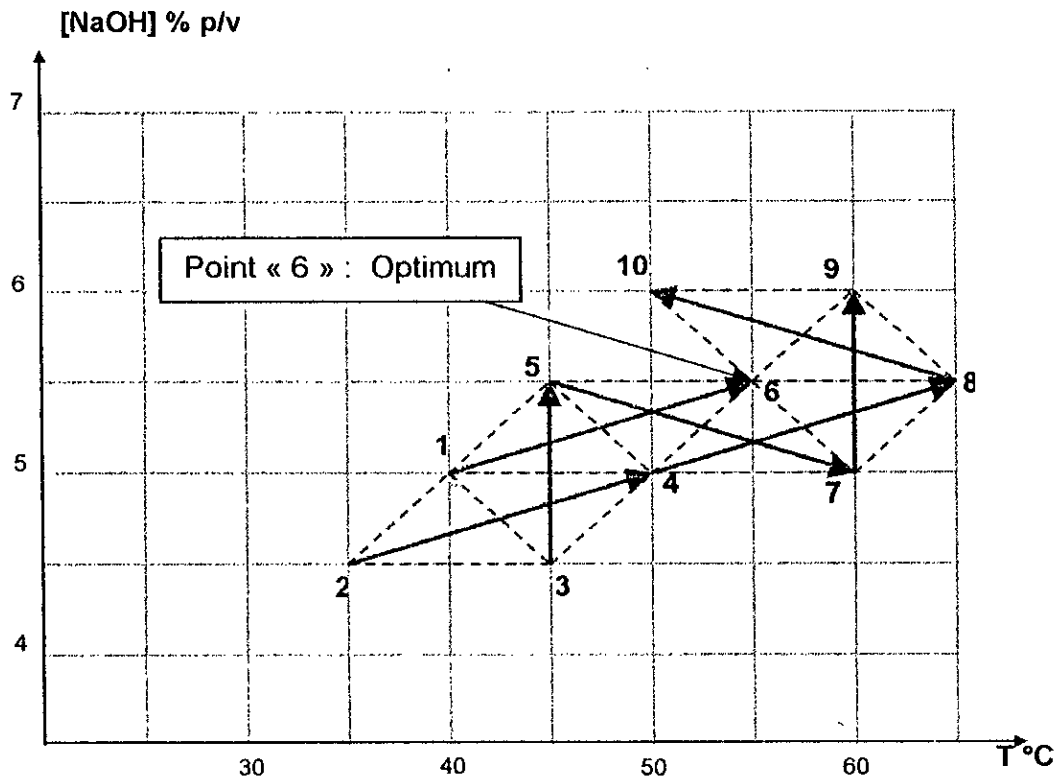


Figure II-2 : Détermination de l'optimum par la progression du simplex

II-5- Etude de la cinétique de l'extraction :

Les courbes de la figure II-3 donnent les cinétiques d'extraction des hémicelluloses d'un échantillon de grignon d'olive brut non traité par la potasse sous différentes températures. Le solvant d'extraction est une solution de NaOH 5,5% p/v, le rapport solvant/solide (hydromodule) est de 15. Le rendement est exprimé par la quantité de sucres totaux libérés par hydrolyse des hémicelluloses extraites. La mesure est faite par colorimétrie.

Il est clair d'après les courbes de la figure II-3 que l'augmentation de la température jusqu'à une certaine valeur implique l'augmentation du rendement, mais aussi la vitesse d'extraction. Une température élevée facilite en fait la solubilisation et la diffusion des hémicelluloses. Les courbes des cinétiques suivies à 20°C , 40°C

et 50°C montrent aussi que la presque totalité des hémicelluloses extractibles est extraite durant les 50 premières minutes.

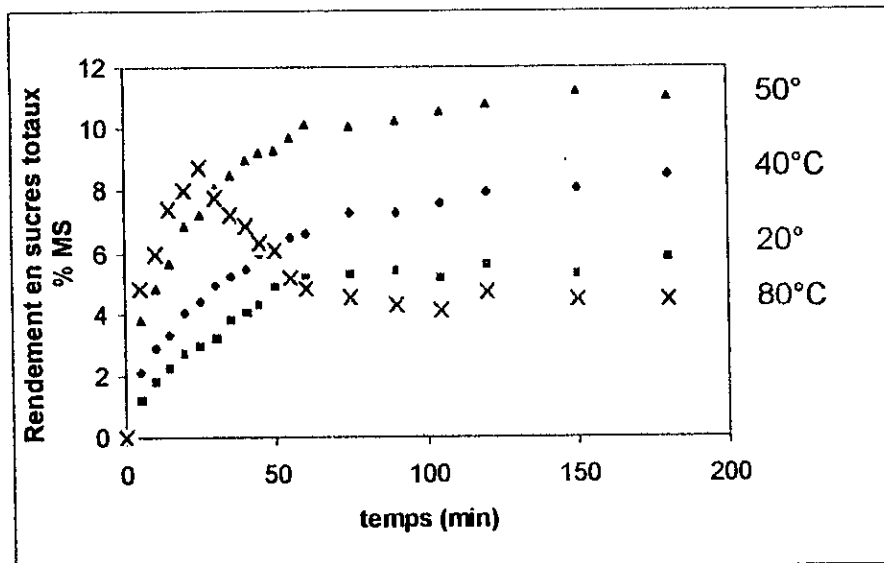


Figure II-3 : Cinétique d'extraction des hémicelluloses à différentes températures.

L'effet d'une température trop élevée décrit précédemment est aussi bien illustré sur la figure II-3. En effet, sur la courbe de la cinétique suivie à 80°C, on peut voir que dans le domaine de temps choisis précédemment (1h -3h) le rendement en hémicelluloses est inférieur à celui obtenu pour les autres températures. En fait, la courbe de la cinétique à 80°C peut s'interpréter de la manière suivante :

Trois phénomènes physiques favorisés par des températures et des concentrations de sodes élevées coexistent. En premier, l'extraction des hémicelluloses. En second, le phénomène de gonflement des fibres celluloses qui constitue un avantage pour l'extraction lorsqu'il n'est pas très important mais qui devient une contrainte au transfert des hémicelluloses dès que les fibres gonflent assez pour bloquer le passage des hémicelluloses. Enfin, les réactions de dégradation des hémicelluloses.

A une température de 80°C et une concentration de soude de 5,5 % p/v, les hémicelluloses passent avec une vitesse importante vers le solvant d'extraction, et le rendement dépassent ceux obtenus pour les autres températures. Ceci explique la première partie de la courbe de cinétique. Une fois en solution les hémicelluloses au contact du milieu basique à chaud commencent à se dégrader mais puisque ces derniers sont des polymères, leur dégradation n'est pas instantanée. Conjugué à ces réactions de dégradation, les hémicelluloses sont de plus en plus inaccessible

de par leur emplacement dans le végétal mais sont aussi bloqués par les fibres cellulosiques devenues de plus en plus gonflés avec la durée de contact entre le substrat végétal et le solvant d'extraction, et c'est ce qui explique l'allure de la deuxième partie de la courbe de cinétique. Le rendement maximal à 80°C est obtenue autours de 20 minutes d'extraction.

II -6- Conclusion :

L'étude effectuée dans ce chapitre nous a permis de cerner d'une manière globale les paramètres les plus influants sur l'extraction des hémicelluloses du grignon d'olive. Ainsi, il apparaît que la température et la concentration de la solution de soude, plus que n'importe quels autres paramètres, conditionnent la quantité de soluté à extraire. L'optimisation des conditions opératoire par une démarche séquentielle expérimentale « méthode du simplex » a permis en outre d'atteindre des rendements avoisinant les 70% des hémicelluloses extractibles. Enfin, l'établissement des courbes de cinétiques d'extractions a confirmé les résultats déjà obtenus.

Nous dirons enfin que, la détermination des effets des paramètres opératoires, l'optimisation de ceux-ci, et l'établissement des cinétiques d'extraction ont permis de prévoir les conditions les plus favorables à l'extraction en colonne.



LES COLONNES PULSEES

III-1- Introduction :

Les colonnes pulsées introduites initialement par Van Dijk (1935) ont été utilisées dès les années 40 dans l'industrie nucléaire pour le traitement des combustibles irradiés et l'extraction des matériaux radioactifs. Plusieurs études ont montré que ce type de colonnes est caractérisé par une grande efficacité de séparation et flexibilité de fonctionnement [25]. Ces propriétés favorables et la technologie assez simple nécessaire à sa conception ont permis l'expansion de ses applications à des domaines plus vastes tels que les extractions liquide- liquide dans les industries pharmaceutiques ou agro-alimentaires. De nouvelles opportunités se présentent avec le développement des essais d'utilisation des colonnes pulsées dans les extractions solide - liquide. Cette nouvelle orientation des recherches qui s'inspire essentiellement des connaissances acquises sur les systèmes liquide - liquide, contribue à faire de ce type de contacteur un outil flexible et polyvalent pour les applications dans l'industrie de la chimie fine où l'on est amené à fabriquer des produits de hautes valeurs ajoutées et de faible tonnage, c'est le cas par exemple des principes actifs pour l'industrie pharmaceutique. Dans ce cas, les problèmes d'extrapolation à des échelles industrielles ne devient plus un problème majeur du moment où les unités pilotes ont déjà les dimensions des unités industrielles.

III-2- Description et paramètres opératoires d'une colonne pulsée solide liquide :

La colonne pulsée utilisée pour une extraction solide – liquide est un contacteur dans lequel les deux phases, dispersée (solide) et continue (liquide) circulant à contre-courant sont mélangées tout au long de la colonne et séparées uniquement aux extrémités. A aucun moment de l'extraction les deux phases ne sont

en équilibre, ce qui assure un transfert de matière continu. Ce dernier est sensiblement amélioré par pulsation du couple solide – liquide à travers un système de disques et couronnes.

D'une façon schématique, une colonne pulsée conçue pour une extraction solide – liquide comporte les parties suivantes :

- Une partie tubulaire centrale constituant le corps de la colonne où le contact solide – liquide s'effectue, garnie d'un système de plateaux adéquat permettant le passage des particules solides. Le système de garnissage a pour effet dans ce cas d'augmenter le temps de séjour des particules et donc la rétention de la phase dispersée.
- Deux parties extrêmes, sommet et bas de la colonne dans lesquelles s'effectuent la séparation et l'alimentation des deux phases, généralement de section plus large que la partie tubulaire.
- Le générateur de pulsations. Du point de vue technologique, les pulsations que subit le liquide à l'intérieur de la colonne, peuvent être engendrées soit par le système de plateaux animé d'un mouvement vers le haut et vers le bas par le biais d'un système mécanique installé le plus souvent en haut de la colonne et dans ce cas les colonnes sont notées les "RPC" (Reciprocating Plate Column) [25, 26], soit par un pulseur électrique, mécanique ou électropneumatique installé à l'extérieur de la colonne le plus souvent à sa partie inférieure, le système de plateaux dans ce cas est fixe et la colonne est généralement notée (pulsed sieve extractor) PSE [25, 26]. La figure III-1 donne une présentation schématique d'une colonne pulsée à plateaux du deuxième type.

Les principaux facteurs affectant la performance d'une colonne pulsée à disques et couronnes peuvent être résumés comme suit :

1. Facteurs fixés par la géométrie et le design de la colonne et du générateur de pulsations associés, à savoir :
 - Diamètre et hauteur de la colonne.
 - Type du garnissage (Système de plateaux couronnes, plateaux perforés, garnissage compact), pourcentage de perforation des plateaux (aire libre totale), diamètre des perforations, nature des plateaux et distance séparant ces plateaux.
 - Forme des pulsations, leurs fréquences et amplitudes.

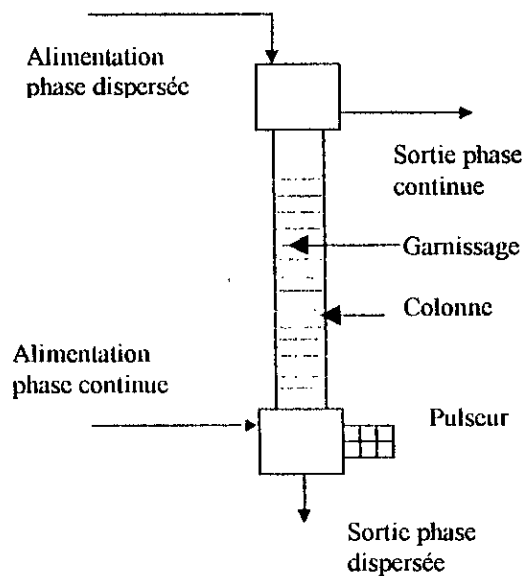


Figure III-1- Schéma de principe d'une colonne pulsée.

2. Facteurs d'utilisations qui sont les différents paramètres opératoires que l'on peut faire varier au cours du fonctionnement de la colonne :
 - Débit global des phases.
 - Débit individuel de chaque phase.
 - Rapport des débits des phases.
 - Concentration initiale en soluté.
 - Température opératoire.
3. Facteurs physico-chimiques qui se résume essentiellement en :
 - Nature et propriétés des deux phases (masse volumique et viscosité).
 - Tensions interfaciales.
 - Température locale.

Ces derniers facteurs ont une incidence directe sur l'évolution des deux phases dans la colonne et mis à part la nature et les propriétés des deux phases, les autres facteurs ne sont pas d'une accessibilité aisée.

III-3- Hydrodynamique dans les colonnes pulsées :

Le phénomène de transport des phases continue et dispersée dans une colonne pulsée est classiquement représenté par un modèle piston dispersion axiale (Miyachi et Vermeulen , Casamatta, cités par [27,28]). Dans un tel modèle il y a superposition à un écoulement idéal de type piston d'un certain degré de rétro-mélange ou de dispersion des phases. On admet que ce processus est d'une

nature aléatoire, similaire à la diffusion moléculaire, et qu'il peut être représenté par une loi analogue à la loi de diffusion de Fick. Il y interviendra donc un coefficient de dispersion axiale E qui à la différence de la diffusivité moléculaire n'est pas une caractéristique intrinsèque du fluide, mais dépend également de la géométrie du contacteur, du débit de fluide, des conditions de garnissage et de mélange etc... [29]. En fait, le coefficient de dispersion axiale regroupe dans ce cas toutes les perturbations par rapport à l'écoulement piston et il est l'unique paramètre ajustable du modèle.

Dans la représentation proposée par Miyauchi et Oya, cité par [27, 28], la phase dispersée est considérée constituée de particules de même diamètre, et le phénomène de mélange est décrit à travers un coefficient de dispersion axiale des phases continue et dispersée constant le long de la colonne, ce qui est pour le moins discutable dans certains cas. Casamatta, cité par [27, 28], quant à lui propose de décrire le mélange de la phase continue par un coefficient de dispersion fonction de la hauteur dans la colonne et considère la phase dispersée comme une population de gouttes de diamètres différents puis propose de la décrire par un modèle de population, le coefficient de la phase dispersée est dans ce cas fonction de la hauteur dans la colonne et du diamètre moyen de la fraction.

Si on considère dans un tel cas une colonne dans laquelle les phases continue et dispersée circule à contre courant, on peut exprimer le débit liquide traversant une section droite S de cette colonne suivant le modèle piston dispersion par :

$$Q_c = S (1 - \phi(h)) U_c(h) - S E_c(h) \frac{\partial(1 - \phi(h))}{\partial h} \quad (\text{III-1})$$

$U_c(h)$ et $E_c(h)$ représentent respectivement la vitesse et le coefficient de dispersion axiale de la phase continue à la côte h de la colonne. $\phi(h)$ représente la rétention solide locale à la côte h de la colonne.

La phase solide est décrite selon le modèle de population de gouttes par le biais d'une variable notée $P(h,d)$ représentant la densité de probabilité de présence d'une particule de diamètre d au niveau h de la colonne. Cette grandeur est une représentation de la distribution volumique des tailles de particules et son intégration sur toutes les tailles, à une côte donnée de la colonne donne la rétention solide $\phi(h)$ à ce niveau [27, 28].

$$\phi(h) = \int_{d_{\min}}^{d_{\max}} P(h,d) \delta d \quad (\text{III-2})$$

d_{\min} et d_{\max} sont respectivement les tailles minimales et maximales des particules traversant la colonne.

Si on définit donc la classe des particules d comme celles ayant un diamètre compris entre $d-\delta d/2$ et $d+\delta d/2$, le débit différentiel des particules de classe d à travers la section droite S décrit suivant le modèle piston-dispersion s'exprime par :

$$\delta Q_d = S P(h,d) \delta d \left[U_d(h,d) - \Omega E_d(h,d) \left[\frac{\partial P(h,d)}{\partial h} \right] \right] \delta d \quad (\text{III-3})$$

$U_d(h,d)$ et $E_d(h,d)$ représentent respectivement la vitesse et le coefficient de dispersion axiale d'une particule de la classe d à la côte h de la colonne.

Il devient claire que la description de l'hydrodynamique d'une colonne pulsée et l'essai de sa modélisation nécessite la connaissance des différentes vitesses définissant le transport ainsi que le degré de mélange atteint par chaque phase dans la colonne.

III-3-1- Vitesses dans une colonne pulsée :

Les équations (III-1) et (III-3) peuvent être couplées par l'intermédiaire d'une relation cinématique élémentaire liant la vitesse de la phase continue à un niveau h à celle de la vitesse de la phase dispersée de la fraction d au même niveau :

$$U_d(h,d) = U_c(h) + U(h,d) \quad (\text{III-4})$$

$U(h,d)$ dans ce cas est la vitesse de chute relative d'une particule de taille d parmi d'autres, à la côte h de la colonne et sous des conditions spécifiées de garnissage et d'agitation.

Il est possible d'accéder expérimentalement à cette vitesse en utilisant des techniques de marquage des particules par radioactivité artificielle ou des techniques d'imagerie vidéo, soit par l'utilisation de l'anémomètre à Laser Doppler [30, 31], soit moins souvent par simple chronométrage [27, 32] Il reste cependant que la mise en

œuvre de telles expérimentations est pour le moins aisé dans les premiers cas ou d'une précision douteuse dans le second cas. Il est d'usage d'utiliser donc lors des études de l'hydrodynamique des colonnes les relations empiriques proposées dans la littérature, la plus rencontrée est celle formulée par Richardson et Zaki [33] pour les systèmes diphasiques solide-liquide et dont l'application initialement prévue pour des phénomènes de sédimentation et de fluidisation se voit généralisé à la majorité des écoulements diphasiques :

$$U_s = (1 - \phi)^m U_k \quad (\text{III-5})$$

U_s est la vitesse de glissement entre phases.

ϕ est la rétention moyenne dans la colonne.

U_k est la vitesse de chute relative d'une particule parmi d'autre sous des conditions spécifiées de garnissage et d'agitation mais pour la condition de rétention nulle, elle est notée le plus souvent vitesse caractéristique [34]. Dans le cas d'une sédimentation par exemple U_k n'est autre que la vitesse terminale de chute libre.

m est un exposant qui dépend le plus souvent du nombre de Reynolds associé à la particule et du rapport diamètre de la particule d sur diamètre du contacteur D . Richardson et Zaki [33] proposent pour des systèmes liquide-solide en fluidisation ou en sédimentation les expressions suivantes :

$$m = 4.65 + 20 \frac{d}{D} \quad \text{pour } Re_p < 0.2 \quad (\text{III-6})$$

$$m = \left(4.4 + 18 \frac{d}{D} \right) Re_p^{-0.03} \quad \text{pour } 0.2 < Re_p < 1 \quad (\text{III-7})$$

$$m = \left(4.4 + 18 \frac{d}{D} \right) Re_p \quad \text{pour } 1 < Re_p < 200 \quad (\text{III-8})$$

$$m = 4.4 Re_p^{-0.1} \quad \text{pour } 200 < Re_p < 500 \quad (\text{III-9})$$

$$m = 2.4 \quad \text{pour } Re_p > 500 \quad (\text{III-10})$$

Le nombre e Reynolds dans ce cas est définie par ; $Re_p = \frac{U_t d \rho_c}{\mu}$.

où :

U_t est la vitesse terminale de chute.

d le diamètre de la particule.

ρ_c la masse volumique de la phase continue

et ; μ la viscosité cinématique.

L'équation (III-5) devient dans le cas d'une population de particules de tailles différentes :

$$U(h,d) = (1 - \phi(h))^m U_k(d) \quad (\text{III-11})$$

Sukmanee, cité par [27], trouve que la valeur de $m = 3$ est celle qui permet au mieux de simuler à travers un modèle piston dispersion ses rétentions expérimentales. Swisurwan [27] et Haunold [28] pour tout un autre système solide-liquide mais pour une colonne de même diamètre que celle utilisée par Sukmanee reprend la même valeur $m = 3$ pour simuler leurs résultats. Ils justifient cette démarche par le fait que les rétentions généralement rencontrées dans les systèmes solide - liquide sont faibles et par conséquent la correction imposée par la présence d'autres particules au travers du terme $(1 - \phi(h))^m$ reste voisine de 1. Il est clair cependant que la détermination expérimentale de m n'est possible que si l'on puisse mesurer les vitesses relatives de chute $U(h,d)$ d'une particule parmi d'autres au sein d'une colonne.

III-3-1-1- Vitesse caractéristique U_k :

La vitesse caractéristique U_k définie comme étant la vitesse de chute relative d'une particule seule dans des conditions d'agitations et de garnissage spécifiées. Elle est nécessaire comme l'indique la relation (III-11) pour corréler les vitesses de chutes des particules à la rétention de la phase dispersée.

Pour les système liquide-liquide dans des colonnes pulsées à plateaux perforés, Hussain et al., cité par [25, 26], ont corréler d'une manière empirique le rapport entre la vitesse caractéristique et la vitesse terminale à la géométrie de la colonne pulsée, la fréquence de pulsation f , son amplitude a , la taille des orifices D_d , et la fraction d'aire libre des plateaux (transparence) T^* . Ils ont aboutit à l'expression :

$$\frac{U_k}{U_t} = 1 - \left(1 - \frac{1}{1 + C_2 H_c} \right) \frac{d}{D_d} \frac{\frac{af}{1 + 0,95 H_c} - (af)^2}{1 + 18,3 H_c} \quad (\text{III-13})$$

$$C_2 = 0.0268 + 0.0365 T^*$$

af en mm/s est l'intensité de pulsation. H_c en mm est la hauteur d'un compartiment. Lorentz et al. [26] ont, ensuite, validé cette expression pour des colonnes dont le diamètre varie de 80 à 225 mm.

Sukmanee, cité par [27, 28], dans le but de modéliser l'hydrodynamique d'une colonne pulsée à disques et couronnes propose d'utiliser une méthode basée sur le concept de la vitesse caractéristique similaire à celle introduite par Pratt, cité par [35], pour des systèmes liquide - liquide. Il relie la vitesse caractéristique d'une particule solide à sa vitesse de chute terminale par le biais d'un coefficient noté coefficient de ralentissement à partir du quel il peut découpler les facteurs déterminant la vitesse de chute caractéristique, à savoir les propriétés physico-chimiques du système diphasique, et les caractéristiques de la colonne, du garnissage et de l'agitation. Il propose une formulation du type:

$$U_k(d, \text{phases}, \text{colonne}) = C_R(\text{colonne}) \cdot U_t(d, \text{phases}) \quad (\text{III-14})$$

C_R n'est lié dans ce cas qu'aux caractéristiques de l'environnement des particules et non à leurs natures.

L'avantage d'une telle formulation réside dans le fait qu'à partir de particules types dont la détermination expérimentale des vitesses terminales de chutes et des vitesses caractéristiques est bien aisée on peut accéder au coefficient de ralentissement. Ce dernier restant valable, d'après l'hypothèse, pour n'importe quel autre système diphasique.

En adoptant cette stratégie Sukmanee, cité par [28], propose pour le système eau-résine DUOLITE et pour un espacement entre disque et couronne $H_c = 12$ mm la corrélation suivante :

$$C_R = 0.95 (a f)^{-0.44} \quad \text{soit : } U_k = 4.508 (a f)^{-0.44} d \quad (\text{III-15})$$

U_k en m/s, a en m/s et d en m.

Srisuwan [27] pour sa part a proposé une relation similaire pour des dimensions identiques de la colonne et pour deux systèmes diphasiques différents :

- Système eau – résine DUOLITE C20 D :

$$C_R = 0.39 (a f)^{-0.44} H_c^{0.343} \quad \text{soit : } U_k = 20.2 (a f)^{-0.44} H_c^{0.343} d \quad (\text{III-16})$$

pour $H_c = 12 \text{ mm}$

$$C_R = 0.92 (a f)^{-0.44} \quad \text{soit : } U_k = 4.43 (a f)^{-0.44} d \quad (\text{III-17})$$

U_k en m/s, a en m/s et d en m.

- Système eau – écorce de palétuvier :

$$C_R = 0.27 (a f)^{-0.44} H_c^{0.343} \quad \text{soit : } U_k = 8.84 (a f)^{-0.44} H_c^{0.343} d \quad (\text{III-18})$$

U_k en m/s, a en m/s et d en m.

Haunold [28], dans la même colonne a pu déterminer le coefficient de ralentissement en utilisant des billes de polypropylène de diamètre de 2 mm comme phase dispersée et de l'hexane comme phase continue. Il proposa une relation du même type que les précédentes avec des coefficients plus ou moins différents. Il explique cependant la divergence entre les formules proposées par les trois auteurs non pas par le changement du couple solide liquide mais par la différence des techniques expérimentales utilisées. L'expression du coefficient de ralentissement établie dans ce cas est :

$$C_R = 0.183 (a f)^{-0.536} H_c^{0.254} \quad (\text{III-19})$$

Nous remarquons enfin que la technique adoptée par Sukmanée pour les systèmes solide – liquide, cité par [27], se base sur le même principe de séparation des effets que celle introduite par Pratt, cité par [35], pour des systèmes liquide - liquide et qui

a permis entre autre à Hussein et al., cité par [25, 26], de corrélérer par l'expression (III-13) le rapport vitesse caractéristique sur vitesse terminale de chute libre aux différents paramètres géométriques et de fonctionnement de la colonne.

III-3-1-2- Vitesse terminale de chute libre :

Une particule atteint sa vitesse terminale de chute libre U_t lorsque la traînée équilibre son poids apparent d'où :

$$U_t = \left(2g \frac{(\rho_d - \rho_c) V_p}{\rho_c A_p C_D} \right)^{1/2} \quad (\text{III-20})$$

Avec ; V_p : Volume réel de la particule .

A_p : aire de la surface projetée de la particule.

C_D est le coefficient de traînée exprimé généralement en fonction du nombre de Reynolds de la particule.

ρ_c : masse volumique de la phase continue.

et ρ_d : masse volumique de la phase dispersée.

Pour des particules sphériques :

$$V_p = 1/6 \pi d^3 \quad (\text{III-21})$$

$$A_p = 1/4 \pi d^2 \quad (\text{III-22})$$

L'expression (III-20) de la vitesse terminale de chute devient :

$$U_t = \left(\frac{4}{3} g \frac{(\rho_d - \rho_c)}{\rho_c} \frac{1}{C_D} d \right)^{1/2} \quad (\text{III-23})$$

Plusieurs formes de dépendance entre C_D et Re_p sont proposées dans la littérature. Nous citons l'une des formules les plus utilisées car l'une des plus simples [28, 30]. Elle présente en outre l'avantage d'exprimer U_t en fonction du diamètre des particules d par des exposants simples.

$$C_D = a Re_p^{-n} \quad (\text{III-24})$$

Tableau III-1 : Constantes de l'expression du coefficient C_D [28, 30].

Re_p	a	n	Régime
$Re_p < 0.4$	24	1	Stockes (laminaire)
$1 < Re_p < 500$	10	0.5	Allen (transitoire)
$Re_p > 500$	0.43	0	Newton (turbulent)

Et la vitesse de chute terminale dans ce cas pour chaque régime s'écrit :

- Régime laminaire :
$$U_t = \left(\frac{1}{18} g \frac{(\rho_d - \rho_c)}{\mu} \right) d^2 \quad \text{(III-25)}$$

la vitesse U_t est proportionnelle à d^2

- Régime transitoire :
$$U_t = \left(\frac{2}{15} g \frac{(\rho_d - \rho_c)}{(\rho_c \mu)^{1/2}} \right)^{2/3} d \quad \text{(III-26)}$$

la vitesse U_t est proportionnelle à d .

- Régime turbulent :
$$U_t = \left(\frac{4}{3 \cdot 0,43} g \frac{(\rho_d - \rho_c)}{\rho_c} \right)^{1/2} d^{1/2} \quad \text{(III-27)}$$

la vitesse U_t est proportionnelle à \sqrt{d}

En ce qui concerne les particules non sphériques, Petty et John et Christianson, cité par [30, 33], proposent de multiplier la vitesse terminale de chute d'une particule solide dans un milieu liquide par un facteur K pour les régimes laminaire et intermédiaire :

$$K = 0,843 \log \frac{F}{0,065} \quad \text{(III-28)}$$

F dans ce cas est le coefficient de sphéricité défini comme suit :

$$F = \frac{\text{Surface de la sphère ayant même volume que le grain}}{\text{Surface du grain}} \quad \text{(III-29)}$$

Toujours dans le cas de particules non sphériques Hawksley, cité par [33], propose de redéfinir le coefficient de traîné et le nombre de Reynolds en fonction du coefficient de sphéricité F soit :

$$C'_D = F \frac{4 g d (\rho_d - \rho_c)}{3 \rho_c U_t^2} \quad (\text{III-30})$$

$$Re'_p = F \frac{\rho_c d U_t}{\mu} \quad (\text{III-31})$$

Expérimentalement, la détermination de la vitesse terminale de chute des particules solide se fait par simple chronométrage du temps de la chute des particules dans un milieu infiniment stagnant.

III-3-2- Mélange dans les colonnes pulsées :

Le mélange dans ce contexte interprète comme on l'a déjà indiqué la non-idéalité de l'écoulement de chacune des deux phases continue et dispersée dans la colonne et qui engendre une distribution des temps de séjours de l'élément fluide et de la particule solide.

Les effets de mélange dans la phase continue sont d'une façon générale causés par [25, 26, 29] :

1. La diffusion moléculaire dans les directions radiale et axiale.
2. L'écoulement convective dans la direction radiale et axiale.
3. La diffusion de Taylor.
4. L'entraînement de la phase continue par les gouttelettes dans le cas d'une extraction liquide – liquide et par les particules solides dans le cas d'une extraction solide – liquide.

et dans la phase dispersée par :

1. L'entraînement des particules par la phase continue.
2. La distribution en tailles et les vitesses relatives des particules.

La complexité de résolution d'une formulation mathématique prenant en compte tous ces facteurs et la difficulté de sa vérification expérimentale a fait que dans la presque totalité des travaux publiés jusqu'à nos jours sur la modélisation de

l'écoulement dans les colonnes pulsées ne prennent en compte enfin que l'effet du mélange axial quantifié par un coefficient de dispersion axiale.

Expérimentalement, la détermination du coefficient de dispersion axiale se fait le plus souvent en utilisant des traceurs. Les méthodes les plus utilisées consistent à injecter un traceur simulant un signal de forme connue (Dirac, échelon,...) puis de détecter la réponse en un point en aval du point d'injection (méthode à un point de détection) ou bien utiliser un signal de forme quelconque puis détecter la réponse en deux points en aval du point d'injection (méthode des deux points de mesures). Les conditions aux limites dans les deux cas ne sont pas les mêmes.

A partir de la courbe de distribution des temps de séjours, obtenue par l'une des deux techniques, il existe plusieurs méthodes pour identifier les paramètres du modèle (dans ce cas le coefficient de dispersion axiale). Parmi ces méthodes d'identification, nous citons la méthode des moments [29], la méthode de régression linéaire, la méthode d'optimisation temporelle et la méthode d'optimisation dans le domaine fréquentiel [36].

Le bilan de matière sur le traceur écrit suivant un modèle piston-dispersion sur une petite tranche d'épaisseur $S dz$ d'un contacteur où le fluide s'écoule avec une vitesse U_c et où on choisit arbitrairement une section d'entrée S_e à laquelle on injecte le traceur et une section de sortie S_s où l'on mesure la courbe de réponse.

$$S U_c c - S E_c \frac{\partial c}{\partial z} = S U_c \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) - S E_c \frac{\partial}{\partial z} \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) + \frac{\partial c}{\partial t} dz \quad (\text{III-32})$$

où :

c : Concentration du traceur.

E_c : coefficient de dispersion axiale de la phase continue.

U_c : vitesse spécifique de la phase continue.

z : coordonnée le long de l'axe du contacteur.

et :

$$S U_c c \quad \text{et} \quad S U_c \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) \quad \text{Termes de convection.}$$

$$S E_c \frac{\partial c}{\partial z} \quad \text{et} \quad S E_c \frac{\partial}{\partial z} \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) \quad \text{Terme de dispersion.}$$

$$\frac{\partial c}{\partial t} dz$$

Terme d'accumulation.

On aboutit ainsi à l'expression du bilan de matière.

$$\frac{\partial c}{\partial t} = E_c \frac{\partial^2 c}{\partial z^2} - U_c \frac{\partial c}{\partial z} \quad (\text{III-33})$$

En introduisant les variables réduites définies par :

$$C = \frac{c}{c_0}, \quad Z = \frac{z}{H}, \quad \theta = \frac{t U_c}{H} = \frac{t}{\tau}, \quad Pe = \frac{U_c H}{E_c} \quad (\text{III-34})$$

où :

H : hauteur entre la section d'entrée S_e et la section de sortie S_s .

c_0 : Concentration initiale qu'aurait le traceur uniformément répartie dans tout le volume du contacteur.

C : concentration adimensionnelle.

Z : coordonné adimensionnelle de la direction du flux.

θ : temps réduit.

τ : temps de passage = $\frac{H}{U_c}$ = temps de séjours moyens τ_s dans le cas d'un

écoulement piston-dispersion axiale.

Pe : nombre de Peclet qui est la formulation adimensionnelle du coefficient de dispersion axiale E_c .

L'équation III-33 s'écrit :

$$\frac{\partial C}{\partial \theta} = \frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 C}{\partial Z^2} - \frac{\partial C}{\partial Z} \quad (\text{III-35})$$

Cette équation est appelée équation du modèle d'écoulement piston avec dispersion axiale.

La résolution de l'équation obtenue permet d'aboutir à l'expression de la distribution du temps de séjours DTS à travers sa définition :

$$DTS(t) = \frac{C(t)}{\tau} \quad (\text{III-36})$$

Cette résolution dépend en fait des conditions aux limites liées au contacteur étudié, c'est-à-dire au point d'injection ($z = 0$) et au point de mesure de la réponse ($z = H$). Trois types de conditions aux limites sont essentiellement distinguées [37] :

1. contacteur est illimité, ou ouvert à la dispersion ; c'est-à-dire qu'il n'y a aucune discontinuité du flux de dispersion à l'entrée et à la sortie de la colonne.
2. Le contacteur est clos, ou fermé à la dispersion ; en amont et en aval, le fluide n'est transporté que par convection pure.
3. Le contacteur est semi-ouvert, ou semi-illimité à la dispersion soit en amont, soit en aval.

La plus simple des solutions est la réponse d'une injection impulsion dans un contacteur illimité. Elle est donnée par l'expression :

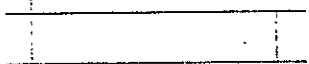
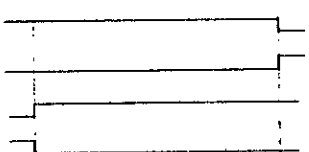
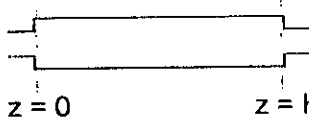
$$DTS(t) = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{Pe}{\pi \tau t}} \exp\left(\frac{-Pe(\tau - t)^2}{4 \tau t}\right) \quad (\text{III-37})$$

Qui s'écrit sous sa forme adimensionnelle :

$$DTS(\theta) = \frac{1}{2\tau} \sqrt{\frac{Pe}{\pi \theta}} \exp\left(\frac{-Pe(1 - \theta)^2}{4 \theta}\right) \quad (\text{III-38})$$

Leveinspiel, cité par [29], en utilisant la règle des moments a proposé une relation entre le nombre de Peclet Pe et le temps de séjour moyen d'une part et de la variance de la DTS (σ^2) d'autre part à partir des conditions aux limites considérées, ce qui donne pour un modèle piston dispersion les relations données dans le tableau III-2.

Tableau III-2 : Détermination de Pe par la méthode des moments [29, 37].

Type de contacteur	Variance $\sigma_t^2 (s^2)$
Illimité (ouvert) 	$\sigma_t^2 = \tau_s^2 \left(\frac{2}{Pe} + \frac{8}{Pe^2} \right)$
Semi-ouvert 	$\sigma_t^2 = \tau_s^2 \left(\frac{2}{Pe} + \frac{3}{Pe^2} \right)$
Clos (fermé) 	$\sigma_t^2 = \tau_s^2 \left(\frac{2}{Pe} - \frac{2}{Pe^2} (1 - e^{-Pe}) \right)$

III-3-2-1- Mélange dans la phase continue :

Les résultats concernant la dispersion axiale de la phase continue d'une colonne pulsée sont généralement présentés sous forme de corrélations entre le coefficient de dispersion axiale, la pulsation et les caractéristiques géométriques de la colonne. Les méthodes expérimentales font pratiquement toutes intervenir l'injection de traceur mais les méthodes de détection et d'identification sont assez variées.

La majeure partie des études est portée sur les colonnes pulsées à plateaux perforés pour lesquelles des corrélations de différentes formes ont été proposées [25, 26, 38, 39]. Les conclusions à tirer sont cependant parfois antagonistes. Ainsi :

Claybaugh, cité par [25, 26], a montré que le coefficient de dispersion axiale est fortement lié à l'intensité de pulsation et au débits des phases introduits. Sehmel et Babb, cité par [25, 26], ont trouvé ensuite que le mélange axial est minimal dans la région de transition entre le régime de fonctionnement mélangeur-décanteur et le régime émulsion, régimes de fonctionnement défini dans le cas des systèmes liquide-liquide [25, 26, 38]. Ils ont établi par conséquent une corrélation du coefficient de dispersion axiale de la phase continue en présence de la phase dispersée pour les deux régimes.

Miyauchi et Oya [39], en interprétant les réponses concentration du traceur (chlorure de potassium) – temps obtenues par un modèle développé par Miyauchi et Vermeulen [39] basé sur l'hypothèse que chaque étage dans la colonne pulsée est équivalent à n mélangeurs idéaux n'aboutissent à aucune différence entre la valeur du coefficient de dispersion axiale pour une seule phase que pour deux phases.

Pour Ugarcic, cité par [25, 26], l'effet de l'écoulement de la phase dispersée (liquide) sur le coefficient de la phase continue n'est pas simple à déterminer, toutefois pour des rétentions faibles de la phase dispersée, la différence par rapport à une rétention nulle n'est pas trop marquée

Une étude plus générale du mélange axiale de la phase continue en régime monophasique effectuée par Godfrey et al., cité par [26], confirme les résultats d'Ugarcic et montre que l'effet de la phase dispersée sur le coefficient de dispersion axiale ne semble pas aisé à déterminer. Cependant, pour une faible rétention de la phase dispersée, l'écart par rapport au cas d'une rétention nulle n'est pas important.

Concernant les colonnes pulsées à disques et couronnes, Guiraud et Gourdon [40] ont étudié le mélange axial dans une colonne pulsée à disques et couronnes en utilisant une approche numérique de la dynamique des fluides. Ils ont développé une méthode pour évaluer le coefficient de dispersion axiale à partir de la simulation du phénomène du mélange d'un traceur dans la colonne. Le profil de l'écoulement et la dispersion du traceur le long de la colonne sont ainsi déterminés par la résolution des équations de bilan de matière et de quantité de mouvement. L'étude est portée sur un écoulement monophasique, et la corrélation proposée sous forme dimensionnelle et adimensionnelle pour les conditions adimensionnelles et dimensionnelles suivantes :

$$\begin{array}{ll} 17 \leq T^* \leq 40\% & 0,15 \leq h^* \leq 0,41 \\ 0,057 \leq a^* \leq 0,200 & 55406 \leq f^* \leq 124\,582. \end{array}$$

Correspondant à :

$$\begin{array}{ll} 0,045 \leq H_c \leq 0,12 \text{ m} & 0.015 \leq a \leq 0,05 \text{ m} \\ 0,5 \text{ Hz} \leq f \leq 1,5 \text{ Hz} & D = 0,288 \text{ m} \end{array}$$

est :

$$\frac{E_c}{D \cdot a \cdot f} = 2,91 h^{*1.56} a^{*-0.31} f^{*0.92} \quad E_c = 1,67 h_{1,56} a_{0,69} f_{0,92} \quad (\text{III-39})$$

Avec :

$h^* = H_c / D$; Rapport des dimensions d'une cellule.

$a^* = a / D$; Paramètre de l'amplitude.

$f^* = f D^2 / \mu$; Paramètre de fréquence.

H_c : Hauteur séparant disque et couronne.

μ : viscosité cinématique en m^2/s .

E_c en m^2/s .

La relation trouvée dans ce cas montre l'indépendance du coefficient de dispersion axiale vis-à-vis de la transparence du garnissage, et les rôles séparés de l'amplitude et de la fréquence de pulsation.

Buratti, cité par [40], en utilisant une méthode de traçage électrolytique pour déterminer le coefficient de dispersion axiale de la phase continue en régime monophasique a abouti aux mêmes conclusions que Guiraud et Gourdon à savoir l'indépendance de E_c de la transparence et l'indépendance des effets de a et f . Il propose la corrélation suivante :

$$E_c = 0,71 h_{0,74} a_{1,13} f_{0,98} \quad (\text{III-40})$$

E_c en m^2/s .

pour : $0,15 \leq h^* \leq 1,11$; $12,5 \leq T^* \leq 25\%$; $0,05 \leq a^* \leq 3,5$; $833 \leq f^* \leq 15000$.

Oh, cité également par [40], à partir d'une étude expérimentale menée sur le mélange dans la phase continue en régime monophasique, propose :

$$E_c = \frac{h^*}{\alpha} (a \cdot f) \quad (\text{III-41})$$

pour : $0,15 \leq h^* \leq 0,23$; $1 \leq a f \leq 3,5 \text{ cm/s}$

Le rapport $h^* \alpha$ est représentatif de la taille des tourbillons responsables du mélange axial. L'étude ne distingue pas, néanmoins, les rôles de la fréquence et de l'amplitude.

Toujours pour les colonnes pulsées à disques et couronnes, des études expérimentales menées par Srisuwan [27] sur des systèmes diphasiques solide-liquide ont permis de relier le coefficient de dispersion axiale de la phase continue à l'intensité d'agitation sans discerner l'effet de chacun des deux paramètres et à la rétention de la phase dispersée pour différentes géométries de garnissage, soit :

$$E_c = 0,91(a.f)(1-\phi) \quad \text{pour ; } H_c = 12 \text{ mm} \quad \text{(III-42)}$$

$$E_c = 2,28(a.f)(1-\phi) \quad \text{pour ; } H_c = 24 \text{ mm} \quad \text{(III-43)}$$

ϕ dans ce cas étant la rétention moyenne dans la colonne.

III-3-2-2- Mélange de la phase dispersée :

Le mélange de la phase dispersée dans les colonnes d'extraction pulsées a été essentiellement étudié dans le cas où celle-ci serait liquide. Dans ce cas, les méthodes de mesure et d'analyse sont similaires à celles adoptées pour la phase continue et leurs principes restent la détermination de la distribution du temps de séjours. Lorsque la phase dispersée est constituée de particules solides, la détermination expérimentale du coefficient de dispersion devient plus délicate car il devient indispensable de mettre au point une méthode de détermination de la distribution du temps de séjours adéquate prenant en compte la spécificité du solide. La méthode la plus courante consiste à marquer les particules par un élément radioactif soit en l'introduisant au cœur de celles-ci, soit en l'imprégnant à leurs surfaces [30, 41].

Les études effectuées dans des colonnes pulsées pour des systèmes liquide - liquide notamment celle faite par Miyauchi et Oya, cité par [26, 27, 42], ont permis de faire les remarques suivantes :

- A fortes pulsations la représentation de l'écoulement par le modèle de Miyauchi et Oya semble correcte ; c'est-à-dire que le coefficient de dispersion axiale E_d de la

phase dispersée reste relativement ; indépendant de la taille des gouttes et constant le long de la colonne.

- A faibles pulsations par contre la phase dispersée ne se présente plus comme un milieu homogène et on constate la présence de gouttes de diamètres variés ayant des vitesses de passage différentes.

Cabassud, Seikova, cités par [42], ont étudié le mélange de la phase dispersée dans des colonnes mécaniquement agitées par des éléments rotatifs et font ressortir pratiquement les mêmes constatations :

- Les coefficients de dispersion axiale des phase dispersées sont relativement indépendants de la taille des gouttes.
- Lorsque l'agitation est suffisamment forte, le coefficient de dispersion axiale de la phase dispersée E_d est analogue à celui de la phase continue E_c .

Haunold [28] a expliqué ces résultats par le fait que les gouttes suivent grossièrement les trajectoires fluides de la phase continue et subissent par conséquent le même effet de mélange axial. Ce phénomène lui apparaît d'autant plus justifié dans les colonnes pulsées, où les schémas d'écoulements sont plus réguliers que dans des colonnes mécaniquement agitées par des éléments rotatifs. Il propose de conserver les mêmes conclusions simplificatrices pour décrire le mélange dans la phase dispersée solide dès lors que l'on peut raisonnablement supposer que la taille des particules reste faible (2 mm dans son cas) devant celle des tourbillons générés dans la colonne. Par conséquent, il aboutit à l'égalité :

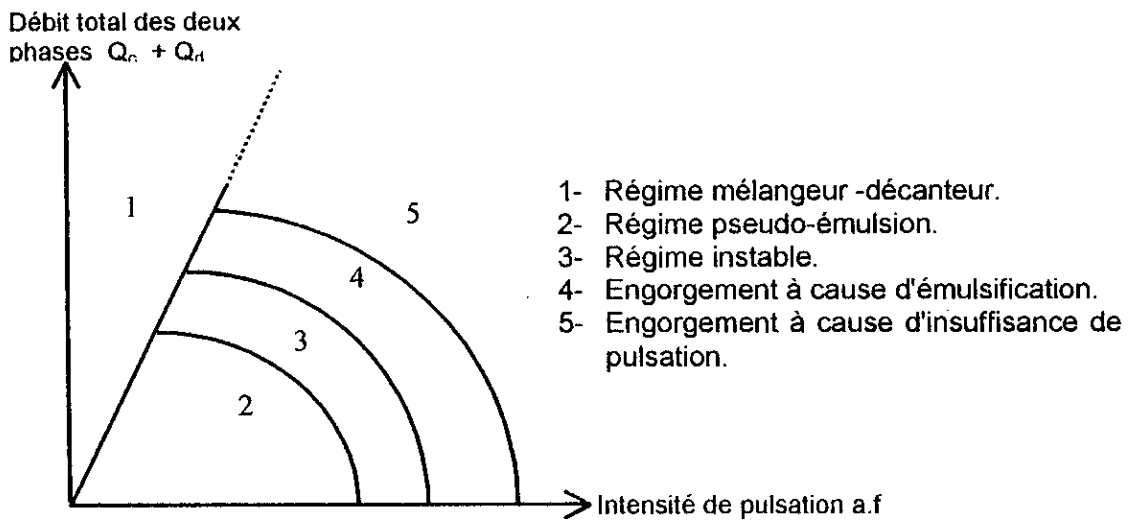
$$E_d(h,d) = E_c(h) \tag{III-44}$$

III-3-3- Engorgement et entraînement :

Dans les colonnes d'extractions, le phénomène principale causant le dysfonctionnement de l'extracteur est l'engorgement. L'estimation de ce phénomène est donc nécessaire pour la détermination de la capacité maximale de la colonne c'est-à-dire ; les débits maximums des phases dispersée et continue que la colonne puisse supporter, mais aussi le diamètre optimal de la colonne [43, 44].

Dans le cas des colonnes pulsée d'extraction liquide-liquide, l'engorgement est définie par deux point extrêmes de fonctionnement. A faible intensité de pulsation, la colonne fonctionne comme une pompe à mouvement alternatif poussant alternativement la phase légère et la phase lourde à travers les plateaux. Pendant le

coup ascendant de la pulsation, la phase légère se disperse dans la phase lourde, pour le coup descendant de la pulsation, la phase lourde se disperse dans la phase légère, donc aucune des deux phases ne pourra être dite phase dispersée ; c'est le régime Mélangeur-Décanteur. Si le débit total d'alimentation dépasse le débit de la pompe, un lit compact constitué de la phase dispersée se forme et constitue un bouchon entre les deux phases. L'engorgement est dû alors à l'insuffisance des pulsations. Ce point est dit "le point bas de l'engorgement" [25, 26, 42,43].



**Figure III-2- : Zone de fonctionnement d'une colonne pulsée.
Diagramme de Sege et Woodfield [44]**

A grande intensité de pulsation par contre, l'une des deux phases est dispersée en permanence, parce que le cycle de pulsation est très petit, les gouttes n'ont pas le temps de former une couche sur les plateaux.. La capacité de la colonne devient alors limitée par la relation entre la vitesse de la phase continue et la vitesse de chute ou de montée à contre courant des gouttes qui dépend fortement de leurs dimensions. Le diamètre moyen des gouttes décroît avec l'augmentation de l'intensité de pulsation, la dispersion de gouttes libres se transforme en émulsion serrée et le débit de la phase dispersée traversant la colonne diminue par conséquent. Lorsque ce débit devient inférieur au débit d'alimentation, la colonne opérera au-dessus du point supérieur d'engorgement "engorgement par émulsification" ou par excès de pulsation [25, 26, 42, 43].

Dans les deux cas, la phase dispersée est entraînée et quitte la colonne à la sortie de la phase continue

Dans le cas d'un système solide-liquide par contre, la dispersion étant constituée de particule de dimension fixe, on ne peut avoir un engorgement par émulsification. Toutefois, le solide étant en générale un substrat végétal de granulométrie étalée et de nature hétérogène, les particules fines ou légères qui ne coulent pas ou qui ont des vitesses de chute trop faibles sont drainées par le contre courant . Ainsi, il y a entraînement sans que pour cela qu'il y ait engorgement et c'est un phénomène qu'il faut contrôler car ; en plus de la perte de la matière première et de son soluté, l'entraînement peut engendrer le dysfonctionnement de la colonne si l'alimentation du solide est gênée par l'accumulation de particules en tête de la colonne. L'entraînement peut s'aggraver lorsque les particules n'arrivent plus à s'écouler normalement, à cause d'une charge trop importante, ou à cause d'un ralentissement excessif [27, 28].

La difficulté dans la mesure expérimentale des points d'engorgements est au fait que l'engorgement ne présente pas de points stables, on peut seulement approcher ces points, avec une marge d'erreur. En général, cela se fait par observation du contenu de la colonne à l'œil nu : l'engorgement est remarqué par l'augmentation de la phase dispersée. Dans ce sens, plusieurs expressions de la rétention à l'engorgement ont été développées pour la totalité relatives à des systèmes liquide-liquide [42, 43, 44]. Nous présentons l'équation proposée par Thornthorn [25, 26] ;

$$\phi_e = \frac{\sqrt{\left(\frac{Q_d}{Q_c}\right)^2 + 8\left(\frac{Q_d}{Q_c}\right) - 3\left(\frac{Q_d}{Q_c}\right)}}{4\left(1 - \frac{Q_d}{Q_c}\right)} ; \quad \text{pour } Q_c \neq Q_d \quad \text{(III-45)}$$

qui de par son fondement et du fait qu'elle ne prend pas en compte des phénomènes spécifiques au système dispersé liquide tel que la coalescence, la rupture et le phénomène de formation de gouttes au niveau des plateaux se présente comme la plus adéquate pour décrire l'engorgement dans les colonnes pulsées d'extraction solide-liquide.

IV

MONTAGE EXPERIMENTAL

IV-1- Description de l'installation :

L'installation réalisée est une colonne d'extraction solide-liquide pulsée à contact continu en contre-courant entièrement conçue en verre Pyrex. Elle comporte :

- ◆ Le corps de la colonne ou la partie active de l'extraction.
- ◆ Le circuit d'alimentation du solvant d'extraction.
- ◆ Le circuit de récupération de l'extrait.
- ◆ Le système d'alimentation en matière première.
- ◆ Le système de récupération du solide épuisé.
- ◆ Le système générateur de pulsation.

L'assemblage des éléments en verre se fait par l'intermédiaire de brides en fonte fixées sur ces éléments en verre par des garnitures de serrage. Un joint d'étanchéité est prévu entre chaque assemblage. La figure IV-1 donne un exemple d'assemblage.

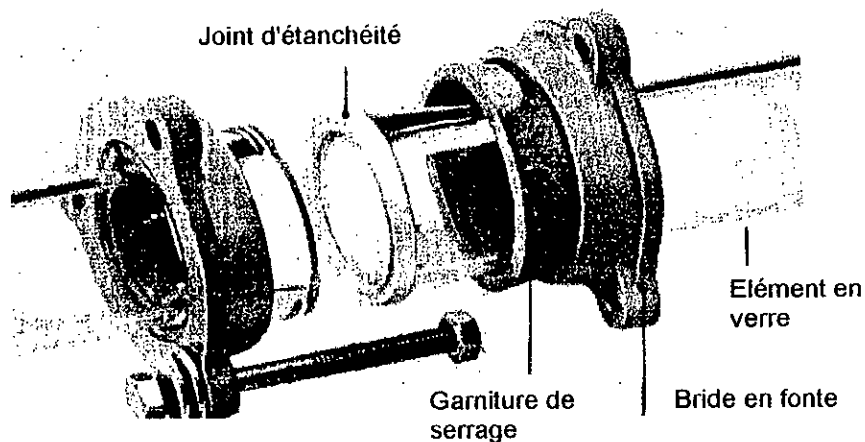


Figure IV-1- Schéma d'assemblage.

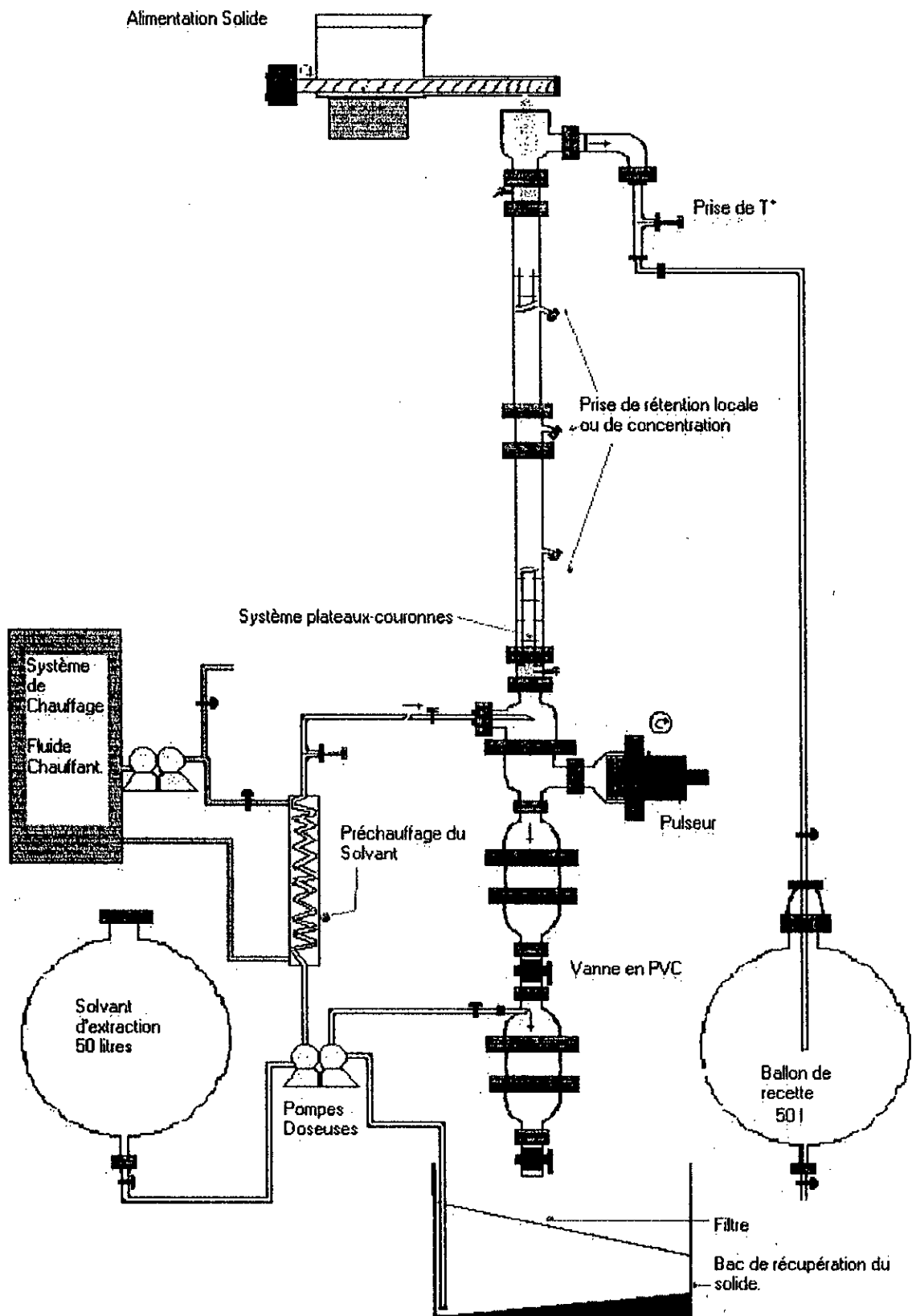


Figure IV-2- : Schéma de la colonne pulsée à disques et couronnes réalisée.

IV-2- Corps de la colonne :

Le corps de la colonne est constitué de trois éléments superposés de diamètre de 5 cm. Les deux éléments supérieur et inférieur ont 1 m de hauteur, la hauteur de l'élément centrale est de 10 cm. Soit au total 2,1 m de hauteur. L'élément inférieur est lié au sas d'alimentation du solvant par un soufflet en polytétrafluorure d'éthylène (PTFE) flexible de 5 cm de diamètre et de hauteur à l'intérieur duquel est fixée la première couronne. Sur ce même soufflet on a prévu à 12 cm au-dessus de l'alimentation du solvant un petit robinet constituant le système d'injection du traceur.

Un autre soufflet de même type que le premier mais de 4 cm de hauteur est installé en haut de colonne comme liaison entre le corps et le sas par lequel s'effectue l'alimentation du solide et la récupération de l'extrait. Une prise de concentration est prévue aussi sur ce soufflet. Au milieu de l'élément inférieur et de l'élément central du corps de la colonne sont prévues deux prises réalisées par l'entreprise Néoflux-Alger sur lesquelles peuvent être adaptés soit des systèmes de prises de rétentions locales de la phase solide (vannes en PVC de diamètre 2,5 cm), soit des prises de concentration du traceur ou du soluté (vanne de petites dimensions identiques à celles montées sur les deux soufflets en haut et en bas de colonne). La distance entre le point d'alimentation du solvant et la première prise est de 65 cm. La distance entre les deux prises est de 55 cm.

Garnissage :

Le système de garnissage est constitué d'une succession de disques et de couronnes conçus en plexiglas de 2 mm d'épaisseur, assemblés par le biais de deux tiges métalliques filetées de 4 mm de diamètre. Le choix de ce type de garnissage n'est pas fortuit car à l'inverse des plateaux perforés ou d'un garnissage compact c'est celui qui permet le mieux la circulation du solide. Les disques et les couronnes sont ainsi fixés sur la tige par des écrous montés sur leurs deux côtés. Le matériau de construction des disques et des couronnes n'est pas d'une importance capitale dans le cas des systèmes solide-liquide et son choix se limite souvent à son inertie chimique vis-à-vis du système c'est-à-dire des considérations d'usure du matériau. Dans les systèmes liquide-liquide par contre le choix du type de matériau du garnissage a une forte influence sur le degré de formation des gouttes et par conséquent sur le degré de séparation. [R₁/s]

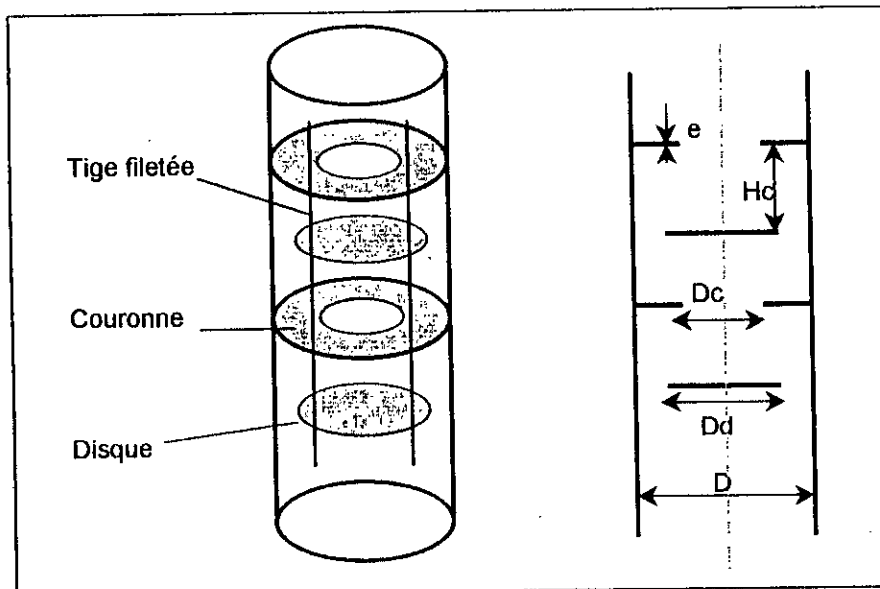


Figure IV-3: Schéma du système de garnissage à disques et couronnes.

La figure IV-3 schématise le garnissage que nous avons réalisé. Les paramètres géométriques définissant le système sont :

- ◆ La hauteur "Hc" séparant un disque et une couronne. Elle est fixée par des considérations pratiques (flexibilité des tiges métalliques) à 10 cm.
- ◆ L'épaisseur "e" des plateaux et couronnes qui est égale à l'épaisseur des plaques de plexiglass utilisées ; soit 2 mm.
- ◆ Le diamètre "D" ; diamètre externe de la couronne considérée égal au diamètre interne de la colonne soit 5 cm.
- ◆ Le diamètre D_c ; diamètre interne de la couronne fixé à 3 cm.
- ◆ Le diamètre D_d ; diamètre du disque fixé à 4 cm.

Le taux de transparence du disque est défini par l'expression :

$$T_d = 1 - \left(\frac{D_d}{D}\right)^2 \quad (IV-1)$$

Le taux de transparence de la couronne est :

$$T_c = \left(\frac{D_c}{D}\right)^2 \quad (IV-2)$$

Comme c'est le cas en général, nous avons pris les taux de transparence du disque et de la couronne égaux, soit $T_d = T_c = T^*$. Soit d'après les diamètres considérés $T^* = 36\%$.

IV-3- Circuit d'alimentation du fluide extracteur :

Le circuit d'alimentation représenté dans le schéma de la figure IV-2 comporte le ballon d'alimentation de capacité 50 l lié à une pompe doseuse P1 permettant une transmission continue du solvant d'extraction par le biais d'une canalisation en verre Pyrex de diamètre de 15 mm. Un échangeur de chaleur composé d'un serpentin est placé dans la trajectoire du fluide. Le liquide passe à l'intérieur du tube et fait fonction de fluide réfrigérant, il gagne en température par contact avec le fluide caloporteur provenant du système de chauffage. Deux soufflets en PTFE séparent le serpentin de la canalisation dans le but d'atténuer les vibrations engendrées essentiellement par le système de pulsations et protéger par conséquent celui-ci contre d'éventuelles tensions. Un thermomètre digital est prévu entre le point de sortie de l'échangeur et le point d'alimentation dans la colonne dans le but de contrôler la température d'entrée du solvant d'extraction. L'alimentation dans la colonne se fait en bas de la partie active de celle-ci dans un sas de section plus grande que celle du corps de la colonne à une distance de 10 cm de la première couronne.

Nous donnons la courbe d'étalonnage de la pompe doseuse P1 sur la figure IV-4.

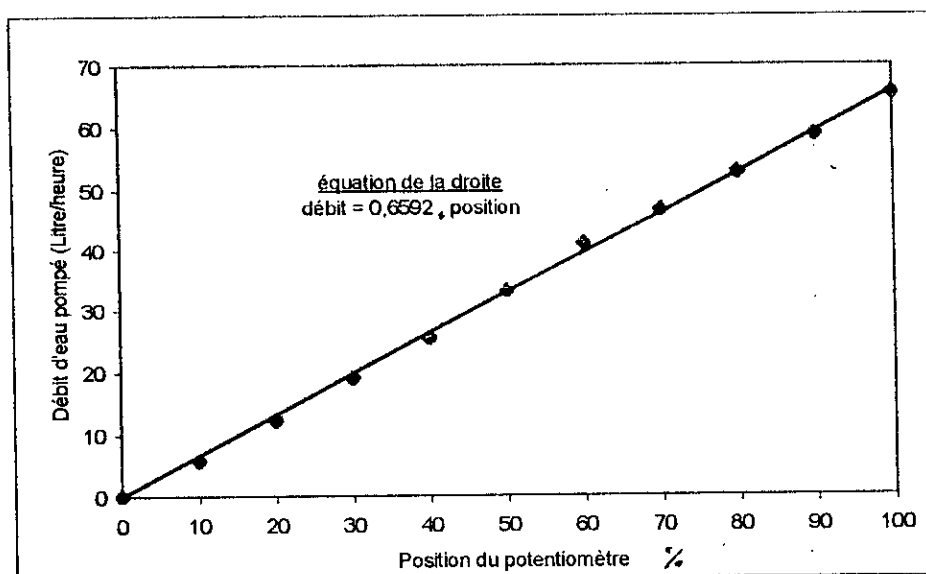


Figure IV-4- Courbe d'étalonnage de la pompe P1.

IV-4- Système de récupération de l'extract :

Le liquide surmontant le corps de la colonne arrive jusqu'au niveau du sas supérieur composé d'une cloche à tubulure liée par sa section rétrécie (5 cm de diamètre) au corps de la colonne à travers le soufflet flexible supérieur. L'autre

section rétrécie disposée latéralement par rapport à la première constitue le point de jonction de la colonne avec le circuit de récupération de l'extrait. Ce dernier est constitué par un assemblage de tuyauterie de 1,5 cm de diamètre lié à un ballon de stockage de capacité de 50 l. Un rétrécissement (5 cm - 1,5 cm) assure la liaison entre la cloche et la tuyauterie. Le liquide ainsi arrivé en haut de la colonne passe vers le ballon par gravitation. Le ballon de recette qui comporte en sa partie inférieure une vanne de vidange manuelle est situé au même niveau que le ballon d'alimentation. Notons aussi qu'au niveau de la partie supérieure du ballon de récupération, un jeu de deux vannes manuelles permet d'effectuer un éventuel recyclage du liquide récupéré vers la colonne d'extraction (système de recyclage non prévu dans notre cas).

IV-5- Système d'alimentation en matière première :

Le solide constituant la matière première est transporté de son bac de stockage vers le sas supérieur à l'aide d'une vis sans fin dont l'axe central est d'un côté emboîté dans le corps d'un moteur électrique et de l'autre côté fixé à la partie interne d'un roulement. La partie externe du roulement de diamètre 5 cm est fixée à un tube en PVC de diamètre 5 cm qui enveloppe la partie de la vis entre le bac de stockage et la colonne. Ainsi le tube en PVC permet d'assurer la jonction entre le bac de stockage et la colonne, d'ajuster et de centrer la vis sans fin et de limiter l'attrition des particules solides qui se déplacent par l'établissement d'une couche de particules permanente entre le tube et la vis.

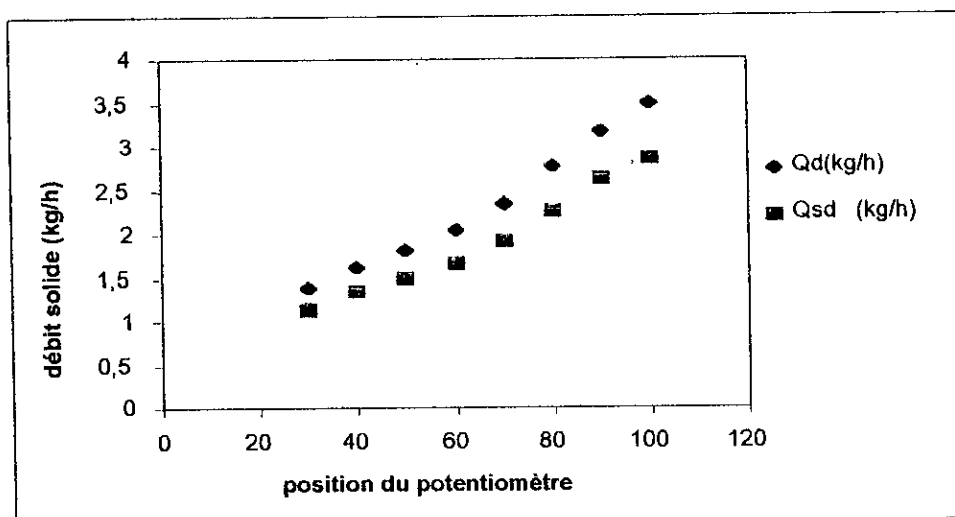


Figure IV-5- Courbe d'étalonnage du moteur alimentant le solide.

La mise en marche du moteur fait tourner la vis qui pousse les particules solides à travers le tube en PVC jusqu'à son extrémité où elles sont évacuées par une ouverture prévue pour cet effet. Nous donnons dans la figure IV-5 la courbe d'étalonnage du moteur donnant pour les positions du potentiomètre les débits en solide (grignon d'olive) alimenté. Q_d et Q_{sd} étant respectivement le débit du substrat sec et le débit du substrat mouillé jusqu'à saturation.

IV-6- Système de récupération du solide épuisé :

Dans le but d'assurer la continuité dans l'alimentation du solide et du solvant, nous avons réalisé sur notre colonne un système de récupération de la matière solide épuisée sur plusieurs points similaire à celui existant à l'Institut National Polytechnique de Toulouse.

Le système, représenté par la figure IV-6, situé en bas de colonne est constitué de deux sas de décantation de dimensions différentes. Le plus petit S1 étant celui lié à la colonne au niveau inférieur du sas d'alimentation du solvant. Les deux sas de décantation sont séparés d'une vanne manuelle en PVC V1 de diamètre 5 cm, une deuxième vanne V2 identique à la première constituant le point de vidange du mélange solide épuisé - solvant est installée en bas du grand sas S2. A la sortie du sas S2 nous avons prévu un réservoir R sur lequel est monté un filtre en plastique ne permettant le passage que de la phase liquide. Ce réservoir R est relié au sas S2 par circuit de retour constitué d'un système de canalisation passant par une pompe doseuse P2 et une vanne V3. Lorsque la vanne V1 est ouverte, les vannes V2 et V3 sont fermées (V3 est fermé pour qu'il n'y ait pas vidange de la colonne), le solide descendant par gravité à travers la colonne décante dans le sas inférieur S2. Lorsque la quantité de solide décantée atteint un certain niveau fixé, la vanne V1 est fermée, V2 par contre est ouverte et la décantation du solide continue mais seulement dans le sas S1. Le sas S2 est alors vidé de sa contenance qui passe à travers le filtre du réservoir R. La vanne V3 du circuit de retour est alors ouverte, V2 est refermée et le liquide se situant dans le réservoir R est pompé par la pompe doseuse P2 et est renvoyé pour remplir le sas S2. La vanne V3 est refermée et V1 rouverte une nouvelle fois et la boucle est bouclée. Le solide quant à lui est récupéré sur le filtre en plastique. Notons enfin que le sas inférieur est surdimensionné pour permettre au liquide de chasser le solide et substitué au mieux ainsi le système de

chasse de solide proposé au niveau de l'Institut Nationale Polytechnique de Toulouse.

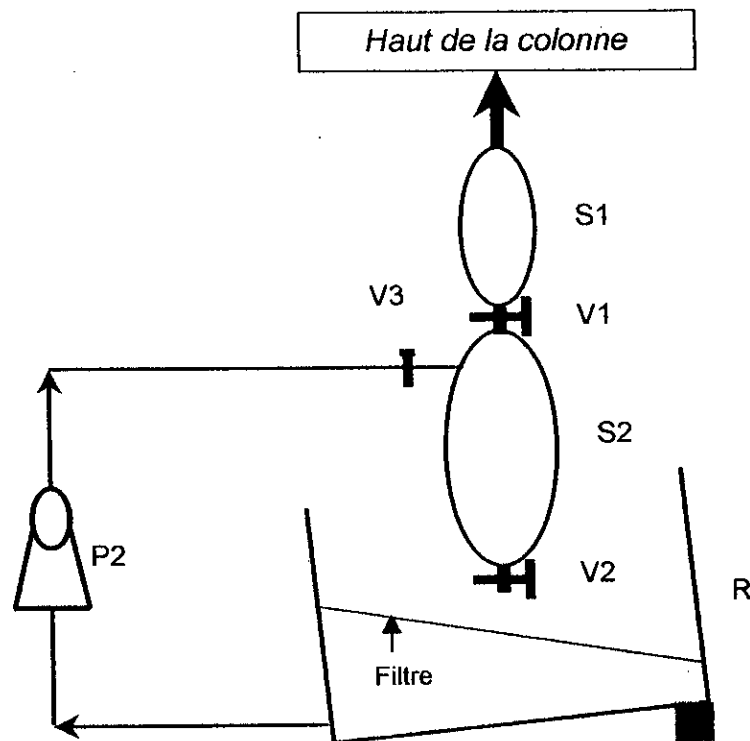


Figure IV-6 : Système de récupération du solide.
 S1, S2 : Sas de décantation. V1, V2, V3 : Vannes manuelles.
 R : Réservoir à filtre. P2: Pompe doseuse.

IV-7- Générateur de pulsation :

Le générateur de pulsation est constitué du pulseur électropneumatique et de sa boîte à commande liés par l'intermédiaire d'une bobine magnétique. Le système fonctionne en courant alternatif (220 V, 50 Hz) sous une pression d'air comprise entre 5 bars minimum et 10 bars maximum.

Le pulseur (vérin) comme l'indique la figure IV-2 est monté en bas du corps de la colonne, juste en dessous de l'alimentation en solvant d'extraction. Le vérin est en fait lié à un piston flexible pouvant se mouvoir en va et vient à l'intérieur d'une cloche dont la section large (10 cm de diamètre) permet de fixer le piston au vérin et la section rétrécie (5 cm de diamètre) est liée au sas contenant l'alimentation en solvant.

La variation de fréquence de pulsation est obtenue par une minuterie à double effet dont le temps de travail est réglable à l'aide d'un potentiomètre. Le réglage de

l'amplitude à fréquence constante est obtenu à l'aide d'une vis pointeau d'admission d'air située à l'opposé du branchement de l'air sur le bloc pulseur (vérin).

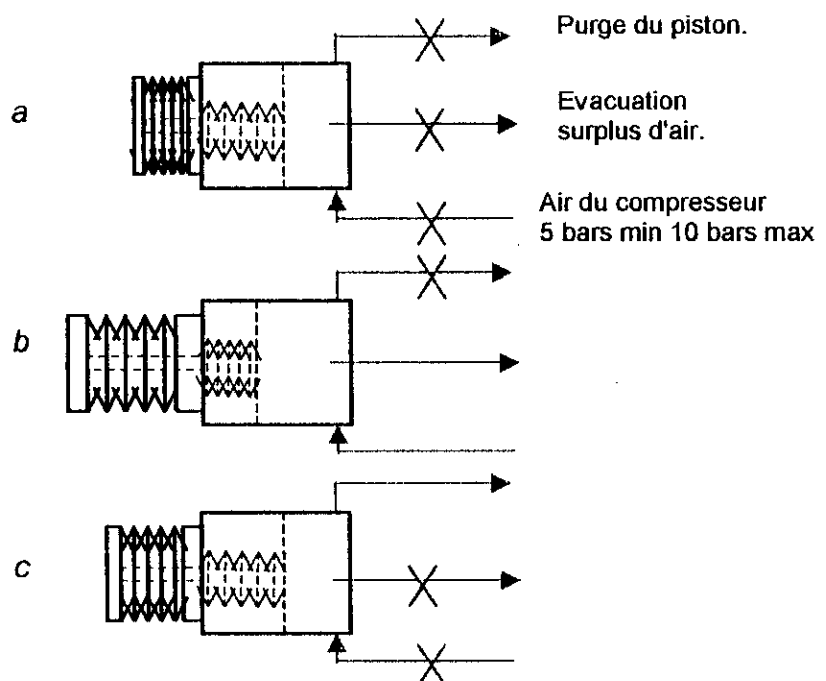
La minuterie électronique comporte un relais qui permet d'alimenter et de couper périodiquement le circuit en courant électrique. L'alimentation en courant électrique provoque le passage de l'air sous pression du compresseur vers l'intérieur du piston flexible lié à l'axe coulissant du vérin. Le piston flexible s'étire ainsi sous l'action de l'air comprimé et comprime avec lui un ressort lié rigidement au bloc figure IV-7 b. Le surplus en air est évacué en continu.

Figure IV-7 : Période de fonctionnement du pulseur.

a : système de pulsation au repos.

b : système alimenté en courant électrique. Ressort comprimé et piston dilaté sous l'action de l'air sous pression. Air en surplus évacué.

c : système en phase non alimenté en courant électrique. Air emprisonné dans le piston est purgé. Alimentation en air comprimé fermée.



Lorsque le courant électrique est coupé (par le relais), la vanne permettant le passage de l'air du compresseur se referme sous l'action de la bobine, par conséquent aucune force ne maintient le ressort dans sa position comprimée. L'axe coulissant du vérin et donc le piston reviennent instantanément sous l'action du ressort étiré à une position fixée par l'amplitude choisie. Une partie de l'air emprisonné dans le piston est alors évacuée par un orifice se situant à l'extrémité du pulseur figure IV 7c.

Nous donnons la courbe d'étalonnage du pulseur dans la figure IV-8.

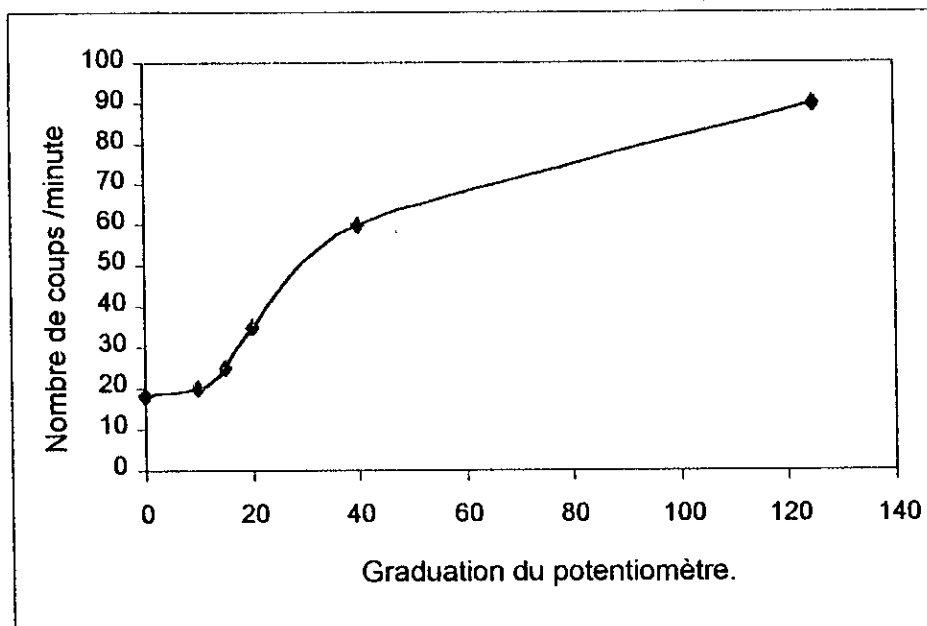


Figure IV-8 : Etalonnage du pulseur.

IV-8- Circuit du fluide caloporteur

La figure IV-9 représente le circuit du fluide caloporteur qui sert au préchauffage et du solvant d'extraction et qui peut servir à assurer l'isothermie de la colonne en complétant la colonne par un système de double parois. Comme c'est indiqué sur la figure IV-8, le fluide caloporteur est initialement chauffé dans un ballon de 20 l par un chauffe ballon commandé par une armoire de commande AC. Le ballon est lié par son extrémité inférieure et à travers un système de robinet et de conduites à la pompe doseuse P3 qui refoule le fluide caloporteur vers le serpentin où le contact avec le solvant d'extraction se fait. Le fluide caloporteur alimente le serpentin par le haut et du côté calandre. L'ajustement de la hauteur du ballon à la hauteur du serpentin permet d'une part au fluide caloporteur de noyer la totalité du tube du serpentin, et d'autre part de permettre toujours au fluide caloporteur de repasser au ballon de chauffage. La boucle de préchauffage est ainsi fermée.

Notons qu'un jeu de robinet R1 et R2 est prévu pour permettre l'alimentation d'une éventuelle double paroi comme l'indique la figure IV -9.

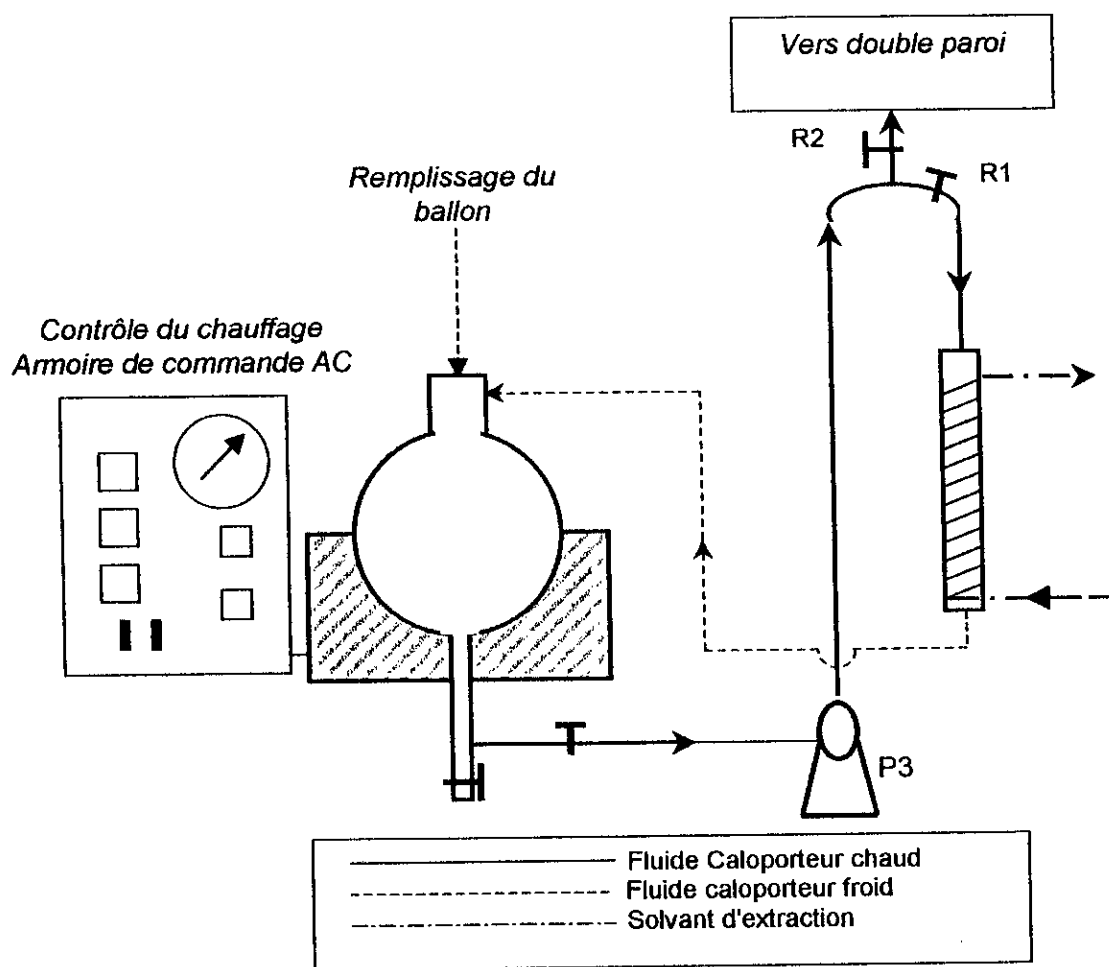


Figure IV-9 : Circuit du fluide caloporteur.

IV-9- Alimentation de la colonne en énergie :

L'alimentation des différentes pompes doseuses se fait en 380V. Le moteur d'alimentation du solide, le système de pulsation ainsi que le chauffe ballon sont alimentés en 220V. Une armoire de d'alimentation et commande composée d'une série de prises et d'interrupteurs est conçue pour grouper les commandes et faciliter ainsi l'exploitation de la colonne.

V

ETUDE DES PHENOMENES DE TRANSPORT

L'étude du phénomène de transport a été effectuée suivant une technique développée pour des systèmes liquide-liquide, mais souvent utilisée pour des systèmes solide-liquide. Le but final étant de déterminer une vitesse d'écoulement ou de glissement (selon le modèle choisi), il s'agit de déterminer en premier les vitesses terminales de chutes, corrélées celles-ci aux vitesses caractéristiques par le biais d'un coefficient de ralentissement C_R . La connaissance de ces vitesses caractéristiques et des rétentions (locale ou moyenne), permet d'atteindre, enfin, les vitesses recherchées en utilisant les expressions III-5 ou III-6 établies précédemment.

V-1. Vitesses terminales de chute

V-1-1. Appareillage et protocole opératoire

Dans le but de garder les mêmes caractéristiques géométriques de la colonne d'extraction déjà décrite, nous avons conçu une installation dans laquelle nous avons effectué les mesures des vitesses terminales de chute des particules solides. L'installation réalisée est constituée d'une colonne en verre Pyrex (similaire à celle utilisée dans la colonne d'extraction) de 5 cm de diamètre et de 1 m de hauteur, fixée à un support. La colonne est liée à son extrémité inférieure à un sas décanteur par lequel se fait la vidange du contenu de la colonne. Le liquide constituant le milieu stagnant est l'eau de robinet à température ambiante.

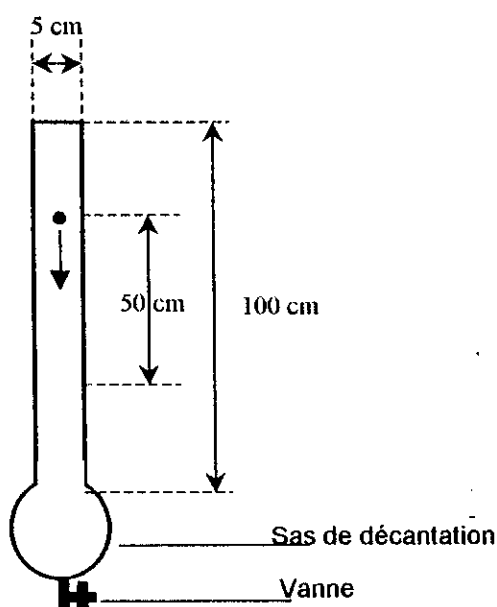
La détermination des vitesses terminales de chute se fait selon le protocole suivant :

1. Remplir la colonne avec le liquide ;
2. Faire tomber une particule solide ;
3. Mesurer par chronométrage, le temps de passage entre deux lignes tracées et distantes de 50 cm.

Notons que le tronçon de la colonne où est effectué le chronométrage a été choisi de manière à laisser les particules solides acquérir une vitesse uniforme dans le liquide (vitesse terminale de chute).

La connaissance de la distance et du temps de chute permettra de calculer ainsi la vitesse terminale de chute.

Nous avons effectué les mesures pour des billes de verre de diamètres de 0,96 mm, 2,04 mm, 4,83 mm et 6,01 mm et aussi pour le grignon d'olive de 5 différentes fractions issues du tamisage annexe 1. Les essais sont répétés 100 fois pour chaque type de particules dans le but d'atténuer les effets des erreurs de chronométrage.



FigureV-1. Montage expérimental de mesure des vitesses terminales de chute.

V-1-2. Résultats et commentaires

Dans le but de comparer les résultats expérimentaux avec les résultats théoriques, nous avons calculé les vitesses terminales de chute à l'aide des formules III-22, III-23 et III-24. Après calcul des moyennes des essais expérimentaux, nous avons obtenu les résultats représentés sous forme de tableaux et de graphes.

- **Essais avec billes de verre**

La masse volumique de l'eau est de 1000 kg/m^3 à 20°C , sa viscosité est de 10^{-3}P . La masse volumique moyenne des billes de verre mesurée selon le protocole décrit dans l'annexe 5 est de 2445 kg/m^3 pour les particules de 0,96 ; 2,04 et 6,01 mm et de 2845 kg/m^3 pour les billes de 4,83 mm.

Le tableau V-1 regroupe les résultats obtenus pour les différentes billes de verre ainsi que l'erreur par rapport à l'expérience.

Tableau V-1. Vitesses terminales de chute expérimentales et théoriques ainsi que les nombres de REYNOLDS et les erreurs par rapport à l'expérience. Essai avec billes en verre.

d (mm)	ρ (kg/m ³)	$U_{t,exp}$ (cm/s)	$U_{t,the}$ (cm/s)	Re_p	Régime d'écoulement	erreur (%)
0,96	2445	14,12	14,67	140	Transitoire	4
2,04	2445	25,20	29,45	600	Turbulent	17
4,83	2845	52,07	51,19	2472	Turbulent	2
6,01	2445	48,64	50,55	3038	Turbulent	4

Les vitesses terminales de chute théoriques des particules mentionnées dans le tableau V-1 sont calculées comme suit :

nous supposons un régime d'écoulement caractérisé par une expression du nombre de Reynolds (équation III-24, tableau III-1) et une expression de vitesse terminale de chute correspondante (équations III-25, III-26 et III-27) ; nous calculons la vitesse terminale avec la formule correspondante de vitesse et nous recalculons par la suite le nombre de Reynolds à partir de la vitesse trouvée. Si Re_p calculé appartient au domaine du régime d'écoulement supposé, la valeur trouvée de la vitesse est juste sinon on refait la même procédure jusqu'à atteindre le bon résultat.

Il est important de signaler que d'après les résultats obtenus la technique de mesure des vitesses de chute établie mène à de bons résultats même si les erreurs de chronométrage ne sont pas négligeables. Ce résultat permettra d'utiliser par la suite le même dispositif pour mesurer les vitesses de chute des fractions de grignons d'olive.

- **Essai avec grignon d'olive**

Nous avons effectué les mêmes essais que pour les billes de verre en utilisant toujours de l'eau comme milieu stagnant. En premier lieu, nous avons travaillé avec du grignon d'olive sec de masse volumique $\rho_d = 1040 \text{ kg/m}^3$, mais en constatant que la plupart des particules solides restaient à la surface de l'eau et que les résultats obtenus étaient très dispersés, nous avons pensé à utiliser du grignon d'olive mouillé dont la masse volumique est supérieure à celle du grignon d'olive sec et est $\rho_d = 1074 \text{ kg/m}^3$. Le mouillage du grignon d'olive se fait jusqu'à saturation. Celle-ci ne dépasse guère les 20 minutes.

Les résultats expérimentaux obtenus et théoriques calculés sont regroupés dans le tableau V-2.

Tableau V-2. Vitesses terminales de chute expérimentales et théoriques ainsi que les nombres de REYNOLDS et les erreurs par rapport à l'expérience des particules de G.O.

d (mm)	$U_{t\text{ exp}}$ (cm/s)	$U_{t\text{ thé}}$ (cm/s)	Re_p	Régime d'écoulement	erreur thé/exp	$U_{t\text{ corr}}$ (cm/s)	erreur corr/exp
1,18	3,62	2,47	29	Transitoire	31,77 %	4,13	14, %
1,32	3,93	2,77	36	"	29,51 %	4,36	11%
1,70	5,78	3,57	60	"	38,23 %	4,95	14%
2,40	6,64	5,04	121	"	24,10%	5,90	11%
3,74	8,70	7,85	294	"	17,16%	7,34	10%

La représentation théorique comme l'indique les erreurs calculées dans le tableau V-2 approche assez mal les valeurs expérimentales, l'écart peut être attribué à l'hypothèse de la sphéricité des particules du grignon d'olive, Il serait plus intéressant, dans ce cas, de voir l'effet de l'introduction d'un facteur de forme.

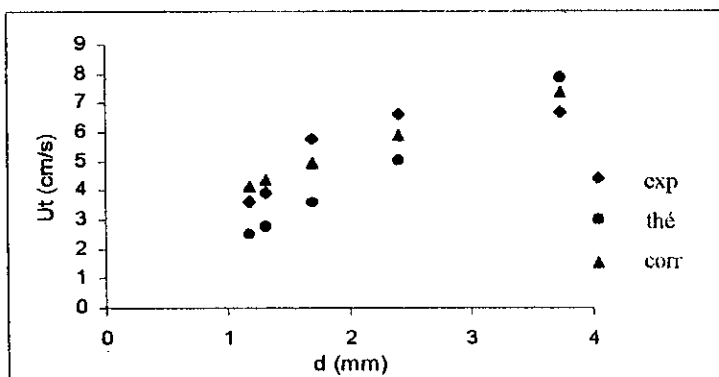
Une représentation plus fine des vitesses terminales de chutes peut être développée en corrélant U_t directement à partir des résultats expérimentaux. La forme gardée est une dépendance linéaire par rapport à la racine carré du diamètre même si, à priori, le régime de l'écoulement des particules est transitoire. Une représentation linéaire en fonction du diamètre mène à des résultats médiocres.

Le résultat de la régression est donné par l'expression (V-3).

$$U_t = 3,80 \sqrt{d} \quad (\text{V-3})$$

et la bonne concordance de cette corrélation avec les résultats expérimentaux suggère que les particules de grignon d'olive atteignent un régime d'écoulement turbulent bien avant un Reynolds de 500.

Une comparaison entre les vitesses de chutes terminales, expérimentales, théoriques et corrélées est représentée graphiquement sur la figureV-2.



FigureV-2. Comparaison entre les vitesses terminales de chute expérimentales, théoriques et corrélées pour les particules de

V-2. Vitesses de chute des particules dans la colonne pulsée

Afin de déterminer le coefficient de ralentissement C_R et qui représente l'effet de ralentissement dans la colonne, nous avons mesuré la vitesse de chute des particules dans la colonne (vitesse caractéristique U_k) pour différentes conditions opératoires (différentes amplitudes et différentes fréquences de pulsation). Le débit de la phase continue est gardé nul.

V-2-1. Appareillage et protocole opératoire

La mesure de vitesse de chute des particules dans la colonne se fait par chronométrage de temps de chute d'une particule sur une distance donnée.

Le tronçon de colonne choisi pour les mesures a une longueur de 50cm et se situe au milieu de la partie active de la colonne. Partant de l'hypothèse que la résistance à l'écoulement est la même sur toute la hauteur de la colonne, le choix de ce tronçon de la colonne est fait de manière à permettre au mieux l'observation des particules tombantes. Le liquide constituant la phase continue est l'eau de robinet.

Les mesures ont été effectuées selon le protocole suivant :

1. Remplir la colonne entièrement avec le liquide (eau) ;
2. Mettre en marche le dispositif générateur de pulsation en le réglant sur une amplitude et une fréquence donnée. Le réglage de l'amplitude et de la fréquence est mentionné dans le chapitre décrivant le montage expérimental ;
3. Attendre jusqu'à ce que le régime d'écoulement se stabilise (disparition de petites bulles d'air observées) et qu'une quantité assez importante de liquide circule à travers la colonne (environ 10mn) ;
4. Arrêter le débit liquide ;
5. Faire tomber une particule solide ;
6. Mesurer par chronométrage, le temps de passage de la particule solide entre les deux lignes tracées sur la colonne.

Pratiquement, les billes de verres de 0,96 mm sont difficiles à suivre à l'œil nu et les billes de 6,01mm bloquent au niveau des plateaux, nous avons donc limité nos mesures pour des billes de verre de diamètres de 2,04 mm, 4,83 mm seulement, et aussi pour la fraction du grignon d'olive de diamètre moyen 2,40 mm.

Nous avons effectué les essais pour cinq fréquences (0,33 ; 0,42 ; 0,58 ; 1,00 et 1,50 Hz) et trois amplitudes (0,6 ; 1,0 et 1,5cm) pour les billes de verre, et quatre fréquences (0,42 ; 0,58 ; 1,00 et 1,50 Hz) et les mêmes trois amplitudes pour les particules de grignon d'olive.

Chaque essai a été répété de 40 fois pour rendre les résultats obtenus représentatifs.

V-2-2. Résultats et commentaires

- **Essai avec billes de verre de 2,04mm**

Tableau V-3. Coefficient de ralentissement des billes de 2,04mm.

a (cm)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
f(Hz)	0,33	0,42	0,58	1,00	1,50	0,33	0,42	0,58	1,00	1,50	0,33	0,42	0,58	1,00	1,50
af(cm/s)	0,50	0,25	0,35	0,60	0,90	0,33	0,42	0,58	1,00	1,5	0,50	0,63	0,87	1,50	2,25
U_k (cm/s)	6,51	10,49	9,07	13,64	15,27	10,10	10,93	12,85	15,73	14,51	8,18	10,24	14,07	15,03	17,61
$C_R=U_k/U_t$	0,26	0,42	0,36	0,53	0,61	0,4	0,43	0,51	0,62	0,58	0,32	0,41	0,56	0,60	0,70

La courbe de la figure V-3 représente l'évolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation.

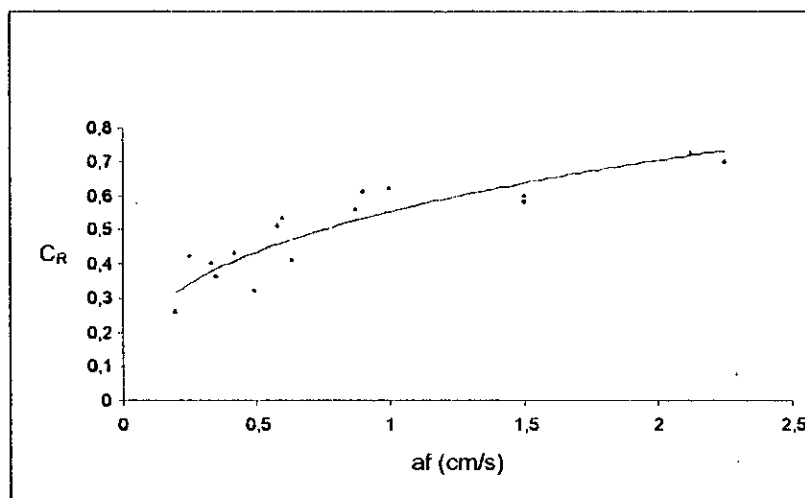


Figure V-3. Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les billes de verre de diamètre 2,04mm.

Nous avons représenté le coefficient de ralentissement C_R par une expression de la même forme que celle proposée par Pratt, cité par [35], soit :

$$C_R = K (a.f)^n \tag{V-5}$$

où K et n sont des constantes à déterminer expérimentalement.

Nous avons obtenu la relation suivante :

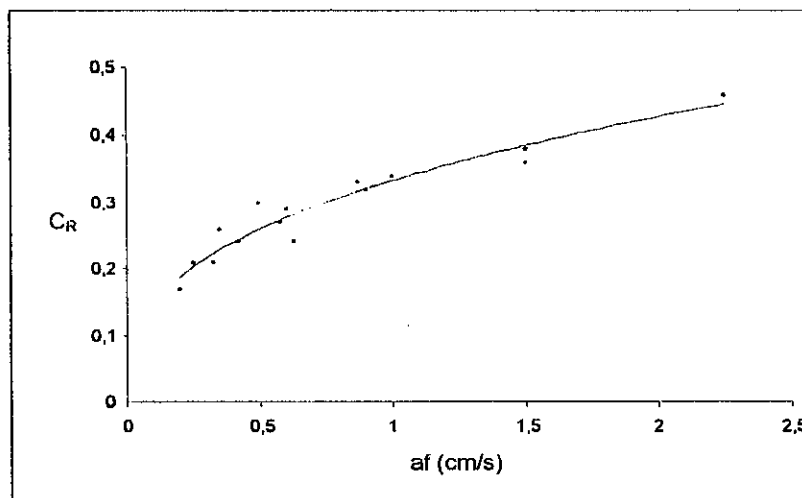
$$C_R = 0,55 (a.f)^{0,35} \tag{V-6}$$

• **Essai avec billes de verre de 4,83mm**

Tableau V-4. Coefficient de ralentissement des billes de 4,83mm.

a (cm)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	1	1	1	1	1	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
f(Hz)	0,33	0,42	0,58	1	1,5	0,33	0,42	0,58	1	1,5	0,33	0,42	0,58	1	1,5
af(cm/s)	0,495	0,25	0,35	0,6	0,9	0,33	0,42	0,58	1	1,5	0,495	0,63	0,87	1,5	2,25
U _k (cm/s)	8,93	10,90	13,51	14,91	16,53	11,20	12,64	13,81	17,97	19,91	15,69	12,29	17,21	18,53	24,12
C _R = U _k /U _t	0,30	0,24	0,33	0,36	0,46	0,21	0,24	0,27	0,34	0,38	0,17	0,21	0,26	0,29	0,32

La courbe C_R = f(af) est représenté sur la figure V-4 :



FigureV-4. Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les billes de verre de diamètre 4,83mm.

La corrélation obtenue est la suivante :

$$C_R = 0,33 (a.f)^{0,36} \tag{V-7}$$

De part sa définition, le coefficient de ralentissement C_R est indépendant du diamètre. Dans ce sens, la différence entre les expressions (V-5) et (V-6) semble plutôt due aux incertitudes sur la mesure des vitesses terminales de chute des particules de 4,83 mm qui ont un temps de passage inférieur à la seconde.

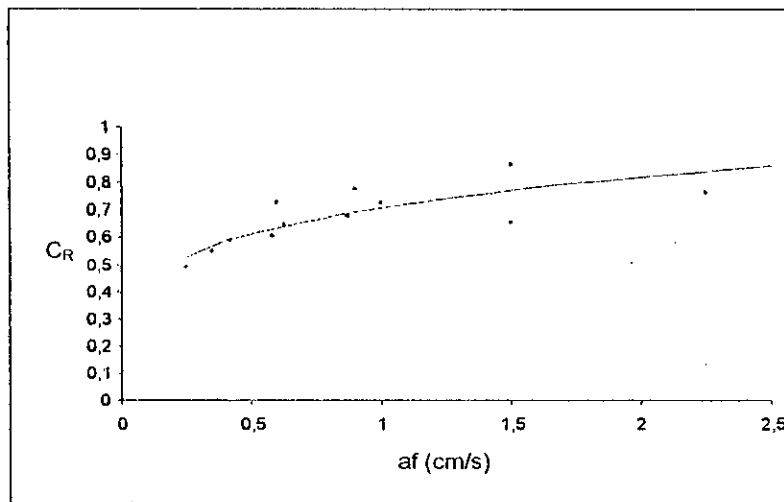
Pour ce qui suit, nous avons pris l'expression V-6 comme étant représentative du coefficient de ralentissement pour toutes les billes de verre.

• **Essai avec particules de grignon d'olive**

TableauV-5. Coefficient de ralentissement des particules de grignons d'olive de 2,40mm.

a (cm)	0,6	0,6	0,6	0,6	1,0	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5	1,5	1,5
f(Hz)	0,42	0,58	1,00	1,50	0,42	0,58	1,00	1,50	0,42	0,58	1,00	1,50
af(cm/s)	0,25	0,35	0,60	0,90	0,42	0,58	1,00	1,50	0,63	0,87	1,50	2,25
U_k (cm/s)	3,28	3,66	4,84	5,21	3,91	4,06	4,82	5,78	4,34	4,54	4,40	5,13
$C_R = U_k / U_t$	0,49	0,55	0,73	0,78	0,59	0,61	0,73	0,87	0,65	0,68	0,66	0,77

Les résultats du tableauV-5 sont représentés graphiquement sur la figureV-5.



FigureV-5. Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les particules du grignon de diamètre moyen 2,40mm.

la corrélation proposée pour le grignon d'olive est la suivante :

$$C_R = 0,71 (a,f)^{0,21} \tag{V-8}$$

Nous remarquons en premier lieu que, d'après les figures V-3, V-4 et V-5, pour les différentes particules utilisées une augmentation du coefficient de ralentissement C_R

avec l'intensité de pulsation. L'augmentation du coefficient de ralentissement induit de par sa définition l'augmentation de la vitesse caractéristique U_k .

Il est clair cependant que d'après l'évolution de ces courbes que le coefficient de ralentissement C_R augmente et tend vers une valeur limite maximale inférieure à 1 lorsque l'intensité de l'agitation dépasse une certaine valeur. Cette constatation est contraire à celle rencontrée dans la littérature que cela soit pour les systèmes liquide-liquide dans des colonnes pulsées à plateaux perforés ou pour les systèmes solide-liquide dans des colonnes pulsées à disques et à couronnes. L'augmentation de l'intensité de pulsation implique une diminution du coefficient de ralentissement et l'exposant de l'expression du C_R est négatif.

Notons que ces résultats ont été obtenus dans la totalité des cas pour des distances entre plateaux très petites par rapport à celles que nous avons adoptées. En fait, nous avons remarqué durant nos expérimentations que les particules solides ont tendance à se déposer sur les disques et les couronnes et la pulsation permet de les évacuer. Plus l'intensité de pulsation est grande moins les particules séjournent sur les plateaux. Ce qui explique que pour une grande intensité de pulsation la vitesse caractéristique est grande.

Enfin, connaissant l'évolution de la vitesse terminale de chute U_t en fonction du diamètre, et de par la définition du coefficient de ralentissement nous pouvons exprimer directement la vitesse caractéristique U_k en fonction des propriétés physico-chimiques du système diphasique et des paramètres opératoires, soit :

Billes de verre :

$$U_k = 10,32(af)^{0,35} \sqrt{d} \quad (V-9)$$

$$2.04 \text{ mm} \leq d \leq 6.01 \text{ mm} ; 0,25 \text{ cm/s} \leq a.f \leq 2,25 \text{ cm/s}$$

Grignon d'olive

$$U_k = 2,70 (af)^{0,21} \sqrt{d} \quad (V-10)$$

$$0,25 \text{ cm/s} \leq a.f \leq 2,25 \text{ cm/s}$$

Nous avons essayé par la suite de comparer les vitesses caractéristiques U_k expérimentales et celles obtenues à partir de la corrélation proposée, et ça pour les

différents types de particules étudiées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

- Billes de verre de 2,04mm

TableauV-6. Comparaison entre les vitesses caractéristiques expérimentales et celles corrélées des billes de verre de 2,04 mm.

af (cm/s)	0,50	0,25	0,35	0,6	0,9	0,33	0,42	0,58	1	1,5	0,50	0,63	0,87	1,5	2,25
U_k exp (cm/s)	6,5	10,5	9,1	13,6	15,3	10,1	10,9	12,9	15,7	14,5	8,2	10,2	14,07	15,03	17,6
U_k corr (cm/s)	11,5	9,1	10,2	12,3	14,2	10,0	10,9	12,2	14,7	17,0	11,5	12,5	14,03	16,98	19,58
erreur corr/exp	76,9	13,5	12,5	9,6	6,9	1,0	0,4	5,2	6,3	17,0	40,8	22,5	0,28	12,97	11,24

- Particules de grignon d'olive de 2,40mm

TableauV-7. Comparaison entre les vitesses caractéristiques expérimentales et celles corrélées des particules de grignon d'olive de 2,40 mm.

af (cm/s)	0,25	0,35	0,6	0,9	0,42	0,58	1	1,5	0,63	0,87	1,5	2,25
U_k exp (cm/s)	3,3	3,7	4,8	5,2	3,9	4,1	4,8	5,8	4,3	4,5	4,40	5,13
U_k corr (cm/s)	3,4	3,7	4,1	4,5	3,8	4,1	4,6	5,0	4,2	4,5	5	5,44
erreur corr/exp	4,6	0,6	14,9	13,8	2,3	0,7	4,8	13,5	3,9	1,8	13,64	6,04

Nous remarquons d'après les résultats des tableaux précédents, que les erreurs des corrélations par rapport aux résultats expérimentaux sont plus au moins acceptables : 15,81 % pour les billes de 2,04 mm et 6,71 % pour les particules de grignon, et la représentation des vitesses dans la colonne par les expressions (V-9) et (V-10) est tolérable.

VI

ETUDE DE LA RETENTION

L'étude de la rétention au-delà du fait qu'elle permet de délimiter la zone de fonctionnement dit sans risque de la colonne, permet d'atteindre de par les expressions III-5 et III-6, déjà citées, la vitesse des particules nécessaire à la description de l'écoulement de celles-ci.

V-1- Appareillage et protocole opératoire :

Le dispositif de prélèvement constitué par les 3 vannes latérales schématisées sur la figure IV-2 a été prévu pour l'étude de l'évolution de la rétention locale le long de la colonne. L'utilisation de ce dispositif pour notre système solide-liquide s'est montrée, néanmoins, limitée vue la non-reproductibilité des résultats obtenus. Le cas des billes de verre comme le montre le tableau VI-1 semble pour sa part plutôt satisfaisant. Ceci mène à supposer que le problème réside plutôt dans la morphologie du substrat végétal que dans la réalisation des prises.

Le tableau VI-1 regroupe les rétentions locales obtenues au niveau de la vanne de prélèvement médiane pour les billes de verre de diamètre de 2,04 mm et pour la fraction de grignon d'olive dont le diamètre moyen est de 2,40 mm. Un intervalle de près de 10 minutes est gardé entre deux prélèvements afin de s'affranchir des perturbations hydrodynamiques engendrées lors de ces mêmes prélèvements. La rétention locale est calculée dans ce cas en divisant le volume du solide récupéré par le volume de l'échantillon prélevé ; soit 50 ml. La totalité des essais de cette série ont été effectués sous les conditions opératoires mentionnées.

D'un point de vue pratique, on peut expliquer les déviations dans les rétentions du substrat végétal par le fait que celui-ci au contact du fluide perd les restes de pulpe initialement collés à lui et qui passent avec différentes quantités pour donner ainsi différentes rétentions selon le taux de d'attrition des particules au niveau de la prise. Aussi, ces restes de pulpe ont tendance à bloquer l'ouverture de la vanne

d'une façon aléatoire et incontrôlable. Le cas des billes de verre est dans ce cas plus représentatif du moment où la particule ne subit aucune dégradation.

Tableau VI-1 : Rétentions locales en % mesurées au niveau de la vanne médiane de la colonne pulsée.

$Q_c = 66,9 \text{ l/h}$; $Q_d = 3,4 \text{ kg/h}$; $f = 1,5 \text{ Hz}$; $a = 1,5 \text{ cm}$.

Essai	1	2	3	4	5	6	7	8
ϕ Bille de verre	5,8	6,5	6,0	7,9	6,0	7,1	5,4	5,9
ϕ Grignon d'olive	7,9	4,4	2,2	3,2	8,0	5,2	2,8	6,6

Dans le but de pallier à ce problème nous avons opté pour l'étude de la rétention moyenne du substrat végétal dans la colonne. Celle-ci a été déterminée en effectuant la récupération du contenu de la colonne après avoir interrompu en même temps l'écoulement des phases continue et dispersée et arrêter les pulsations.

La mise en œuvre de cette série d'expériences a nécessité une modification sur la colonne qui consistait à délimiter le corps de la colonne en sa partie inférieure par une vanne V1 initialement montée sur le sas inférieur S1 et qui permettait la récupération du solide. Le sas inférieur ne tient donc aucun rôle dans ces manipulations.

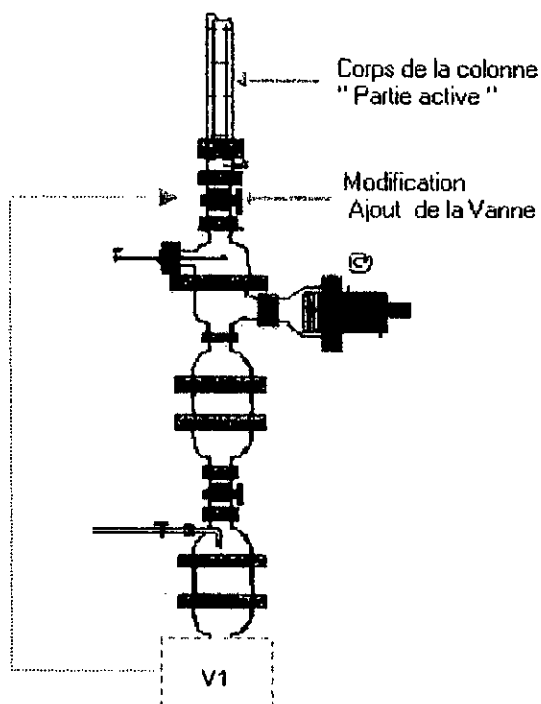


Figure VI-1 : Modification de la colonne pour les mesures des rétentions locales.

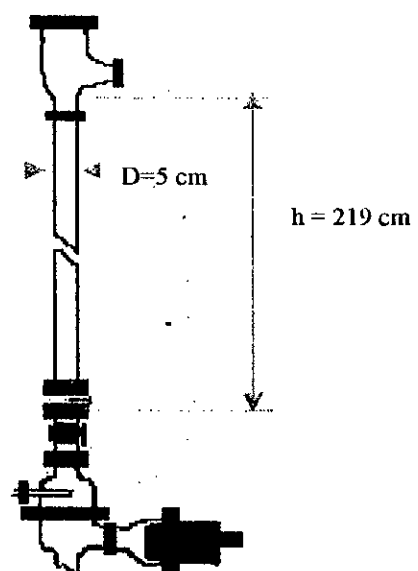


Figure VI-2 : Dimension de la partie active de la colonne.

A partir d'un tel schéma, on peut aisément calculer le volume du contacteur correspondant à la zone active de la colonne ; soit :

$$V_{\text{contacteur}} = \text{Section} \cdot \text{Hauteur} = \pi/4 (5)^2 219 = 4300 \text{ cm}^3$$

Le protocole opératoire de mesure des rétentions moyennes est dans ce cas :

1. Alimentation de la colonne en phase continue (débit fixé préalablement).
2. Alimentation de la colonne en phase dispersée (débit fixé préalablement).
3. Pulsation du mélange.
4. Attente du régime permanent.
5. Interruption de l'alimentation des deux phases et des pulsations ; fermeture en même temps de la vanne supérieure.
6. Vidange du sas S2.
7. Vidange de la partie active de la colonne dont le volume est connu.
8. Pesée de la fraction solide récupérée.

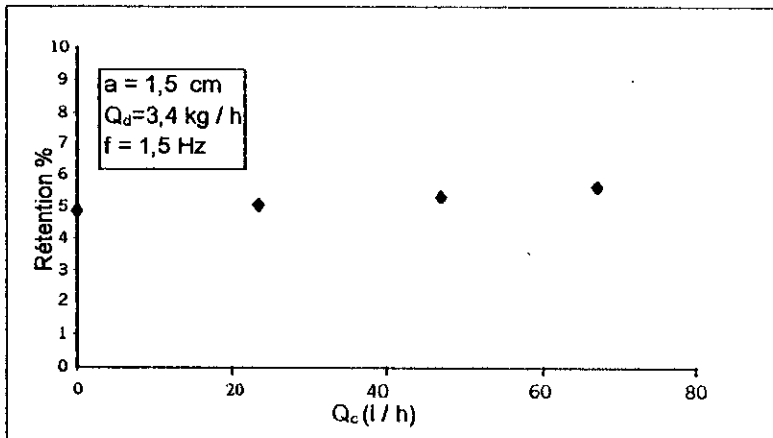
La rétention moyenne de la phase dispersée est déterminée en divisant le volume mesuré de cette phase par le volume total de la zone active du contacteur soit 4300cm^3 .

VI-2- Résultats et commentaires :

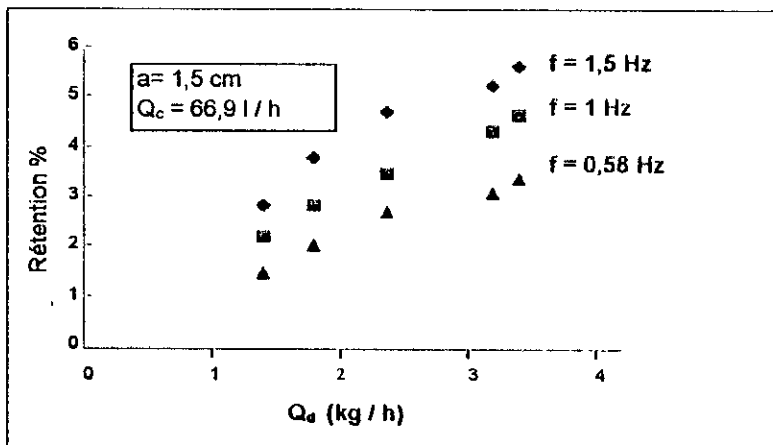
On trouvera dans les courbes des figures VI-3, VI-4, VI-5 et VI-6, les profils de rétention déterminés dans diverses conditions de fonctionnement de la colonne. Il est clair cependant que d'après les résultats obtenus et dans les conditions opératoires choisies la rétention ne dépasse guère les six (6)%.

VI-2-1- Influence du débit de la phase continue :

La figure VI-3 présente l'évolution de la rétention moyenne pour les conditions opératoires mentionnées. Il apparaît clairement que le débit de la phase continue n'a qu'une influence minimale sur la rétention moyenne. Toutefois, l'augmentation du débit de la phase continue engendre, aussi faible soit-elle, une augmentation de la rétention.



FigureVI-3 : Influence du débit de la phase continue sur la rétention moyenne.



FigureVI-4 : Evolution de la rétention moyenne en fonction du débit de la phase solide.

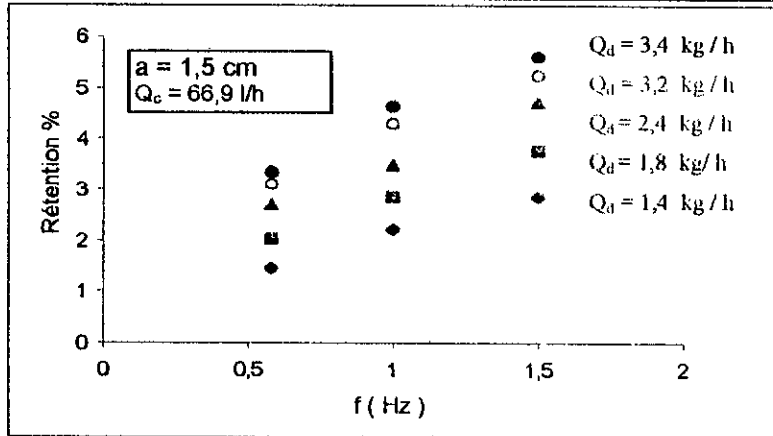


Figure VI-5 : Evolution de la rétention moyenne en fonction de la fréquence de pulsation

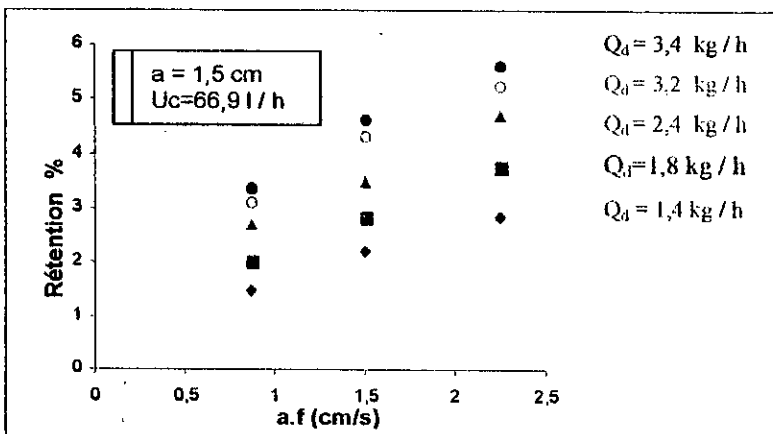


Figure VI-6 : Evolution de la rétention moyenne en fonction de l'intensité de pulsation

VI-2-2- Influence du débit de la phase dispersée :

L'évolution de la rétention moyenne en fonction du débit de la phase dispersée a été suivie pour trois fréquences différentes. L'allure des courbes sur la figure VI-4 indique cette fois une nette dépendance entre cette rétention moyenne et le débit de grignon d'olive introduit. Il est à signaler que cette dépendance est d'autant plus linéaire que lorsqu'on travaille avec de faibles débits (1,4 - 2,4 kg / h). D'une façon générale, on peut dire que l'augmentation du débit de la phase dispersée engendre l'augmentation de la rétention au niveau de la colonne, résultat qui rejoint la majorité des travaux antérieurs effectués soit pour des systèmes liquide-liquide [42,43,44] ou solide-liquide, [26, 27].

VI-2-3- Influence de la fréquence de pulsation :

La figure VI-5 présente l'influence de la fréquence de pulsation sur la rétention moyenne. L'amplitude étant maintenue constante, $a = 1,5$ cm. Une allure plus ou moins linéaire est observée pour chacune des conditions opératoires. On note une évolution presque identique de la rétention moyenne en fonction de la fréquence pour chacun des débits de la phase dispersée, représentée sur la figure par une disposition parallèle des courbes. L'augmentation de la rétention moyenne avec la fréquence de pulsation est cependant claire.

Sur la figure VI-6, nous avons représenté l'évolution de la rétention moyenne par rapport à l'intensité d'agitation af . Les courbes de la figure VI-4 découlent directement de celles de la figure VI-5. Nous notons la linéarité entre la rétention moyenne et l'intensité d'agitation ; résultat retrouvé dans la littérature pour les faibles intensités d'agitation. En effet, plusieurs travaux antérieurs, [26, 27, 28, 42, 43], montrent des profils plus ou moins linéaires sur l'intervalle limité d'intensité d'agitation dans lequel nous avons travaillé.

VI-3- Engorgement :

D'après l'analyse de Thorthon, cité par [42], la rétention à l'engorgement dans une colonne ne dépend que du rapport des débits ; elle est donnée par la relation suivante :

$$\phi_e = \frac{\sqrt{\left(\frac{Q_d}{Q_c}\right)^2 + 8\left(\frac{Q_d}{Q_c}\right) - 3\left(\frac{Q_d}{Q_c}\right)}}{4\left(1 - \frac{Q_d}{Q_c}\right)} ; \text{ pour } Q_c \neq Q_d \quad (VI-1)$$

En appliquant ce résultat à nos conditions opératoires nous pouvons déterminer les rétentions à l'engorgement.

Soit :

Tableau VI-2 : Rétention à l'engorgement d'après l'équation de Thornthorn.

Q _c (l/h)	23,3	46,3	66,9	66,9	66,9	66,9	66,9	66,9
Q _d (l/h)	3,2	3,2	3,2	1,3	1,7	2,2	3,0	3,2
Q _d /Q _c	0,14	0,07	0,05	0,02	0,03	0,03	0,05	0,05
φ _e %	18,8	14,6	12,7	8,6	9,6	10,8	12,2	12,7

La conversion du débit massique en débit volumique se fait en connaissant la masse volumique de la phase dispersée.

Expérimentalement il n'est pas aisé de déterminer les rétentions à l'engorgement. En effet, pratiquement, le problème réside dans la géométrie du sommet de la colonne au niveau du rétrécissement brusque liant la tête de colonne à la conduite de récupération du solvant. Le diamètre passe directement de 5 cm à 1,5 cm, les particules solides entraînées constituées, en majorité de pulpe, forment un bouchon. Devenant de plus en plus important, ce bouchon empêche le fluide de passer et provoque ainsi et à chaque fois un débordement incontrôlable du fluide au sommet de la colonne, sans pour cela atteindre l'engorgement dans la colonne ni même l'entraînement total des particules solides.

Si on considère par contre les rétentions à l'engorgement comme celles obtenues à partir de l'équation de Thornthorn (tableau VI-2), on peut alors aisément situer nos conditions opératoires par rapport à cette valeur extrême. Les résultats sont ainsi regroupés dans le tableau VI-3.

VI-4- Corrélation des résultats obtenus :

Un traitement par une méthode des moindres carrés de tous les résultats expérimentaux obtenus a permis d'aboutir à l'expression VI-2 dont la forme est similaire à celle proposée par Park, cité par [35].

$$\phi_{corr} = 3,87 (af)^{0,58} Q_d^{0,72} \quad (VI-2)$$

où : Q_d est en cm^3/s

et ϕ dans ce cas est en %.

Le calcul des rétentions à partir de cette équation mène aux résultats regroupés dans le tableau VI-3.

Tableau VI-3 : Comparaison entre les rétentions moyennes mesurées et corrélées. Rétention à l'engorgement selon Thornthorn. Essais effectués avec $Q_c = 66,9 \text{ l/h}$.

exp	a cm	f Hz	Q_d l/h	$\phi_{\text{engorgement}}$ %	ϕ %	ϕ_{corr} %	erreur
1	1,5	1,5	1,3	8,6	2,83	2,96	4,7
2	1,5	1,5	1,7	9,6	3,76	3,59	4,5
3	1,5	1,5	2,2	10,8	4,69	4,34	7,4
4	1,5	1,5	3,0	12,2	5,23	5,41	3,5
5	1,5	1,5	3,2	12,7	5,62	5,77	2,7
6	1,5	1	1,3	8,6	2,2	2,34	6,4
7	1,5	1	1,7	9,6	2,83	2,84	0,2
8	1,5	1	2,2	10,8	3,47	3,43	1,1
9	1,5	1	3,0	12,2	4,31	4,27	0,8
10	1,5	1	3,2	12,7	4,63	4,56	1,5
11	1,5	0,58	1,3	8,6	1,46	1,70	16,8
12	1,5	0,58	1,7	9,6	2,01	2,07	2,8
13	1,5	0,58	2,2	10,8	2,68	2,50	6,7
14	1,5	0,58	3,0	12,2	3,08	3,11	1,1
15	1,5	0,58	3,2	12,7	3,35	3,32	0,8

Le calcul des erreurs relatives moyennes montre une assez bonne concordance entre la corrélation proposée et les mesures expérimentales effectuées,

ce qui nous permet de proposer la corrélation obtenue pour une éventuelle utilisation dans un modèle décrivant l'hydrodynamique de la colonne.

L'étude précédente ne nous permet pas d'atteindre une rétention locale et par conséquent le profil de rétention. Il est par conséquent impossible de décrire chaque particule par sa vitesse de chute $U(d,h)$ (expression III-6). La suspension est alors décrite par une vitesse de glissement U_s (expression III-5), corrélée à la rétention moyenne (expression VI-2) et à la vitesse caractéristique (expression V-10). L'exposant m dans l'expression III-5 n'a pas été déterminé expérimentalement dans notre cas. Toutefois, des études effectuées sur le même types de colonne [26,27] et pour une géométrie identique à celle de notre contacteur ont permis d'atteindre une valeur de m égale à 3.

Si on considère cette valeur pour m , on peut facilement, en passant par le calcul de la vitesse de glissement, calculer le temps de séjour d'une suspension de diamètre moyen d dans le corps du contacteur de hauteur 219 cm sous les conditions de pulsations bien définies. Ainsi, on obtient les valeurs du tableau VI-4 pour la fraction de diamètre moyen 2,4 mm.

Tableau VI-4 : Temps de séjours moyens de la fraction de grignon d'olive de diamètre 2,4 mm.

a (cm)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
f (Hz)	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,58	0,58	0,58	0,58	0,58
τ_d (s)	48	49	50	52	53	52	52	49	50	52	53	52	52	52	52

Notons que ces temps de séjour des particules solide sont obtenus pour une hauteur entre disque et couronne égale à 10 cm. Il est évident, cependant, que la diminution de cette distance augmente le temps de séjour.

VII

ETUDE DE LA DISPERSION AXIALE

Dans une grande partie des corrélations proposées dans la littérature, l'effet de la phase dispersée sur le mélange est traduit dans l'expression du coefficient de dispersion axiale par le terme $(1-\phi)$. Lorsque la rétention est faible une première approximation consiste à négliger ce terme et l'étude de la dispersion est ramenée à une étude à un système monophasique, c'est-à-dire sans présence de phase dispersée. Cette approximation est d'autant plus justifiée dans notre cas par le fait que la rétention dans la totalité des cas ne dépasse guère les 6%. Une deuxième cause d'ordre technique cette fois nous a poussé à effectuer aussi cette approximation. En effet, et comme pour les prises de rétention, les restes de pulpe ont tendance à boucher les orifices des vannes de prélèvement du traceur.

VII-1- Appareillage et protocole opératoire

Pour l'étude de la dispersion, nous avons utilisé la méthode d'injection du traceur. Le traceur utilisé est le méthyle orange, de masse molaire égale à 327,34 g/mol. sa longueur d'onde d'absorbance correspondant au maximum d'absorbance (figure VII-1) déterminée, par colorimétrie, en effectuant un balayage de longueur d'onde dans le visible est de $\lambda_{\max}=460$ nm.

L'étalonnage de la concentration en fonction de l'absorbance se fait en préparant plusieurs solutions de méthyle orange de différentes concentrations, et en mesurant leur absorbance. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure VII-2. L'équation de cette courbe est exprimée par :

$$c = 6 \cdot 10^{-5} \text{ abs} \quad (\text{VII-1})$$

c étant la concentration du traceur, abs ; son absorbance

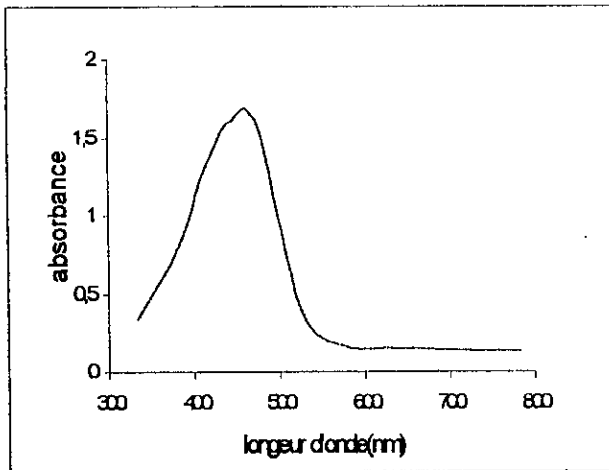


Figure VII-1- Détermination de la longueur d'onde d'absorbance du Methyl Orange

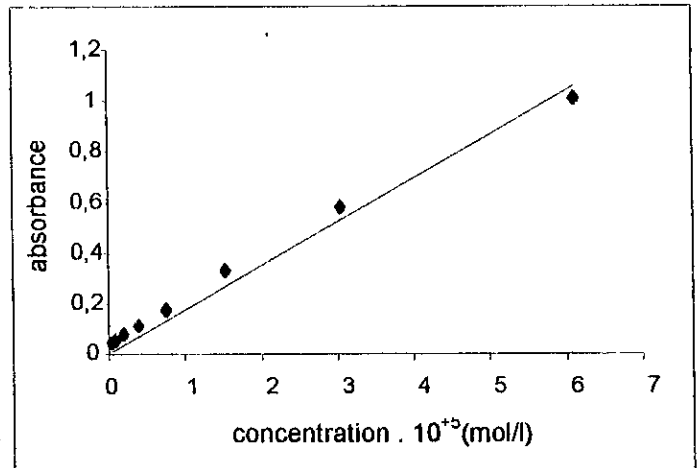


Figure VII-2- Courbe d'étalonnage. Absorbance - concentration du Methyl Orange.

Pratiquement, et comme il a été déjà indiqué, pour injecter le traceur une petite vanne a été prévue sur le soufflet flexible en bas de la colonne à une hauteur de 3 cm au-dessous de la première couronne et de 50 cm au-dessus de l'alimentation. La vanne est munie d'un système qui permet de fixer la seringue contenant le traceur, celui-ci est introduit au centre de la colonne dans le but d'avoir une injection uniforme à travers une petite tubulure fixé à l'extrémité de la vanne. La même vanne est prévue sur le deuxième soufflet situé en haut de la colonne et distant de 2,15 m du point d'injection. Le dernier plateau se situe quant à lui à une distance de 30 cm du point de prélèvement.

Chronologiquement, un essai de mesure de la dispersion se fait de la façon suivante.

1. Préparer la colonne, en la remplissant avec de l'eau et en réglant l'amplitude et la fréquence ainsi que le débit de la phase liquide (l'eau) ;
2. Attendre jusqu'à ce que l'écoulement se stabilise dans la colonne ;
3. Injecter une quantité de traceur (5 ml dans notre cas) le plus rapidement possible dans le but de simuler une injection impulsion ;
4. Faire des prélèvements, dans des tubes à essai, en fonction du temps au niveau de la prise de prélèvement.

Nous mesurons par la suite l'absorbance de ces échantillons, en utilisant un colorimètre.

La connaissance de l'absorbance nous permet à travers l'équation de la courbe d'étalonnage de déterminer la concentration de la phase liquide en traceur.

Nous avons effectué les essais pour trois fréquences (0,33 Hz ; 1,00 Hz et 1,50 Hz) et deux amplitudes (1,0 cm et 1,5 cm) avec trois débits liquides différents (23,3 l / h ; 46,2 l / h et 66,9 l / h).

VII-2- Traitement de l'information :

L'analyse des courbes $c(t)$ pour le point de prélèvement permet d'obtenir les paramètres du modèle choisis. Il s'agit dans ce cas du coefficient de dispersion axiale

La méthode de calcul que nous avons adoptée est celle des moments d'ordre 1 qui est le temps de séjours moyen τ_s , et le moment d'ordre 2 qui est la variance définis par les expressions VII-2 et VII-3:

$$\mu_1 = \tau_s = \frac{\sum_{i=0}^{\infty} t_i C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i} \quad (\text{VII-2})$$

La fonction $F(t)$:

$$F(t_i) = \frac{\sum_{i=0}^{t_i} C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i} \quad (\text{VII-3})$$

La fonction DTS(t)

$$DTS(t_i) = \frac{\Delta F(t_i)}{\Delta t_i} \quad (\text{VII-4})$$

Et

$$\mu_2 = \sigma_t^2 = \sum (t_i - \tau_s)^2 DTS(t_i) \Delta t_i \quad (\text{VII-5})$$

La variance réduite

$$\sigma_{\theta}^2 = \frac{\sigma_t^2}{\tau_s^2} \quad (\text{VII-6})$$

Afin de pouvoir déterminer le nombre de Peclet, nous avons assimilé le corps de la colonne à un réacteur ouvert à la dispersion de sorte que la variance par rapport à la moyenne s'écrit pour un modèle piston-dispersion par l'expression déjà citée dans le tableau III-2, soit :

$$\sigma_{\theta}^2 = \frac{2}{Pe} + \frac{8}{Pe^2} \quad (\text{VII-7})$$

Ainsi, nous avons accès au nombre de Peclet rapporté à la hauteur entre la section d'injection et la section de prélèvement du traceur.

$$Pe = \frac{U_c H}{E_c} \quad (\text{VII-8})$$

Avec ; U_c : vitesse spécifique de la phase continue.

H : hauteur de la partie considérée de la colonne.

E_c : coefficient de dispersion axiale.

VII-3- Résultats et commentaires

Les résultats obtenus peuvent être représentés sous forme de courbes de distribution de temps de séjour (figure VII-3).

Nous donnons un exemple de calcul du coefficient de dispersion axiale concernant l'essai effectué sous les conditions suivantes:

$$f = 1,5 \text{ Hz} ; \quad a = 1,5 \text{ cm} \quad \text{et} \quad Q_c = 66,91/\text{h}.$$

- Les valeurs de $F(t)$ et $DTS(t)$ données dans le tableau VII-1 sont calculés à partir des équations VII-3 et VII-4.
- Le temps de séjour moyen $\tau_s = 334,5 \text{ s}$ est calculé à partir de l'équation VII-2.
- La variance du temps de séjour $\sigma_t^2 = 24855,38 \text{ s}^2$ est calculée à partir de l'équation VII-5.
- La variance réduite $\sigma_r^2 = \sigma_t^2 / \tau_s^2 = 0,22$.
- Pour un réacteur ouvert à la dispersion (hypothèse faite), nous obtenons à partir de l'équation VII-7 un nombre de Peclet $Pe = 12,00$.
- Pour un débit liquide $Q_c = 66,9 \text{ l / h}$, et une section de colonne de diamètre de 5 cm , la vitesse spécifique de la phase continue est $U_c = 0,95 \text{ cm/s}$.
- Le coefficient de dispersion axiale est $E_c = 17,79 \text{ cm}^2/\text{s}$.

Tableau VII-1. Valeurs de $F(t)$ et de $DTS(t)$ en fonction du temps.

temps(s)	Absorbance	Concentration $\cdot 10^{10}$ (mol/l)	$F(t)$	$DTS(t) 10^{-4} (s^{-1})$
0	0,000	0,00	0,0000	-
80	0,010	0,60	0,0014	0,17
100	0,029	1,74	0,0054	2,00
120	0,135	8,10	0,0239	9,26
140	0,248	14,88	0,0579	17,01
160	0,342	20,52	0,1048	23,46
180	0,414	24,84	0,1616	28,40
200	0,454	27,24	0,2239	31,15
220	0,463	27,78	0,2875	31,76
240	0,468	28,08	0,3517	32,11
260	0,470	28,20	0,4162	32,24
280	0,426	25,56	0,4746	29,23
300	0,413	24,78	0,5313	28,33
320	0,371	22,26	0,5822	25,45
340	0,349	20,94	0,6301	23,94
360	0,294	17,64	0,6704	20,17
380	0,286	17,16	0,7097	19,62
400	0,242	14,52	0,7429	16,60
420	0,232	13,92	0,7747	15,92
440	0,216	12,96	0,8043	14,82
460	0,190	11,40	0,8304	13,04
480	0,151	9,06	0,8511	10,36
500	0,136	8,16	0,8698	9,33
520	0,110	6,60	0,8849	7,55
540	0,108	6,48	0,8997	7,41
560	0,084	5,04	0,9112	5,76
580	0,075	4,50	0,9215	5,15
600	0,065	3,90	0,9304	4,46
620	0,050	3,00	0,9373	3,43
640	0,060	3,60	0,9455	4,12
660	0,054	3,24	0,9529	3,70
680	0,049	2,94	0,9597	3,36
700	0,044	2,64	0,9657	3,02
720	0,041	2,46	0,9713	2,81
740	0,031	1,86	0,9756	2,13
760	0,019	1,14	0,9782	1,30
780	0,034	2,04	0,9828	2,33
800	0,015	0,90	0,9849	1,03
820	0,014	0,84	0,9868	0,96
840	0,024	1,44	0,9901	1,65
860	0,026	1,56	0,9937	1,78
880	0,024	1,44	0,9970	1,65
900	0,022	1,32	1,0000	1,51

Les tableaux VII-2, VII-3 et VII-4 regroupent les résultats obtenus des nombres de *Peclet*, des coefficients de dispersion correspondants, ainsi que les temps de séjour moyens dans la colonne pour différentes conditions opératoires.

Tableau VII-2. Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de *Peclet* et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide 66,9l/h.

a (cm)	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5	1,5
f (Hz)	0,42	1,00	1,50	0,42	1,00	1,50
Pe	19,09	17,83	13,67	25,35	17,68	12,00
E_c (cm ² /s)	11,18	11,97	15,61	8,42	12,07	17,79
τ_s (s)	306	321	332	317	312	335

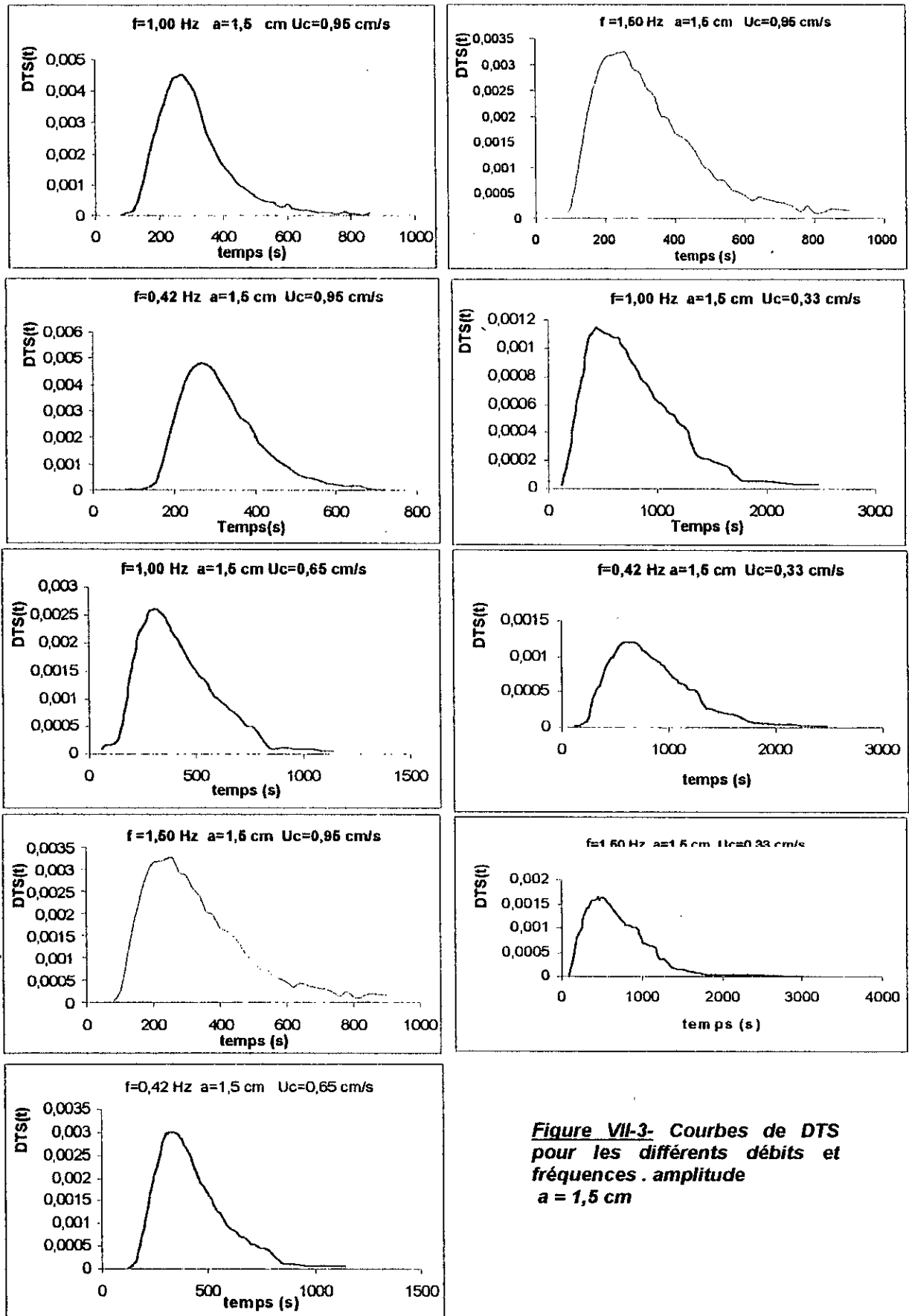


Figure VII-3- Courbes de DTS pour les différents débits et fréquences . amplitude $a = 1,5$ cm

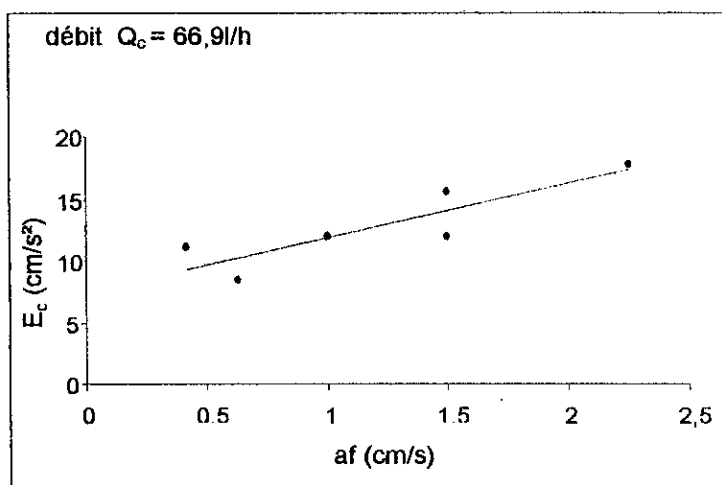
Tableau VII-3. Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de Peclet et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide 46,3l/h.

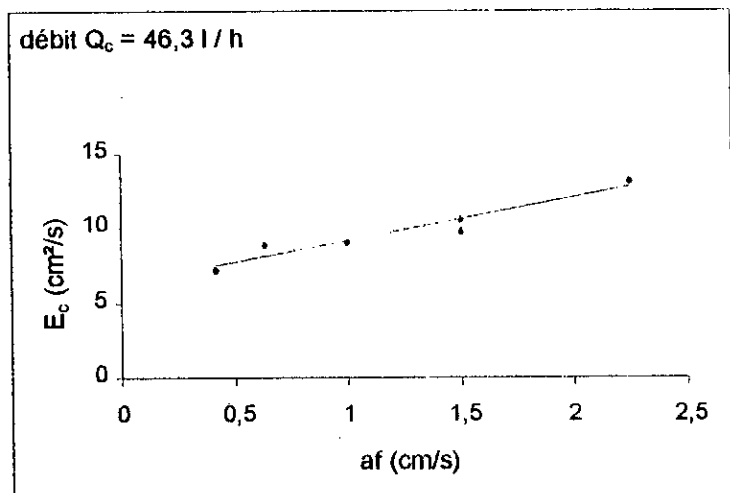
a (cm)	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5	1,5
f (Hz)	0,42	1,00	1,50	0,42	1,00	1,50
Pe	20,58	16,13	15,02	16,71	13,94	11,18
E_c (cm ² /s)	7,13	9,09	9,76	8,78	10,52	13,11
τ_s (s)	402	398	401	429	419	409

Tableau VII-4. Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de Peclet et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide 23,3l/h.

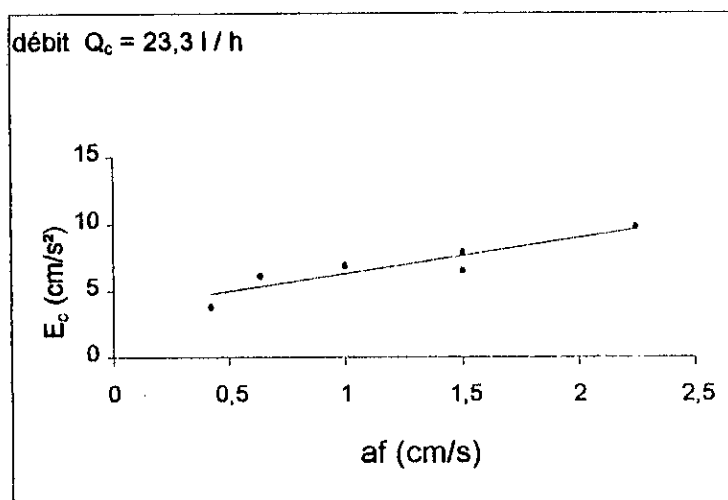
a (cm)	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5	1,5
f (Hz)	0,42	1,00	1,50	0,42	1,00	1,50
Pe	19,67	11,08	11,70	12,62	9,89	7,92
E_c (cm ² /s)	3,94	6,99	6,62	6,14	7,83	9,78
τ_s (s)	710	787	859	852	790	693

Pour voir l'évolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation nous avons tracé les courbes $D_{ax} = f(af)$ pour les trois débits représentés par les figures VII-4, VII-5 et VII-6 :

**Figure VII-4. Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de la phase continue égal à 66,9 litre/h**



FigureVII-5- Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de la phase continue égale à 46,3 litre/h



FigureVII-6- Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de la phase continue égal à 23,3 litre/h

Il est clair d'après l'allure des courbes que le coefficient de dispersion axiale varie linéairement avec l'intensité de pulsation quel que soit le débit de la phase continue.

Nous remarquons toutefois qu'à faible débit les pentes des courbes linéaires sont comparables, l'évolution du coefficient de dispersion dans l'intervalle considéré est donc similaire. Notons aussi que les droites représentant le coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation ne passent pas par l'origine. Cela implique que le coefficient de dispersion peut être fonction du débit de la phase continue.

Cette dépendance est d'autant plus marquée par les différentes courbes de la figure VII-7 comme étant linéaire. Il est aisé, en fait, de constater que l'augmentation du débit de la phase continue engendre une augmentation du coefficient de dispersion axiale.

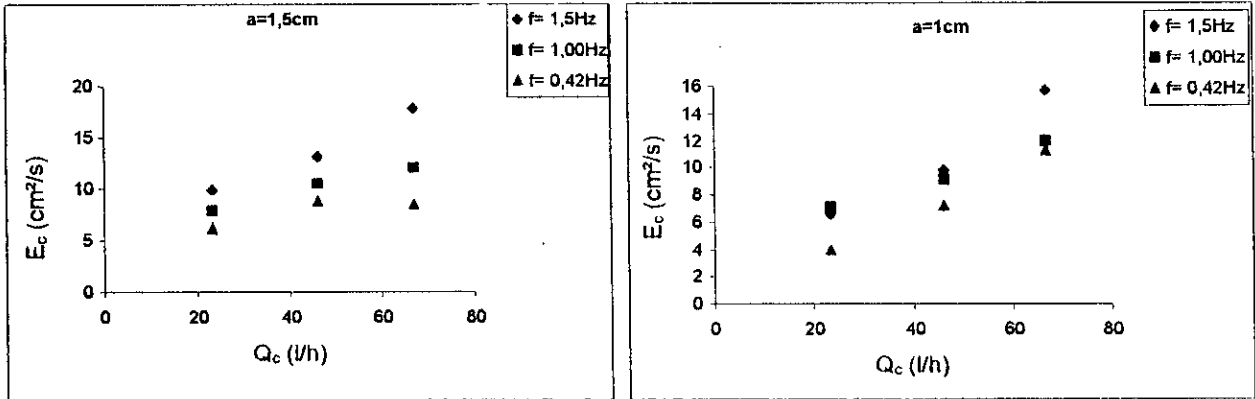


Figure VII-7- Evolution du coefficient de dispersion en fonction du débit de la phase continue pour différentes amplitudes et différentes fréquences.

Une première corrélation prenant en compte la linéarité du coefficient de dispersion axiale avec l'intensité d'agitation et le débit de la phase continue a été proposée. Nous avons opté pour une expression de la forme (VII-8), par laquelle, nous avons essayé de mettre en évidence la contribution des deux facteurs ; intensité de pulsation (af) et débit Q_c.

$$E_c = k_1 (af) + k_2 Q_c \tag{VII-8}$$

Les calculs ont conduit à l'expression VII-9, où E_c est en cm²/s, a en cm et f en Hz et Q_c en cm³/s.

$$E_c = 0,90 (af) + 0,49 Q_c \tag{VII-9}$$

Le tableau VII-5 donne une comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats issus de la corrélation proposée, ainsi que les erreurs relatives pour chaque point. Il apparaît d'après les valeurs assez élevées des erreurs (erreur moyenne 26,4%), qu'une formulation linéaire simple n'est pas en mesure de représenter le mélange axial s'effectuant dans la colonne.

Dans le but de présenter une formulation plus représentative, et confortée par les résultats obtenus dans les tableaux VII-2, VII-3 et VII-4 qui montrent que pour une même intensité de pulsation (exemple de a.f = 1,5) les contributions de l'amplitude et de la fréquence ne sont pas les mêmes, nous avons pensé à introduire

séparément l'effet de chacun de ces deux paramètres (amplitude et fréquence de pulsation) dans l'expression du coefficient de dispersion.

Tableau VII-5. Comparaison entre les coefficients de dispersion expérimentaux et ceux obtenus à partir de l'équation VII-9 et VII-11.

af (cm/s)	Q _c (l / h)	E _{c exp} (cm ² /s)	E _{c corr} (cm ² /s)	erreur %	E _{c corr} (cm ² /s)	erreur %
0,42	46,3	7,13	6,66	7	7,57	6
1,00	46,3	9,09	7,18	21	9,10	0
1,50	46,3	9,76	7,63	22	10,97	12
0,63	46,3	8,78	6,84	22	7,91	10
1,50	46,3	10,52	7,63	28	10,46	1
2,25	46,3	13,11	8,30	37	13,58	4
0,42	66,9	11,18	9,55	15	10,39	7
1,00	66,9	11,97	10,07	16	11,92	0
1,50	66,9	15,61	10,52	33	13,79	12
0,63	66,9	8,42	9,74	16	10,72	27
1,50	66,9	12,07	10,52	13	13,28	10
2,25	66,9	17,79	11,20	37	16,39	8
0,42	23,3	3,94	3,56	10	4,39	11
1,00	23,3	6,99	4,09	42	5,92	15
1,50	23,3	6,62	4,53	32	7,79	18
0,63	23,3	6,14	3,75	39	4,73	23
1,50	23,3	7,83	4,53	42	7,28	7
2,25	23,3	9,78	5,21	47	10,39	6
			Expression VII-9		Expression VII-11	

Nous avons, alors, directement corrélé le coefficient de dispersion en fonction de l'amplitude, de la fréquence et de la vitesse spécifique de la phase continue à partir des résultats expérimentaux en utilisant la forme suivante (équation VII-10) pour l'expression du coefficient de dispersion.

$$E_c = k_3 a^{k_2} f^{k_3} + k_4 Q_c^{k_5} \tag{VII-10}$$

Les calculs ont conduit à la formulation suivante :

$$E_c = 2,04 a^{1,26} f^{1,61} + 0,75 Q_c^{0,88} \tag{VII-11}$$

E_c étant en cm²/s, a en cm, f en Hz et Q_c en cm³/s.

La comparaison entre la corrélation obtenue et les résultats expérimentaux est donnée dans le tableau VII-5. L'erreur moyenne dans ce cas est de 9%.

La corrélation proposée, par l'expression VII-11, est donc représentative du niveau de mélange axial de la phase continue dans la colonne pulsée et peut par conséquent être utilisée dans un modèle décrivant l'hydrodynamique de la colonne.

ANALYSE DE L'ETUDE HYDRODYNAMIQUE

Si l'on veut représenter les écoulements dans notre colonne pulsée par le biais d'un modèle piston – dispersion axiale, les seules grandeurs inconnues mais nécessaires à la description sont la vitesse caractéristique U_k (spécifique au solide), la rétention moyenne ou locale ϕ (selon la représentation adoptée ; Miyauchi et Oya ou Casamatta) de la phase solide et les coefficients de dispersion axiale de chacune des deux phases continue et dispersée.

En ce qui concerne la vitesse caractéristique nous avons établi en utilisant un solide type, parfaitement sphérique et homogène, que celle-ci peut être liée à la vitesse terminale de chute U_t par le biais d'un coefficient de ralentissement uniquement fonction des paramètres opératoires. La connaissance, *a priori*, des propriétés physico-chimiques du binaire solide-liquide et des conditions opératoires permettent d'atteindre respectivement U_t et C_R . Cependant, pour ce qui concerne la vitesse terminale de chute, nous avons préféré une corrélation empirique (équation V-3) établie directement à partir des essais effectués.

L'étude de la rétention au chapitre VI a fait apparaître des taux relativement bas sous les conditions opératoires envisagées. Les résultats obtenus montrent par ailleurs qu'il est aisé d'atteindre ce paramètre juste en fixant les conditions opératoires pour des caractéristiques géométriques bien définies. Il faut noter dans ce contexte que, l'effet de variation des caractéristiques géométriques, principalement l'espacement entre disques et couronnes ou le diamètre de la colonne n'a pas été abordé et l'étude reste dans ce sens restrictive.

L'étude du mélange axiale dans la colonne a permis quant à elle d'atteindre le coefficient de dispersion axiale de la phase continue en régime monophasique

(équation VI-9) identique dans notre cas au coefficient de dispersion axiale en régime diphasique (présence de la phase solide) du moment où les rétentions obtenues sont faibles.

La dispersion axiale affectant les particules solides en raison de l'agitation du milieu peut être traduite par un coefficient de dispersion axiale supposé de même ordre de grandeur que celui de la phase continue quelle que soit la taille des particules. Lorsque, en outre, la taille des particules est petite par rapport aux tourbillons générés dans la colonne (effet responsable de l'agitation), l'hypothèse de l'égalité des deux coefficients de dispersion semble largement vérifiée [27, 28] ; $E_c = E_d$.

Nous dirons enfin que, la manipulation d'un substrat végétal tel que le grignon d'olive pose des problèmes variés essentiellement dus à sa morphologie ; c'est à dire la non sphéricité et l'hétérogénéité de ces particules. Ainsi, les limitations de l'étude hydrodynamique expérimentale effectuée reste plutôt d'ordre technique à savoir les faibles temps de séjour des particules solides. Pour augmenter le temps de séjour de la phase dispersée, nous avons déjà cité la diminution de l'espacement entre disques et couronnes, nous citons aussi le système de pulsation, qui dans notre cas permet d'avoir des fréquences de pulsation acceptables mais des amplitudes qui restent faibles (1,5 cm au maximum).

CONCLUSION

Le travail que nous avons présenté est une contribution à la valorisation du grignon d'olive comme source d'hémicelluloses. Ce travail relevait plusieurs aspects :

- Un aspect chimique où ont été abordés les problèmes de caractérisation du substrat végétal et des hémicelluloses.
- Un aspect physique qui a constitué en la détermination des conditions optimales d'extraction, et en l'étude cinétique de transfert de matière.
- Un aspect technologique qui a concerné ; la conception - réalisation de la colonne pulsée ainsi que l'étude de son comportement hydrodynamique.

A l'issue de ce travail, nous pouvons dire que :

- Les essais effectués au laboratoire encouragent par leurs résultats à poursuivre les études à une échelle pilote. En effet, un taux d'hémicelluloses de 30 % MS dont près de trois quarts (3/4) sont extractibles directement par des solutions alcalines de NaOH a été déterminé. Les essais d'extractions ont montré ensuite que sous des conditions opératoires facilement réalisables à une échelle pilote, on peut atteindre des rendements de plus de 60 % des hémicelluloses extractibles. L'exploitation des résultats de l'étude de cinétique d'extraction permettra en outre d'atteindre des paramètres (coefficient de diffusion, constante d'équilibre,) indispensables pour une éventuelle modélisation du transfert de matière dans l'extracteur.
- L'étude hydrodynamique a permis d'établir une démarche bien simple permettant de décrire les écoulements de chacune des deux phases continue et dispersée rien qu'en connaissant les propriétés physico-chimiques du système diphasique et les conditions opératoires. L'expression des grandeurs telles que les vitesses

caractéristiques, la rétention ou les coefficients de dispersion axiale sous forme de corrélations rend la modélisation de l'écoulement fort simple.

- La confrontation entre ces deux parties de l'étude, indépendantes pratiquement mais liées par leurs objectifs, permet d'émettre quelques remarques dès à présent de l'analyse des courbes des cinétiques d'extractions et des temps de séjours des particules solides dans l'extracteur. En effet, il est clair que pour une température de 80°C, la dégradation des hémicelluloses ne débute qu'au-delà des 10 premières minutes, avant le rendement de l'extraction est bien meilleur comparé aux autres températures. Le temps de séjours des particules solides dans notre contacteur est d'une minute en moyenne (son augmentation pouvant dépasser les 20 minutes pour des espacements disque-couronne plus réduits [26,27]).

- Ainsi, nous dirons qu'à l'issue de cette étude, nous ne pouvons que porter un jugement préliminaire positif sur le procédé tant que le travail n'est pas complété par une étude de l'extraction en colonne ou même après par une étude technico-économique. Cependant, nous pouvons dire qu'à ce stade de recherche, les résultats obtenus que ce soit à l'échelle de laboratoire ou à l'échelle pilote ne montrent aucun inconvénient à poursuivre le travail.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques :

- 1- **Monties B.**, Les polymères végétaux, Gautiers-Vilars, Bordas ; 1980.
- 2- **Garnier c.**, "Gélification des pectines en présence de calcium. Etude physico-chimique et rhéologique", Thèse de Doctorat, Nancy, France, 1992.
- 3- **Lalou A., Gourdon P., Rigal L. et Casamatta G.**, "Extraction d'hemicelluloses de coque de tournesol en colonne pulsée", 1^{ère} Conférence Magrèbine de Génie des Procédés, Marrakech, Maroc, 1994, 605-608.
- 4- **Roberts J. D., Caseiro R.**, Chimie organique moderne, InterEdition, Paris, 1777.
- 5- **Othmer K.**, "Carbonhydrates", Encyclopedia of Chemical Technology, Third edition, volume4, John Wiley and Sons, N.Y, p. 535-555.
- 6- **Othmer K.**, "Biopolymers", Encyclopedia of Chemical Technology, volume4, Third edition, John Wiley and Sons, N.Y, p. 884 – 911.
- 7- **Cozzani V., Lucchesi A and Stoppato G.**, "A new method to determine the composition of biomass by thermogravimetric analysis", Can jour of Chem Eng, vol 75, February, 1997.
- 8- **Magro C., Rigal L.**, "Alkaline treatment of wheat starw : Choise of quantification method", Rapport de recherché, E.N.S.C.Toulouse, France, 1994.
- 9- **Zaidi F.**, "Valorisation alimentaire du grignon d'olive chez le ruminant", Thèse de Magister, INA, Alger, Algérie, 1983.
- 10- **Van Soest P. J.**, "Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. II. Rapid method for the determination of fiber and lignin", Journal of the A.O.A.C, vol. 46, n°5, p. 829-835, 1963.
- 11- **Van Soest P. J., Wine R. H.**, "Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. IV. Determination of plant cell-wall constituents", Journal of the A.O.A.C, vol. 50, n°1, p. 50-55, 1967.
- 12- **Plummer D. T.**, Introduction aux techniques de biochimie, McGraw-Hill, 1989.
- 13- **Veibel S.**, Identification des substances organiques, Ed Masson, Paris, 1957.
- 14- **Harbone J. B.**, Phytochemical methods, Chapman and Hall, 1973.
- 15- **Olen A.C., Gray G. M., Chiu M., Betschart A. A. and Turnlund J. R.**, "Monosaccharide produced by acid hydrolysis of selected food, dietary fibers,

and fecal residues from white and whole wheat bread consumed by humans",
J. Agric. Food. Chem, 1988.

- 16- **Weding C. L., Jaster E. H and Moore K. J.**, "Hemicellulose monosaccharide composition and in vitro disappearance of orchard grass and alfalfa hay",
J. Agric. Food. Chem, n° 35, p. 214-218, 1987.
- 17- **Benyoussef E. H.**, "Etude du procédé d'extraction du bois de cèdre de l'atlas Algérien. Contribution à l'étude analytique des extraits obtenus", Thèse de Magister ; ENP d'Alger, Algérie, 1990.
- 18- **Perrin R., Scharf J. P.**, Chimie Industrielle, Tome1, Ed Masson, 1995.
- 19- **Montgomery D. C.**, Design and analysis of experiments, John Wiley and Sons, N.Y, 1984.
- 20- **Delopez**, "Contribution à la délignification d'une filière intégrée de valorisation des pailles de céréales", Thèse de Docteur-Ingénieur , INP Toulouse, France, 1995.
- 21- **Himmelblau D. M.**, Process analysis by statistical methods, Sterling Swift, 1980.
- 22- **Chahboub A.**, "Optimisation de l'extraction par entraînement à la vapeur d'eau des huiles essentielles d'Eucalyptus globulus lab., d'eucalyptus camaldulensis D. et de Romarinus officinalis L", Thèse de magister, ENP d'Alger, Algérie, 1997.
- 23- **Vigier M. G.**, Applications pratiques de statistique moderne, Ed Eyrolles, Paris, France, 1972.
- 24- **Cartier J.**, Optimisation, Collection Methodes Quantitatives, n°8, Ed Sciences et Cultures, Montréal, Canada, 1972.
- 25- **Niehuhr D.**, "Hydrodynamics of pulsed sieve plate extraction column", Handbook of fluids in motions, Ann Arbor Science Publisher, 1983.
- 26- **Haverland H. and Slater M. J.**, "Pulsed Sieve-plate Column", Liquid-Liquid extraction equipment, Jhon Wiley & Sons Ltd, 1994.
- 27- **Srisuwan G.**, "Extraction solide-liquide en colonne pulsée à disque et couronnes", Thèses de Docteur-Ingénieur, INP Toulouse, France, 1988.
- 28- **Hunold C.**, "Extraction de pyrethrines, Thèses de Docteur-Ingénieur", INP Toulouse, France, 1991.
- 29- **Villermaux J.**, Génie de la réaction chimique. Conception et fonctionnement des réacteurs, Ed Tech & Doc, Paris, France, 1985.

- 30- **Khedidja A.**, "Contribution à l'étude de la zone d'entrée d'un transporteur pneumatique vertical", Thèse de Docteur d'Etat Es Science ; Université des Sciences et de la Technologie d'Alger, Algérie, 1982.
- 31- **Lecjaks Z., Caki J.**, "A study of batch sedimentation of spherical particles in non newtonian fluids using image analysis", Congrès de Génie Chimique CHISA 98, Prague, Tchéquie, 23-28 Aout, 1998.
- 32- **Bentahar**, "Etude du séchage en lit fluidisé des particules alimentaires", Thèse de Magister, ENP d'Alger, Algérie, 1981.
- 33- **Davidson J. F., Harisson D.**, Fluidisation, Academic press, London, 1971.
- 34- **Hussein A. A., Liang T-B. and Slater M. J.**, "Characteristic velocity of drops in a liquid-liquid extraction pulsed sieve plate column", Chem Eng Res Des, vol. 66, p. 541-553, 1988.
- 35- **Fourar M., Alliane A.**, "Etude d'une colonne à pulsation pour l'extraction liquide-liquide", Memorile Sectilor Stintifice, série IV, tome XIV, n°1 1991, Editura Academiei Romane, 1993.
- 36- **Boucherit A.**, "Etude hydrodynamique et transfert de matière dans une colonne pulsée à plateaux perforés", Thèse de Magister, CDM, Alger, Algérie, 1993.
- 37- **Djakrir N.**, "Etude de la dispersion axiale en phase liquide dans les colonnes à garnissage", Thèse de Magister, ENP d'Alger, Algérie, 1991.
- 38- **Defive D., Durandet J. et Gladel Y. L.**, "Etude d'une colonne à pulsations pour l'extraction liquide-liquide", Revue de l'IFP, vol. 11, n°2, p.231-246, 1956.
- 39- **Miyauchi T. M., Oya H.**, "Longitudinal dispersion in pulsed perforated-plate columns", A. I. Ch. E. Journal, vol. 11, n° 3, p. 395-402, 1965.
- 40- **Aoun Nabli M., Guiraud P. and Gourdon C.**, "Numercal experimentation : a tool to calculate the axial dispersion coefficient in discs and doughnuts pulsed solvent extraction columns", Chem Eng Sci, vol. 52, n° 14, p. 2353-2368, 1997.
- 41- **Wei F., Cheng Y., Jin Y. and Yu Z.**, "Axial and lateral dispersion of fine particles in binary-solid riser", The Can. J. of. Che. Eng, vol. 76, February, p. 19-25, 1998.
- 42- **Arthayukti W.**, "Contribution à l'étude du comportement de la phase dispersée d'une colonne pulsée et d'une colonne mixte en extraction liquide-liquide", Thèse de Docteur-Ingénieur, Université Paul Sabatier de Toulouse, France, 1975.

- 43- **Kumar A., B. Hartland S.**, A unified correlation for the prediction of dispersed-phase hold-up in liquid-liquid extraction columns, *Ind Eng Chem Res*, vol. 34, p. 3925-3940, 1995.
- 44- **Park H. H.**, Analyse du fonctionnement d'une colonne d'extraction à disques et couronnes, Thèse de Docteur-Ingénieur, INP Toulouse, France, 1980.

Nomenclature :

A_i	estimation de l'effet du paramètre opératoire i	[-]
A'_i	estimation des effets d'interaction avec le paramètre opératoire i	[-]
A_p	aire projetée de la particule solide	[L ²]
a	amplitude des pulsations	[L]
a_i	effet du paramètre opératoire i	[-]
b_i	coefficient i du modèle (équation II-2)	[-]
C	concentration réduite du traceur = c / c_0	[-]
C_D	coefficient de traînée	[-]
C_R	coefficient de ralentissement de la colonne pulsée	[-]
c	concentration du traceur	[mol.L ⁻³]
c_0	concentration qu'aurait le traceur uniformément réparti dans tout le volume du contacteur	[mol.L ⁻³]
D	diamètre du corps de la colonne	[L]
D_c	diamètre interne de la couronne	[L]
D_d	diamètre du disque	[L]
d	diamètre moyen d'une classe de particules	[L]
d_{\min}	diamètre minimum des particules	[L]
d_{\max}	diamètre maximum des particules	[L]
E_c	coefficient de dispersion axiale de la phase continue	[L ² .T ⁻¹]
E_d	coefficient de dispersion axiale de la phase dispersée	[L ² .T ⁻¹]
e	épaisseur du plateau	[L]
F	coefficient de sphéricité des particules	[-]
f	fréquence de pulsation	[T ⁻¹]
H	Hauteur total du corps de la colonne	[L]
H_c	espacement entre disques et couronnes	[L]
H_m	hydromodule ; rapport de la quantité de solvant à la masse du substrat végétal	[L ³ .M ⁻¹]

h	hauteur à une côte donnée de la colonne	[L]
K	facteur de forme	[-]
k	nombre de facteurs (paramètres opératoires)	[-]
m	exposant dans l'équation III-5	[-]
P(h,d)	densité de probabilité de présence des particules de diamètre à la côte h de la colonne	[-]
Pe	nombre de Peclet = $(U_c \cdot H / E_c)$	[-]
Q _c	débit d'entrée de la phase continue	[M ³ .T ⁻¹],[L ³ .T ⁻¹]
Q _c (h)	débit de la phase continue traversant une section droite a la côte h de la colonne	[M ³ .T ⁻¹],[L ³ .T ⁻¹]
Q _d	débit d'entrée de la phase dispersée (solide mouillé)	[M ³ .T ⁻¹],[L ³ .T ⁻¹]
Q _d (h)	débit de la phase dispersée traversant une section droite a la côte h de la colonne	[M ³ .T ⁻¹],[L ³ .T ⁻¹]
Q _{sd}	débit d'entrée de la phase dispersée (solide sec)	[M ³ .T ⁻¹],[L ³ .T ⁻¹]
Re _p	nombre de Reynolds associé à la particule = $(d \cdot U_t \cdot \rho) / \mu$.	[-]
S	section droite de la colonne	[L ²]
S _e	section droite de la colonne au point d'injection du traceur	[L ²]
S _s	section droite de la colonne au point du prélèvement du traceur	[L ²]
T	température	[°C]
t	temps	[h]
U(d,h), U	vitesse relative de particules de diamètre d au niveau h de la colonne	[L.T ⁻¹]
U _c (h), U _c	vitesse de la phase continue au niveau h de la colonne	[L.T ⁻¹]
U _d (d,h), U _d	vitesse de particules de diamètre d au niveau h de la colonne	[L.T ⁻¹]
U _k (d), U _k	vitesse caractéristique d'une particule de diamètre d	[L.T ⁻¹]
U _s	vitesse de glissement de la dispersion	[L.T ⁻¹]
U _t (d), U _t	vitesse terminale de chute d'une particule de diamètre d	[L.T ⁻¹]
V _p	volume réel de la particule solide	[L ³]
X _i	variable réduite du paramètre i	[-]
Y	rendement réduit en hémicelluloses extraites	[-]
Z	hauteur réduite = h / H	[-]

- Symbole :

G.O	grignon d'olive
[NaOH]	concentration de la soude
PTFE	Polytetrafluoroéthylène
MHDP	Métahydroxydiphényl
% p/v	concentration par gramme de soluté dans 100 ml de solvant

- Lettres grecques :

ϕ	rétention moyenne	[%]
$\phi(h)$	rétention locale au niveau h de la colonne	[-]
ρ_c	masse volumique de la phase continue	[M.L ⁻³]
ρ_d	masse volumique de la phase dispersée	[M.L ⁻³]
τ_d	temps de séjour moyen de la phase dispersée	[T]
τ_s	temps de séjour moyen de la phase continue	[T]
μ	viscosité cinématique	[L ² . T ⁻¹]

Listes des tableaux et des figures

Liste des tableaux**Page**

<u>Tableau I-1</u> : Différents types d'hémicelluloses et distribution des groupes le long de leurs chaînes [6].	5
<u>Tableau I-2</u> : Caractérisation du grignon d'olive. Quantification des composés non pariétaux en %MS.	8
<u>Tableau I-3</u> : Caractérisation du grignon d'olive. Distributions des hémicelluloses, cellulose et lignine obtenues par les différentes méthodes %MS.	9
<u>Tableau I-4</u> : Caractéristiques chimiques des échantillons d'hémicelluloses ; composition % MS.	18
<u>Tableau II-1</u> : Matrice d'expérience 2^{7-4} .	23
<u>Tableau II-1-bis</u> : Estimation des effets E'xi.	23
<u>Tableau II-2</u> : Matrice d'expérience 2^{7-4} (suite).	24
<u>Tableau II-2-bis</u> : Estimation des effets E'xi.	24
<u>Tableau II-3</u> : Estimation des effets principaux et des effets d'interactions binaires.	24
<u>Tableau II-4</u> : Plan des expériences et résultats.	25
<u>Tableau II-6</u> : Matrice d'expérience 2^4 .	28
<u>Tableau II-7</u> : Plan d'expérimentation et résultats.	29

<u>Tableau II-8</u> : Coordonnées du Simplex initial.	32
<u>Tableau III-1</u> : Constantes de l'expression du coefficient C_D .	48
<u>Tableau III-2</u> : Détermination de Pe par la méthode des moments	53
<u>Tableau V-1</u> : Vitesses terminales de chute expérimentales et théoriques ainsi que les nombres de Reynolds et les erreurs par rapport à l'expérience. Essais avec billes de verre.	73
<u>Tableau V-2</u> : Vitesses terminales de chute expérimentales et théoriques ainsi que les nombres de Reynolds et les erreurs par rapport à l'expérience. Essais avec Grignon d'olive.	74
<u>Tableau V-3</u> : Coefficient de ralentissement des billes de verre de 2,04mm.	76
<u>Tableau V-4</u> : Coefficient de ralentissement des billes de verre de 4,83mm.	77
<u>Tableau V-5</u> : Coefficient de ralentissement des particules de grignons d'olive de 2,40mm. P78	78
<u>Tableau V-6</u> : Comparaison entre les vitesses caractéristiques expérimentales et celles corrélées des billes de verre de 2,04 mm.	80
<u>Tableau V-7</u> : Comparaison entre les vitesses caractéristiques expérimentales et celles corrélées des particules de grignon d'olive de 2,40 mm.	80

<u>Tableau VI-1</u> : Rétentions locales en % mesurées au niveau de la vanne médiane de la colonne pulsée.	82
<u>Tableau VI-2</u> : Rétention à l'engorgement d'après l'équation de Thornthorn.	86
<u>Tableau VI-3</u> : Comparaison entre les rétentions moyennes mesurées et corrélées. Rétention à l'engorgement selon Thornthorn.	87
<u>Tableau VI-4</u> : Temps de séjours moyens de la fraction de grignon d'olive de diamètre 2,7mm.	88
<u>Tableau VII-1</u> : Valeurs de $F(t)$ et de $DTS(t)$ en fonction du temps.	93
<u>Tableau VII-2</u> : Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de Peclet et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide ; 66,9l/h.	93
<u>Tableau VII-3</u> : Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de Peclet et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide ; 46,3l/h.	95
<u>Tableau VII-4</u> : Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de Peclet et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide ; 23,3 l/h.	95
<u>Tableau VII-5</u> : Comparaison entre les coefficients de dispersion expérimentaux et ceux obtenus à partir des corrélations.	98

Liste des figures**Page**

<u>Figure I-1</u> : Arabino-4- <u>O</u> -méthyl-glucuronoxylane.	4
<u>Figure I-2</u> : Morphologie des grains de grignon d'olive.	6
<u>Figure I-3</u> : Caractérisation du grignon d'olive ; procédure de fractionnement n°1.	12
<u>Figure I-4</u> : Caractérisation du grignon d'olive ; procédure de fractionnement n°2.	12
<u>Figure I-5</u> : Caractérisation du grignon d'olive ; procédure de fractionnement n°3.	13
<u>Figure I-6</u> :Caractérisation des hémicelluloses ; procédures de fractionnement.	13
<u>Figure I-7</u> :Caractérisation des hémicelluloses ; préparation des échantillons.	16
<u>Figure II-1</u> :Interprétation de l'interaction température - concentration.	30
<u>Figure II-2</u> :Détermination de l'optimum par la progression du simplex.	35
<u>FigureII-3</u> : Cinétique d'extraction des hémicelluloses à différentes températures.	36
<u>Figure III-1</u> :Schéma de principe d'une colonne pulsée.	40
<u>Figure III-2</u> : Zone de fonctionnement d'une colonne pulsée ; diagramme de Sege et Woodfield.	58

<u>Figure IV-1</u> : Schéma d'assemblage.	60
<u>Figure IV-2</u> : Schéma de la colonne pulsée à disques et couronnes réalisée.	61
<u>Figure IV-3</u> : Schéma du système de garnissage à disques et couronnes.	63
<u>Figure IV-4</u> : Courbe d'étalonnage de la pompe P1.	64
<u>Figure IV-5</u> : Courbe d'étalonnage du moteur alimentant le solide.	65
<u>Figure IV-6</u> : Système de récupération du solide.	67
<u>Figure IV-7</u> : Période de fonctionnement du pulseur.	68
<u>Figure IV-8</u> : Etalonnage du pulseur.	69
<u>Figure IV-9</u> : Circuit du fluide caloporteur.	70
<u>FigureV-1</u> : Montage expérimental de mesure des vitesses terminales de chute.	72
<u>FigureV-2</u> : Comparaison entre les vitesses terminales de chute expérimentales, théoriques et corrélées pour les particules de grignon d'olive.	74
<u>Figure V-3</u> : Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les billes de verre de diamètre 2,04 mm.	76
<u>Figure V-4</u> : Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les billes de verre de diamètre 4,83 mm.	77

<u>Figure V-5</u> : Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les particules du grignon d'olive de diamètre moyen 2,40 mm.	78
<u>Figure VI-1</u> : Modification de la colonne pour les mesures des rétentions locales.	82
<u>Figure VI-2</u> : Dimension de la partie active de la colonne.	82
<u>FigureVI-3</u> : Influence du débit de la phase continue sur la rétention moyenne.	84
<u>FigureVI-4</u> : Evolution de la rétention moyenne en fonction du débit de la phase solide.	84
<u>Figure VI-5</u> : Evolution de la rétention moyenne en fonction de la fréquence de pulsation.	84
<u>Figure VI-6</u> : Evolution de la rétention moyenne en fonction de l'intensité de pulsation.	84
<u>Figure VII-1</u> : Détermination de la longueur d'onde d'absorbance du Methyl Orange.	90
<u>Figure VII-2</u> : Courbe d'étalonnage. Absorbance - concentration du Methyl Orange.	90
<u>Figure VII-3</u> : Courbes de DTS pour les différents débits et fréquences.	94
<u>Figure VII-4</u> : Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de la phase continue égal à 66,9 litre /h.	95

- Figure VII-5 : Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de la phase continue égal à 46,3 litre /h . 96
- Figure VII-6 : Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de la phase continue égal à 23,3 litre /h . 96
- Figure VII-7 : Evolution du coefficient de dispersion en fonction du débit de la phase continue pour différentes amplitudes et différentes fréquences. 97

Annexe 1.

Détermination du diamètre moyen du substrat végétal

La particule solide est caractérisée morphologiquement par sa forme et ses dimensions. Dans le cas où le substrat végétal serait finement broyé, les particules sont considérées comme des billes sphériques identiques, le diamètre de ces billes constituera alors la dimension caractéristique.

Lorsque les particules ne sont pas toutes de mêmes dimensions, qu'elles soient sphériques ou non, la dimension caractéristique sera le diamètre moyen d . le diamètre d peut être calculé à partir de la distribution massique $\psi_i = f(\lambda_i)$ d'un échantillon représentatif du substrat végétal obtenu après tamisage.

ψ_i étant dans ce cas, le rapport de la masse des particules dont la taille est inférieur ou égale à t_i , à la masse totale des particules.

Nous utiliserons la relations :
$$\frac{1}{d} = \sum \frac{\Delta\psi_i}{\bar{\lambda}_i}$$

$\Delta\psi_i$ étant la différence d'ordonnée de la courbe $\psi_i = f(\lambda_i)$ comptée entre λ_{i-1} et λ_i .

$\bar{\lambda}_i$ est la taille moyenne dans l'intervalle λ_{i-1} et λ_i ; soit : $\bar{\lambda}_i = \frac{\lambda_{i-1} + \lambda_i}{2}$.

Pratiquement, le tamisage d'un échantillon de grignons d'olive a fourni les résultats rassemblés dans le tableau suivant :

Tableau A-1 : Granulométrie du grignon d'olive par tamisage.

λ_i mm	$\bar{\lambda}_i$ mm	$\Delta\psi_i$ % massique
0 - 1,12	0,56	1,80
1,12 - 1,25	1,18	2,65
1,25 - 1,40	1,32	1,50
1,40 - 2,00	1,70	6,80
2,00 - 2,79	2,40	30,11
2,79 - 4,25	3,52	35,39
4,25 - 4,69	4,47	5,90
4,69 - 6,68	5,68	15,00
> 6,68	-	0,85

et le diamètre moyen sera d'après la formule proposée égale à :

$$\underline{d = 2,70 \text{ mm}}$$

Annexe2

Dosage des sucres totaux
Méthode au phénol sulfurique

1 - Produits utilisés :

- Acide sulfurique concentré.
- Phénol.
- Xylose anhydre (pour la courbe d'étalonnage).

2 - Matériels utilisés :

- Verrerie de laboratoire.
- Spectrophotomètre S.250T +.

3 - Préparation des solutions :

- Solution mère de xylose par dissolution de 100 mg de xylose anhydre dans 100 ml d'eau distillée (1 mg / ml). La solution mère est conservée à une température de 4°C.
- Solution de phénol par dissolution de 5 g de phénol dans 100 ml d'eau bidistillée. La solution est conservée à une température de 20°C à l'abri de la lumière.

4 - Courbe d'étalonnage :

Les dilutions suivantes sont préparées :

n°	dilution	solution mère (ml)	eau distillée (ml)	xylose (mg/l)
1	Blanc	0	250	0
2	DL2	5	245	20
3	DL3	10	240	40
4	DL4	15	235	60
5	DL5	20	230	80

De chaque dilution on effectue un prélèvement de 1 ml dans des tubes à essai, et dans chaque tube à essai on ajoute 1ml de la solution de phénol. Les tubes sont soigneusement agités, puis 5 ml d'acide sulfurique concentré sont ajoutés. Après agitation, les tubes sont maintenus à une température de 100°C pendant 5 minutes puis, refroidis à température ambiante pendant 30 minutes. Les lectures sont alors faites à une longueur d'onde de 480 nm et en réglant le zéro d'absorbance sur le blanc.

5 - Résultats et établissement de la courbe d'étalonnage :

La masse Molaire du xylose est de 150,13 g/mole.

dilution	xylose (mg/l)	xylose (mole/l)	nbre d'essai	absorbances mesurées			
Blanc	0	0	4	0,001	0,006	-0,014	0,010
DL1	20	1,332E-4	4	0,168	0,173	0,174	0,169
DL2	40	2,664E-4	4	0,267	0,294	0,301	0,285
DL3	60	3,997E-4	4	0,452	0,432	0,463	0,428
DL4	80	5,329E-4	3	0,682	0,685	0,662	

La courbe d'étalonnage est tracée en portant en ordonnée ; le facteur absorbance et en abscisse la concentration du xylose en mole/l. On obtient les résultats suivants :

- Droite de régression minimisant la somme des carrés verticaux :

Pente : 1185,0

$Y(0) = 0$

Y : absorbance.

X : concentration en mole/l de xylose.

- Coefficient de corrélation = 0,988.

Remarque : Tous les points expérimentaux sont pris en considération.

6- Quantification des hémicelluloses :

La quantité des hémicelluloses extraites et estimée par la quantité de sucres totaux libérés par hydrolyse de celles-ci. Dans ce sens, 1 ml de l'extrait basique est récupéré dans un tube à essai puis hydrolysé sous les conditions décrites précédemment à savoir :

- En ajoutant 0,4 ml d'acide sulfurique à 72 %. L'attaque se fait à température ambiante pendant 5 minutes.

- En diluant jusqu'à normalité par addition de l'eau distillée. L'hydrolyse se poursuit alors pendant 2 h à une température de 100°C.
- Après centrifugation, 1 ml de l'hydrolysât est récupéré et la solution à doser est préparée par dilution de celui-ci avec 99 ml d'eau distillée. La dilution ayant pour but de réduire la concentration en sucres jusqu'à la norme de mesure de la méthode ; à savoir entre 10 et 80 μg par ml de solution à doser.
- La mesure des sucres totaux se fait à ce stade de la même façon que pour les échantillons de la courbe d'étalonnage.
- La mesure des sucres acides se fait selon la méthode décrite dans l'annexe3.

Annexe3:

Dosage des acides uroniques
Méthode au meta- hydroxydiphényle

1 - Produits utilisés :

- Acide sulfurique concentré.
- Meta-hydroxydiphényle.
- Acide glucuronique (pour la courbe d'étalonnage).
- Hydroxyde de sodium.
- Tétraborate de sodium à 10 H₂O.

2 - Matériels utilisés :

- Verrerie de laboratoire.
- Spectrophotomètre S.250T + .

3 - Préparation des solutions :

- Solution mère de d'acide glucuronique par dissolution de 100 mg d'acide glucuronique dans 100 ml d'eau distillée (1 mg / ml). La solution mère est conservée à une température de 4°C.
- Solution à 0,15 g de méta-hydroxydiphényle pour 100 ml d'une solution aqueuse de soude à 0,5 g pour 100 ml. La solution est conservée à une température de 4°C.
- Solution à 0,0125 M de tétraborate de sodium à 10 H₂O dans l'acide sulfurique concentré.

4 - Courbe d'étalonnage :

Les dilutions suivantes sont préparées :

n°	dilution	solution mère (ml)	eau distillée (ml)	A. Uronique (mg/l)
1	Blanc	0	250	0
2	DL2	5	245	20
3	DL3	10	240	40
4	DL4	15	235	60
5	DL5	20	230	80

De chaque dilution on effectue un prélèvement de 0,5 ml dans des tubes à essai placés dans un bain de glace, et dans chaque tube à essai on ajoute 3 ml de la solution de tétraborate dans l'acide sulfurique. Le mélange est alors agité et les tubes sont chauffés dans un bain-marie bouillant pendant 5 minutes. Après refroidissement dans un bain de glace, 0,1 ml de la solution du réactif méta-hydroxydiphénile sont ajoutés. Les tubes sont agités et les lectures sont faites à une longueur d'onde de 520 nm en réglant le zéro d'absorbance sur le blanc.

5 - Résultats et établissement de la courbe d'étalonnage :

La masse molaire de l'acide glucuronique est de 193 g/mole.

dilution	A. Glucuronique (mg/l)	A. Glucuronique (mole/l)	nbre d'essai	absorbances mesurées		
Blanc	0	0	3	0,001	0,005	0,002
DL1	20	1,036E-4	3	0,124	0,114	0,116
DL2	40	2,073E-4	3	0,197	0,202	0,203
DL3	60	3,109E-4	3	0,331	0,329	0,332
DL4	80	4,145E-4	3	0,489	0,502	0,493

La courbe d'étalonnage est tracée en portant en ordonnée le facteur absorbance et en abscisse la concentration de l'acide uronique en mole/l. On obtient les résultats suivant :

- Droite de régression minimisant la somme des carrés verticaux :

Pente : 1121,9

$Y(0) = 0$

Y : absorbance.

X : concentration en mole/l d'acide uronique.

- Coefficient de corrélation = 0,984.

Remarque : Tous les points expérimentaux sont pris en considération.

Annexe 4

Chromatographie en Phase Gazeuse.

0,2 ml des échantillons 1 et 2, hydrolysats acides, obtenus selon le protocole de la figure I-7 sont prélevés dans une fiole couverte de la lumière. Les monosaccharides présents sont réduits à leurs alditols correspondants avec 2 ml d'une solution de borohydrure de sodium NaBH_4 dans le diméthyl sulfoxyde (2g / 100ml) en ajoutant 1 goutte de NaOH 4N. La réduction se fait à une température de 40°C. La réaction est laissée se dérouler pendant une heure.

Les échantillons sont laissés refroidir ensuite à température ambiante à l'abri de la lumière, puis l'excès de borohydrure de sodium est décomposé par addition de l'acide acétique glaciale jusqu'à ce que cesse l'effervescence (0,5 ml).

4 ml d'anhydride acétique sont ajoutés pour acétyler les alditols produits. 10 ml d'eau distillée sont alors ajoutés pour décomposer l'excès en anhydride acétique.

2 ml de dichlorométhane sont ajoutés à l'échantillon acétylé pour solubiliser les acétates d'alditols. Les échantillons sont alors centrifugés pour séparer les phases. La couche inférieure est pipetée pour la détermination de la composition en monosaccharides par chromatographie en phase gazeuse.

L'identification est faite par comparaison avec des chromatogrammes obtenus pour des solutions références d'étalons «alditols acétylés» préparées à partir des oses correspondant. La préparation de ces étalons se fait de la même manière que pour les échantillons à analyser, l'étape d'addition de NaOH 4 N est cependant éliminée.

Annexe 5

Détermination de la masse volumique des particules

La masse volumique des particules utilisée est effectuée selon la procédure suivante :

- Mettre une quantité de particules de masse M dans une éprouvette graduée.
- Remplir l'éprouvette jusqu'à un volume V' avec de l'eau, à l'aide d'une burette.
- Lire sur la burette, le volume V'' d'eau utilisée.
- Déduire le volume des particules $V = V' - V''$.
- Calculer la masse volumique ρ_d du solide, tel que $\rho_d = M / V$.

La masse volumique a été déterminée pour différents types de particules en répétant chaque essai plusieurs fois. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant :

Tableau A-5 : Masses volumiques des billes de verre et du grignon d'olive.

Type de particules	Masse volumique kg/m^3
<u>Billes de verre :</u>	
d = 0,96 mm	2447
d = 2,04 mm	2451
d = 4,83 mm	2845
d = 6,01 mm	2437
<u>Grignon d'olive brut :</u>	
Sec	1039
Mouillé à saturation	1074

Remarque : Nous considérons que les billes de verre ont une masse volumique égale à la moyenne des valeurs déterminées (sauf pour les billes de diamètres 4,83mm), soit ; $\rho_d = 2445 \text{ kg/m}^3$.

تثمين عظم الزيتون المعصور عن طريق استخلاص مادة الهمسليوزيا

ملخص :

تبرز هذه الدراسة نتائج عمل أجري على استخلاص مادة الهمسليوزيا من بقايا الزيتون المعصور (عظم الزيتون) وذلك لتطوير طريقة متواصلة أساسها العمود المهتز. التجارب التي أجريت على مستوى المخبر والتي مكنت من تحديد كمية الهمسليوزيا المتواجدة أو القابلة للاستخلاص؛ من الحصول على العوامل المثالية للاستخلاص و من متابعة انتقال المادة، توضح بنتائجها إيجابية الاتجاه نحو دراسة نصف صناعية. هذه الأخيرة أجريت بعدما تم إنشاء ثم تركيب العمود المهتز على شكل دراسة تجريبية لهيدروديناميكية هذا الأخير.

Valorisation du Grignon d'olive par extraction des hémicelluloses.

Résumé :

Cette étude présente les résultats d'un travail mené sur l'extraction des hémicelluloses du grignon d'olive en vue de développer un procédé continu en colonne pulsée à disques et couronnes.

La quantification du soluté hémicelluloses, l'optimisation des paramètres opératoires ainsi que le suivi des cinétiques des extractions effectuées sur la base d'essais expérimentaux entrepris à l'échelle laboratoire ont montré de par les résultats obtenus la faisabilité du processus.

La conception, réalisation de la colonne pulsée à disques et couronnes a permis, par ailleurs, le passage à une échelle pilote dans laquelle a été effectuée une étude hydrodynamique décrivant les phénomènes de transport des phases continue et dispersée, la rétention de la phase solide et le mélange de la phase continue dans la colonne.

Valorisation of olive stone by extraction of hemicelluloses

Abstract :

This study present the main results of a work in the field of extraction of hemicelluloses from olive stone in order to develop an extraction process with a pulsed sieves plates column as a solid-liquid contactor.

Quantification of hemicelluloses, optimisation of extraction parameters and mass transfer studies carry out at laboratory scale show, through the good results obtained, the feasibility of the process.

Conception and realisation of the pulsed column allow, moreover, pilot scale experimentation made up by study of contactor hydrodynamic, namely ; transport phenomena of both continuous and dispersed phases, hold-up of solid and axial mixing of continuous phase.