

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**



**Département Génie Environnement**

**Mémoire**

En vue de l'obtention du diplôme

**Magister**

Présenté par

**MESBAHI Naima**

Thème

**Etude de la cinétique de séchage  
par convection en régime continu  
des grignons d'olives**

Soutenu le 19 Avril 2011 devant le jury d'examen composé de :

Mr. MAMERI Nabil	Professeur, ENP	Président
Mr. MEZIANE Smail	Maître de Conférences/A, UMMTO	Rapporteur
Mr. GRIB Hocine	Maître de Conférences /A, ENP	Examineur
Mme. FERNANE Farida	Maître de Conférences /A, UMMTO	Examinatrice
Mr. DROUCHE Madani	Maître de Conférences /A, ENP	Examineur

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**



**Département Génie Environnement**

**Mémoire**

En vue de l'obtention du diplôme

**Magister**

Présenté par

**MESBAHI Naima**

Thème

**Etude de la cinétique de séchage  
par convection en régime continu  
des grignons d'olives**

Devant le jury d'examen composé de :

Mr. MAMERI Nabil	Professeur, ENP	Président
Mr. MEZIANE Smail	Maître de Conférences/A, UMMTO	Rapporteur
Mr. GRIB Hocine	Maître de Conférences /A, ENP	Examineur
Mme. FERNANE Farida	Maître de Conférences /A, UMMTO	Examinatrice
Mr. DROUCHE Madani	Maître de Conférences /A, ENP	Examineur

## **REMERCIEMENTS**

*MEZIANE Smail, Maître de Conférences à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance pour ses précieuses directives.*

*Que monsieur MAMERI Nabil, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique, trouve ici le témoignage de ma sincère gratitude pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant la présidence du Jury.*

*J'adresse mes chaleureux remerciements à monsieur GRIB Hocine et monsieur DROUCHE Madani Maîtres de Conférences à l'Ecole Nationale Polytechnique, ainsi que madame FERNANE Farida, Maître de Conférences à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, qui ont bien voulu juger mon travail et m'honorer de leur participation dans le Jury.*

*Je tiens également à adresser mes vifs remerciements et ma grande reconnaissance à monsieur LOUNICI Hakim, Maître de Conférences à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou et Directeur du Laboratoire à l'ENP, ainsi qu'à monsieur MAMERI Nabil pour leur soutien, leurs encouragements et leur courtoisie si raffinée et leurs qualités humaines.*

*Je ne saurais terminer sans remercier tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'élaboration de ce travail. Enfin je remercie Dieu.*

## **DEDICACES**

*A ma très chère mère et mon très cher père*

*A mes chers frères et sœurs*

*A la famille Merabtene Meriem ,Majda....*

*A mes chères copines de Tizi Drifa, Houria...*

*A mes amis de l'ENP Meriem, Nawel , Ahlem ,Abass, Fares..*

*A mes amis de l'UNMTO Fatiha, Wardia....*

*A tous ceux qui me sont chers.*

## Résumé

La production oléicole connaît un accroissement important en raison de l'image santé conférée à l'huile d'olive. Cependant, celle-ci engendre une augmentation de ses rejets liquides (margines) et solides (grignon d'olive), source importante de pollution de l'environnement dans les pays du bassin méditerranéen, en raison de leur teneur élevée en substances organiques. La valorisation de ces sous-produits vient comme solution pour minimiser la pollution engendrée. Comme c'est un produit susceptible d'altérations microbiennes et chimique du fait de son taux élevé d'humidité, nécessitant donc au préalable l'abaissement de son humidité. Ce travail présente une étude expérimentale du séchage par convection forcée en couche mince du grignon d'olive dans un séchoir tunnel. Il a été constaté en premier que le processus de séchage se déroule essentiellement durant la phase 2 de séchage à allure décroissante. D'autre part que la cinétique de séchage est influencée essentiellement par la température, l'épaisseur de la couche, la vitesse de l'air asséchant et la granulométrie et. Le même constat a été relevé pour l'influence de ces paramètres sur la diffusivité effective et l'énergie d'activation. Neuf modèles mathématiques de séchage en couche mince sont utilisés pour décrire la cinétique de séchage du grignon d'olive. Parmi les modèles examinés, le modèle de Midilli-Kucuk apparaît comme celui qui décrit le mieux le comportement du séchage du grignon d'olive dans les conditions expérimentales données.

**Mots clés :** grignon d'olive, séchage convectif, cinétique de séchage, diffusivité, modélisation.

## Abstract

Olive oil production is experiencing a significant increase due to the healthy image given to olive oil. However, it generates an increase in its liquid waste (waters) and solids (pomace), a major source of environmental pollution in the Mediterranean countries, because of their high content of organic substances. The valuation of these products comes as a solution to minimize the pollution generated. As a product capable of microbial and chemical alterations due to its high moisture content, thus requiring the prior reduction of its moisture. This work presents an experimental study of forced convection drying thin layer of olive pomace in a tunnel dryer. It was found that the first drying process takes place primarily during phase 2 of drying speed décroissante. D secondly that the drying rate is influenced mainly by temperature, drying air velocity, the size and thickness of the layer. The same observation was noted for the influence of these parameters on the effective diffusivity and activation energy. New mathematical models for drying thin layer are used to describe the kinetics of drying the pomace. Among the models examined, the model-Midilli Kucuk appears like that best describes the behavior of the drying of pomace in the given experimental conditions.

**Keywords:** pomace olive convective drying, drying rate, diffusivity, modeling.

## ملخص

إنتاج زيت الزيتون تشهد زيادة كبيرة بسبب صورة صحية لزيت الزيتون. ومع ذلك، فإنه يولد زيادة في نفاياتها السائلة، مصدرا رئيسيا لتلوث البيئة في بلدان البحر الأبيض المتوسط، (grignon) والمواد الصلبة ثقل الزيتون Margin (المياه) وذلك بسبب ارتفاع محتواها من المواد العضوية. تقييم هذه المنتجات يأتي كحل للحد من التلوث الناجم (استخراج لزيت، علف الماشية الخ...). كمنتج قادرة على التعديلات الجرثومية والكيميائية بسبب محتواه العالي من الرطوبة، مما يتطلب تخفيض مسبق من الرطوبة، فمن الضروري عملية تجفيف. هذا العمل يقدم دراسة تجريبية من تجفيف طبقة رقيقة من ثقل الزيتون في مجفف النفق.

وقد تبين أول أن عملية التجفيف يحصل في المقام الأول خلال المرحلة 2 من تجفيف سرعة التناقص من ناحية أخرى، أن يتأثر معدل التجفيف أساسا درجة الحرارة وسرعة الهواء و حجم وسمك طبق ثقل الزيتون. ولوحظ نفس الملاحظة لتأثير هذه المعايير على انتشارية فعالة وطاقة التنشيط. وتستخدم عشرة نماذج رياضية لوصف حركية تجفيف طبقة رقيقة يظهر هذا أفضل وصف سلوك التجفيف في Midilli-Kucuk. من بين النماذج التي درسها، طراز (grignon) ثقل ظروف تجريبية معينة.

**كلمات البحث :** ثقل الزيتون الحمل الحراري والتجفيف، والتجفيف معدل، انتشارية، والنمذجة.

# Table des matières

## Table des matières

### LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX NOMENCLATURE INTRODUCTION GENERALE

### CHAPITRE I. L'OLIVE ET LES SOUS-PRODUITS DE L'INDUSTRIE

#### OLEICOLE.....1

##### Introduction.....1

#### I.1 L'OLIVE ET EXTRACTION DE L'HUILE D'OLIVE.....1

##### I.1.1 L'olive.....1

###### I.1.1.1 Définition.....1

###### I.1.1.2 Utilisation des olives .....2

###### I.1.1.3 Industrie oléicole mondiale .....2

###### I.1.1.4 Production de l'huile d'olive en Algérie.....5

##### I.1.2 Extractions de l'huile d'olive .....6

###### I.1.2.1 Définition de l'huile d'olive.....6

###### I.1.2.2 Phases d'extraction de l'huile d'olive.....6

#### I. 2 LES SOUS-PRODUITS DE L'INDUSTRIE OLEICOLE.....13

##### I. 2.1 Définition.....13

##### I.2.2 Margines.....14

###### I.2.2.1 Définition .....14

###### I.2.2.2 Impact des effluents d'huileries d'olive sur l'environnement.....14

###### I.2.2.3 Traitement et valorisation des margines..... 15

##### I.2.3 Grignon d'olive.....16

###### I.2.3.1 Définition .....16

###### I.2.3.2 Composition chimique du grignon d'olive .....16

###### I.2.3.3 Pollution du grignon d'olive .....17

###### I.2.3.4 Valorisation et utilisation du grignons d'olive.....17

### CHAPITRE II. GENERALITES SUR LE SECHAGE ET

#### MODELISATION.....21

##### Introduction .....21

<b>II.1 OBJECTIFS DU SECHAGE .....</b>	<b>21</b>
<b>II.2 MODES DE SECHAGE .....</b>	<b>21</b>
<b>II.3 TYPES DE SECHOIR.....</b>	<b>22</b>
<b>II.4 PROBLEMES GENERES PAR LE SECHAGE .....</b>	<b>22</b>
II.4. 1. Conservation des produits séchés.....	22
II.4. 2. Pollution de l'environnement .....	22
<b>II.5 PRINCIPE DE SECHAGE.....</b>	<b>23</b>
<b>II.6 MECANISMES DU SECHAGE.....</b>	<b>23</b>
<b>II.7 CARACTERISATION DES GAZ DE SECHAGE .....</b>	<b>24</b>
II.7. 1 Humidité absolue et humidité relative .....	24
II.7. 2 Point de rosée.....	24
II.7. 3 Température sèche et température humide .....	24
II.7. 4 Diagramme enthalpique.....	25
<b>II.8 CARACTERISATION DE SOLIDE HUMIDE.....</b>	<b>25</b>
II.8. 1. Description du solide humide.....	25
II.8. 2. Humidité et taux d'humidité.....	25
II.8. 3. Hygroscopicité.....	26
<b>II.9 DEFINITION DE LA TENEUR EN EAU DU PRODUIT ET CONSERVATION DE LA MATIERE SECHE.....</b>	<b>26</b>
II.9.1 Etats de l'eau dans les milieux poreux.....	26
II.9.2 Teneur en eau.....	27
II.9.3 Teneur en eau d'équilibre.....	27
II.9.4 Conservation de la matière sèche.....	27
<b>II.10 NOTION D'ACTIVITE DE L'EAU .....</b>	<b>28</b>
<b>II.11 MODES DE SECHAGE.....</b>	<b>29</b>
II.11.1 Séchage par entraînement.....	30
II.11.2 Séchage par ébullition.....	30
II.11.3 Principe du séchage par air chaud.....	31
<b>II.12 TRANSFERTS ET PHENOMENES LIMITANT.....</b>	<b>32</b>
II.12.1 Transferts de matière et de chaleur.....	32
II.12.1.1 Transfert interne de matière.....	32
II.12.1.2 Transfert interne de chaleur.....	32
II.12.1.3 Transferts externes de chaleur et de matière et leur couplage ...	33

II.12.2 Phénomènes limitants.....	34
<b>II.13 CINETIQUES DE SECHAGE EXPERIMENTALES.....</b>	<b>35</b>
II.13.1 Expérimentation.....	35
II.13.2 Périodes de séchage en conditions externes constantes.....	36
<b>II.14 MODELISATION MATHEMATIQUE DES TRANSFERTS LORS DU SECHAGE .....</b>	<b>42</b>
II.14.1 Migration de l'eau par diffusion liquide.....	43
II.14.2 Théorie capillaire.....	44
II.14.3 Théorie de l'évaporation-condensation. ....	45
II.14.4 Diffusion de vapeur.....	46
II.14.5 Le concept de la courbe caractéristique de séchage.....	47
<b>CHAPITRE III. MATERIEL ET METHODES.....</b>	<b>49</b>
Introduction.....	49
<b>III.1 MATERIEL VEGETAL.....</b>	<b>49</b>
III.1.1 Prélèvement des échantillons.....	49
III.1.2 Caractérisation du grignon d'olive.....	49
<b>III.2 SECHAGE CONVECTIF DU GRIGNON D'OLIVE.....</b>	<b>52</b>
III.2.1 Appareillage.....	52
III.2.2 Protocole expérimental.....	54
<b>III.3 EXPRESSION DE LA TENEUR EN EAU DU PRODUIT ET VITESSE DE SECHAGE.....</b>	<b>54</b>
III.3.1 Teneur en eau du produit.....	54
III.3. 2 Teneur en eau réduite.....	55
III.3. 3 Vitesse de séchage.....	55
<b>III.4 ESTIMATION DE LA DIFFUSIVITE EFFECTIVE .....</b>	<b>55</b>
<b>III.5 ESTIMATION DE L'ENERGIE D'ACTIVATION.....</b>	<b>56</b>
<b>III.6 COURBE CARACTERISTIQUE DE SECHAGE DU GRIGNON D'OLIVE.....</b>	<b>57</b>
<b>III.7 MODELISATION DES CINETIQUES DE SECHAGE DU GRIGNON D'OLIVE.....</b>	<b>57</b>
III .7.1 Présentation des modèles mathématiques.....	57

III.7.2 Critères de choix du modèle approprié.....	58
<b>CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION.....</b>	<b>60</b>
Introduction.....	60
<b>IV.1 CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS DU GRIGNON D'OLIVE.....</b>	<b>60</b>
<b>IV.2 ANALYSE DE LA CINETIQUE DE SECHAGE.....</b>	<b>64</b>
IV.2.1 Analyse globale .....	64
IV.2.2 Etude de l'influence des paramètres de séchage.....	67
IV.2.2.1 Effet des paramètres aérothermiques .....	67
1°/ Température de l'air de séchage.....	67
2°/ Vitesse de l'air de séchage.....	69
IV.2.2.2 Influence des paramètres inhérents à l'échantillon.....	71
1°/ Epaisseur de la couche de grignon.....	71
2°/ Granulométrie du grignon.....	73
<b>IV.3 COEFFICIENT DE DIFFUSION ET ENERGIE D'ACTIVATION...75</b>	
IV.3.1 Influence des paramètres de l'air de séchage et de grignon sur le coefficient de diffusion.....	75
IV.3.1.1 Température de l'air de séchage .....	75
IV.3.1.2 Vitesse de l'air de séchage .....	77
IV.3.1.3 Epaisseur de la couche de grignon d'olive .....	79
IV. 3.1.4 Granulométrie de grignon d'olive.....	81
IV.3.2 Influence des paramètres sur l'énergie D'activation.....	83
IV.3.2.1 Epaisseur de la couche de grignon d'olive .....	83
IV.3.2.2 Vitesse de l'air de séchage .....	85
IV. 3.2.3 Granulométrie du grignon d'olive .....	87
<b>IV.4 DETERMINATION DE LA COURBE CARACTERISTIQUE DE SECHAGE DU GRIGNON D'OLIVE.....</b>	<b>89</b>
<b>IV.5 MODELISATION STATISTIQUE .....</b>	<b>90</b>
 <b>CONCLUSION GENERALE</b>	
<b>ANNEXES</b>	
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE</b>	

# Liste des figures et des tableaux

## LISTE DES FIGURES

1

<b>Figure 1.1:</b> Section transversale et composition physique de l'olive	
<b>Figure 1.2:</b> Diagramme de traitement des olives par pression et nature des différents sous-produits	10
<b>Figure 1.3 :</b> Procédé d'extraction de l'huile d'olives par centrifugation à trois phases	11
<b>Figure 1.4 :</b> Procédé d'extraction de l'huile d'olives par centrifugation à deux phases	12
<b>Figure 2.1 :</b> Transferts convectifs couplés de chaleur et de matière entre l'air A et le produit P, à l'interface air/produit, à travers une couche limite laminaire équivalente dans l'air	31
<b>Figure 2.2 :</b> Evolution des températures dans le produit au cours d'un séchage par entraînement pendant les trois périodes	40
<b>Figure 2.3 :</b> Courbes de séchage pour deux teneurs en eau initiales	41
<b>Figure 3.1 :</b> Représentation schématique d'un extracteur de soxhlet	52
<b>Figure 3.2 :</b> Dispositif expérimental de séchage convectif en continu du grignon d'olive	53
<b>Figure 4.1 :</b> Analyse au MEB des fragments de pulpe et d'amandon des deux types de grignon	63
<b>Figure 4.2:</b> Evolution de la teneur en eau du grignon d'olive en fonction du temps ( $T_a = 60^\circ\text{C}$ ; $e = 6 \text{ mm}$ ; $V_a = 1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	66
<b>Figure 4.3:</b> Evolution de la vitesse de séchage du grignon d'olive en fonction du temps ( $T_a = 60^\circ\text{C}$ ; $e = 6 \text{ mm}$ ; $V_a = 1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	66
<b>Figure 4.4:</b> Evolution de la vitesse de séchage du grignon d'olive en fonction de la teneur en eau ( $T_a = 60^\circ\text{C}$ ; $e = 6 \text{ mm}$ ; $V_a = 1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	66
<b>Figure 4.5:</b> Influence de la température de l'air sur l'évolution de la teneur en eau du grignon d'olive en fonction du temps ( $e = 9\text{mm}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	68
<b>Figure 4.6:</b> Influence de la température de l'air sur l'évolution de la vitesse de séchage en fonction du temps ( $e = 9 \text{ mm}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	68
<b>Figure 4.7:</b> Influence de la température de l'air sur l'évolution de la vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau ( $e = 9 \text{ mm}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	68
<b>Figure 4.8:</b> Influence de la vitesse de l'air de séchage sur l'évolution de la teneur en eau du grignon en fonction du temps de séchage ( $T_a = 70^\circ\text{C}$ ; $e = 9 \text{ mm}$ )	70
<b>Figure 4.9 :</b> Influence de la vitesse de l'air de sur l'évolution de vitesse de séchage du grignon en fonction du temps ( $T_a = 70^\circ\text{C}$ ; $e = 9 \text{ mm}$ )	70
<b>Figure 4.10 :</b> Influence de la vitesse de l'air sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction de la teneur en eau ( $T_a = 70^\circ\text{C}$ ; $e = 9 \text{ mm}$ )	70
<b>Figure 4.11:</b> Influence de l'épaisseur de la couche sur l'évolution de la teneur en eau du grignon d'olive en fonction du temps ( $T_a=70^\circ\text{C}$ ; $V_a=1 \text{ ms}^{-1}$ )	72
<b>Figure 4.12:</b> Influence de l'épaisseur sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction du temps ( $T=70^\circ\text{C}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	72
<b>Figure 4.13:</b> Influence de l'épaisseur sur l'évolution de la vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau ( $T_a = 70^\circ\text{C}$ ; $V_a = 1 \text{ m s}^{-1}$ )	72
<b>Figure 4.14:</b> Influence de la granulométrie de l'échantillon sur l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps de séchage du grignon ( $T_a=70^\circ\text{C}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ; $e=9\text{mm}$ )	73
<b>Figure 4.15:</b> Influence de la granulométrie sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction du temps ( $T_a=70^\circ\text{C}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ; $e=6\text{mm}$ )	74
<b>Figure 4.16:</b> Influence de la granulométrie sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction de la teneur ( $T_a=70^\circ\text{C}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ; $e=6\text{mm}$ )	74
<b>Figure 4.17 :</b> $\ln X^*=f(t)$ pour différentes températures de l'air de séchage du grignon d'olive ( $e = 9 \text{ mm}$ ; $V_a = 1 \text{ m s}^{-1}$ )	76
<b>Figure 4.18 :</b> Valeurs de la diffusivité massique correspondantes aux différentes températures de l'air de séchage du grignon d'olive ( $e =9 \text{ mm}$ ; $V_a = 1 \text{ m s}^{-1}$ )	76
<b>Figure 4.19:</b> Evolution de $D_e$ en fonction de la température de l'air de séchage ( $e = 9\text{mm}$ ; $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )	76
<b>Figure 4.20 :</b> $\ln X^*=f(t)$ pour différentes vitesses de l'air de séchage du grignon ( $e = 9 \text{ mm}$ ; $T_a=70^\circ\text{C}$ )	78
<b>Figure 4.21 :</b> Les valeurs du coefficient de diffusion pour différentes vitesses de l'air de séchage du	78

grignon ( $e = 9 \text{ mm}$ ; $T_a = 70^\circ\text{C}$ )	
<b>Figure 4.22 :</b> Evolution de $D_e$ en fonction de la vitesse de l'air de séchage du grignon	78
<b>Figure 4.23 :</b> $\text{Ln}X^*=f(t)$ pour différentes épaisseurs de la couche de grignon ( $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $T_a = 70^\circ\text{C}$ )	79
<b>Figure 4.24 :</b> Valeurs du coefficient de diffusion en fonction de l'épaisseur de la couche de grignon ( $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $T_a = 70^\circ\text{C}$ )	80
<b>Figure 4.25 :</b> Evolution de la diffusivité massique en fonction de l'épaisseur de la couche de grignon d'olive ( $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $T = 70^\circ\text{C}$ )	80
<b>Figure 4.26 :</b> $\text{Ln}X^*=f(t)$ pour différentes granulométries de grignon ( $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $e = 6 \text{ mm}$ ; $T_a = 70^\circ\text{C}$ )	81
<b>Figure 4.27 :</b> Valeurs du $D_e$ pour différentes granulométries de grignon ( $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $e = 6 \text{ mm}$ ; $T_a = 70^\circ\text{C}$ )	81
<b>Figure 4.28 :</b> $\text{Ln}D_e = f(1/T)$ pour différentes épaisseurs de la couche de grignon d'olive	84
<b>Figure 4.29 :</b> Valeurs de l'énergie d'activation pour différentes épaisseurs de la couche de grignon	84
<b>Figure 4.30 :</b> Evolution de l'énergie d'activation en fonction de l'épaisseur de la couche de grignon d'olive	84
<b>Figure 4.31 :</b> Courbes $\text{Ln} D_e = f(1/T)$ pour différentes vitesses de l'air de séchage	85
<b>Figure 4.32 :</b> Valeurs de l'énergie d'activation pour différentes vitesses de l'air de séchage du grignon	86
<b>Figure 4.33 :</b> Evolution de l'énergie d'activation en fonction de la vitesse de l'air de séchage du grignon	86
<b>Figure 4.34 :</b> courbes de $\text{Ln} D_e = f(1/T)$	87
<b>Figure 4.35 :</b> Valeurs de l'énergie d'activation pour différentes granulométries de grignon ( $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ , $e = 6 \text{ mm}$ )	87
<b>Figure 4.36 :</b> Courbe caractéristique de séchage du grignon d'olive	89
<b>Figure 4.37 :</b> Courbes expérimentales et théoriques de la fonction $X^*= f(t)$ selon modèle Midili ( $e = 6 \text{ mm}$ $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $T_a = 60^\circ\text{C}$ )	92
<b>Figure 4.38 :</b> Courbes expérimentales et théoriques de la fonction $X^*= f(t)$ selon modèle Midili ( $e = 6 \text{ mm}$ $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $T_a = 70^\circ\text{C}$ )	92
<b>Figure 4.39 :</b> Valeurs théoriques selon modèle Midili en fonction des valeurs expérimentales ( $e = 6 \text{ mm}$ $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $T_a = 60^\circ\text{C}$ )	92
<b>Figure 4.40 :</b> Valeurs théoriques selon modèle Midili en fonction des valeurs expérimentales ( $e = 6 \text{ mm}$ ; $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ ; $T_a = 60^\circ\text{C}$ )	92
<b>Figure 4.41 :</b> Valeurs de $k$ en fonction de la température de l'air et l'épaisseur de la couche du grignon d'olive	93
<b>Figure 4.42 :</b> Influence de la température de l'air de séchage sur $k$	93
<b>Figure 4.43 :</b> Influence de l'épaisseur de la couche du grignon sur $k$	93

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau 1.1 :</b> Composition chimique des composants de l'olive	2
<b>Tableau 1.2 :</b> Statistiques moyennes annuelles sur 2000/2006 pour l'huile d'olive et olives de table	4
<b>Tableau 1.3 :</b> Statistiques moyennes sur 2000/2006 pour l'huile d'olive et les olives de table pour les nouveaux pays producteurs	4
<b>Tableau 3.1 :</b> Modèles semi-empiriques et empiriques appliqués	59
<b>Tableau 4.1 :</b> Caractéristiques des deux échantillons de grignon d'olive	62
<b>Tableau 4.2 :</b> Analyse granulométrique des deux échantillons de grignon d'olive	62
<b>Tableau 4.3 :</b> Valeurs du coefficient de diffusion pour différentes épaisseurs, températures et vitesses de l'air	82
<b>Tableau 4.4 :</b> Comparaison de la valeur de l'énergie d'activation avec ceux de la littérature	88
<b>Tableau 4.5 :</b> Les équations de Midilli pour différentes conditions de séchage du grignon	91

# Nomenclature

## Nomenclature

---

- $a_w$  : activité de l'eau du produit,  
 $a_{ws}$  : activité de l'eau en surface du produit,  
 $c_p$  : capacité thermique massique (calorifique) ( $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ ),  
 $c_T$  : constante concernant l'augmentation de température produite lorsque le solide adsorbe l'humidité (K),  
 $D_t$  : coefficient de diffusion de transfert de chaleur ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),  
 $D_e$  : diffusivité effective ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),  
 $D_{\text{vap}}$  : coefficient de diffusion de la vapeur d'eau ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),  
 $D_c$  : coefficient de diffusion capillaire ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),  
 $dm$  : diamètre moyen des particules (mm),  
 $e$  : épaisseur de la couche de grignon (mm),  
 $E_a$  : énergie d'activation ( $\text{kJ mol}^{-1}$ ),  
 $h$  : coefficient de transfert de chaleur convectif ( $\text{W m}^{-2} \text{°C}^{-1}$ ),  
 $J_c$  : flux liquide dû à la capillarité ( $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$ ),  
 $k_m$  : coefficients de transfert convectifs pour la matière ( $\text{kg s}^{-1} \text{m}^{-2}$  et par unité de concentration),  
 $k_p$  : coefficient de transfert de matière ( $\text{kg eau m}^{-2} \text{S}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ ),  
 $K_h$  : conductivité hydraulique insaturée ( $\text{m s}^{-1}$ ),  
 $k$  : constante du modèle mathématique de Midilli,  
 $L$  : demi-épaisseur de la couche de grignon (m),  
 $m$  : masse de produit (kg),  
 $m_s$  : masse matière sèche (kg),  
 $m_h$  : masse matière humide (kg),  
 $m_i$  : fraction massique de produit recueilli (%),  
 $\dot{m}_{p,2}$  : débit massique du produit sec à la sortie ( $\text{kg s}^{-1}$ ),  
 $\dot{m}_{p,1}$  : débit massique de produit base humide à l'entrée ( $\text{kg s}^{-1}$ ),  
 $\dot{m}_e$  : débit évaporatoire ( $\text{kg s}^{-1}$  d'eau évaporée),  
 $m_p$  : masse de solide contenant l'unité de pore ( $\text{kg m}^{-3}$ ),  
 $p_v$  : pression de vapeur d'eau en équilibre avec l'eau du produit à  $T_p$  (Pa)  
 $p_o$  : pression de vapeur saturante (Pa),  
 $p_T$  : pression de vapeur saturante de l'eau pur à la température  $T$  (Pa),  
 $p_v^*$  : pression de vapeur d'eau à l'interface air/produit (Pa),  
 $p_{vs}$  : pression de vapeur d'eau en surface du solide humide à  $T_{ps}$  (Pa),  
 $p_{o(T_{ps})}$  : pression de vapeur saturante à la température  $T_{ps}$  (Pa),  
 $ppa$  : pression partielle de vapeur d'eau dans l'air (Pa),  
 $p_{vsat}$  : pression partielle de la vapeur d'eau à saturation (Pa),  
 $p_{tot}$  : pression totale (Pa),  
 $q_s$  : chaleur de sorption ( $\text{J kg}^{-1}$ ),  
 $R$  : constante des gaz parfaits ( $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ ),  
 $r^2$  : coefficient de détermination,  
 $S$  : surface d'échange du produit à sécher ( $\text{m}^2$ ),  
 $S_0$  : surface d'échange entre le produit et l'air à l'instant initial ( $\text{m}^2$ ),  
 $t$  : temps (s),  
 $T$  : température ( $^{\circ}\text{C}$ ),  
 $T_{ps}$  : température de surface du solide ( $^{\circ}\text{C}$ ),  
 $T_p$  : température du produit (K)  
 $T_a$  : température de l'air (K),  
 $T_{ah}$  : température de bulbe humide de l'air (K),  
 $V_a$  : vitesse de l'air ( $\text{m.s}^{-1}$ ),  
 $V_s$  : vitesse de séchage du grignon d'olive ( $\text{m s}^{-1}$ ),  
 $V_s^*$  : vitesse de séchage réduite du grignon d'olive,  
 $W$  : teneur en eau base humide ( $\text{kg eau kg}^{-1}$  de produit),

## Nomenclature

---

$x$  : distance (m),  
 $X$  : teneur en eau du produit base sèche ( $\text{kg eau kg}^{-1} \text{ ms}$ ),  
 $X_0$  : teneur en eau initiale du produit ( $\text{kg eau.kg}^{-1} \text{ ms}$ ),  
 $X_{cr}$  : teneur en eau critique ( $\text{kg eau.kg}^{-1} \text{ ms}$ ),  
 $X_{eq}$  : teneur en eau du produit à l'équilibre thermodynamique ( $\text{kg eau.kg}^{-1} \text{ ms}$ ),  
 $\bar{X}$  : teneur en eau moyenne ( $\text{kg eau kg}^{-1} \text{ ms}$ ),  
 $X^*$  : teneur en eau réduite,

$\varphi_a$  : humidité relative de l'air,  
 $\lambda$  : conductivité thermique ( $\text{W m}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ),  
 $\psi$  : potentiel capillaire ou succion ( $\text{kg m}^{-2}$ ),  
 $\rho_d$  : concentration de la substance diffusante dans le solide ( $\text{kg m}^{-3}$ ),  
 $\varepsilon$  : porosité,  
 $\rho$  : masse volumique du matériau ( $\text{kg m}^{-3}$ ),  
 $\rho_{sol}$  : masse volumique apparente du solide sec ( $\text{kg m}^{-3}$ ),  
 $\rho^*$  : rendement en huile de grignon d'olive (%),  
 $\Phi_i$  : diamètre moyen de deux diamètres de mailles consécutives (mm),  
 $\chi^2$  : ki-carré réduit,  
RMSE : racine carré de l'erreur systématique moyenne.

### Abréviations et indices

A : air de séchage,  
C.C.S. : courbe caractéristique de séchage,  
GO1 : grignon d'olive 1,  
GO2 : grignon d'olive 2,  
MEB : microscope électronique à balayage,  
ms : matière sèche,  
Indice 1 en entrée et 2 en sortie du séchoir.

# Introduction générale

## Introduction générale

L'huile d'olive bénéficie d'une image positive en terme de santé, ce qui s'ensuit d'une forte augmentation de la consommation dans les pays européens non producteurs et non traditionnellement consommateurs. Cette augmentation est une caractéristique mondiale.

La problématique environnementale des sous-produits de l'huile d'olive (margines et grignon d'olive) demeure entière dans les pays oléicoles et plus particulièrement dans les pays des rives Sud et Est de la Méditerranée dont fait partie l'Algérie qui connaissent de vastes programmes de plantation et de modernisation du secteur industriel pour l'accroissement et l'amélioration de la qualité de leur production oléicole.

De nombreuses recherches ont été mené pour minimiser la pollution engendrée par le rejet de ses sous-produits ou encore leurs valorisation ce qui augmente la rentabilité de l'industrie oléicole. Pour le cas du sous-produit solide « grignon d'olive », les possibilités de sa valorisation sont diverses: extraction de l'huile résiduelle, l'alimentation de bétail, etc.

L'exploitation du grignon olive dans ces différents débouchés nécessite la stabilisation de celui-ci car il présente un taux d'humidité élevé favorable à la prolifération de microorganismes et l'altération chimique par l'oxydation. D'autre part l'abaissement de l'humidité permet de diminuer le coût de transport et facilite l'extraction de l'huile de grignon d'olive. Le séchage s'avère donc une opération unitaire critique dans le processus de la valorisation du grignon d'olive.

L'état actuel des connaissances permet de décrire parfaitement les phénomènes intervenant au cours du séchage tels que les transferts d'eau et de chaleur dans le produit et autour de celui-ci, le transfert de soluté et d'aromes, la déformation du produit, etc. Cependant il est impossible de prévoir la courbe de séchage d'un produit qui tiendrait compte de l'influence respective de ces phénomènes au cours du séchage. Le seul moyen de connaître la cinétique de séchage est donc de la mesurer. Pour ce faire il y a lieu d'étudier séparément l'influence de chaque paramètre sur la cinétique de séchage du produit à l'aide d'une fonction reflétant le mieux le graphe obtenu. Généralement, le modèle développé n'est valable que dans le domaine où on l'a établi.

L'objectif de ce travail est d'étudier la cinétique de séchage du grignon d'olive et de développer ensuite un modèle mathématique qui permettrait de décrire le comportement du

séchage convectif du grignon d'olive. L'effet des paramètres aérothermiques sur la diffusivité effective et sur l'énergie d'activation du processus de séchage a été également examiné.

Cette étude est structurée en deux parties. La première partie comporte deux chapitres. Le premier présente l'olive et les sous-produits engendrés par l'industrie oléicole en soulevant leurs impacts sur l'environnement et les moyens de leurs valorisations. Le deuxième est consacré aux généralités sur le séchage par convection des produits solides poreux.

La seconde partie présente deux chapitres, l'un est consacré à la description du matériel végétal utilisé, la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour le séchage convectif de couches minces du grignon d'olive et les modèles mathématiques empiriques et semi-empiriques testés.

Les résultats expérimentaux obtenus et leurs discussions ont fait l'objet du dernier chapitre de ce travail. Il comprend une analyse globale des courbes cinétiques de séchage suivi de l'interprétation de l'influence des paramètres étudiés sur la teneur en eau, la vitesse de séchage, la diffusivité effective et l'énergie d'activation du processus de séchage. La recherche d'un modèle mathématique décrivant le mieux le comportement du séchage du grignon d'olive termine cette partie.

# Partie théorique

# Chapitre I :

l'olive et les sous-produits  
de l'industrie oleicole

# CHAPITRE I. L'OLIVE ET LES SOUS-PRODUITS DE L'INDUSTRIE OLEICOLE

## Introduction

Avant d'entamer le chapitre relatif au séchage nous avons pensé qu'il est nécessaire de donner quelques notions sur le produit sujet de notre étude à savoir le grignon d'olive, qui est un produit de nature végétale. A cet effet dans ce chapitre nous avons essayé de présenter, en termes de définitions et de statistiques, l'olive et les déchets issus de la trituration de l'huile d'olive.

## I.1 L'OLIVE ET EXTRACTION DE L'HUILE D'OLIVE

### I.1.1 L'olive

#### I.1.1.1 Définition

L'olive est le fruit de l'olivier. C'est une drupe charnue de forme ovoïdale, d'abord verte puis noire à maturité complète. La peau (épicarpe) est recouverte d'une matière cireuse imperméable à l'eau. La pulpe (mésocarpe) riche en matière grasse stockée durant la lipogénèse. Le noyau très dur, osseux, est formé d'une enveloppe (endocarpe) qui se sclérifie à partir de la fin juillet, et contient une amande avec deux ovaires dont l'un est généralement stérile et non-fonctionnel. Cette graine produit un embryon qui donnera un nouvel olivier si les conditions sont favorables.

L'olive contient environ 20% d'huile, 30% de grignons et 50% d'eau de végétation [1 ;2]. La composition physique de l'olive est indiquée dans la figure 1.1.

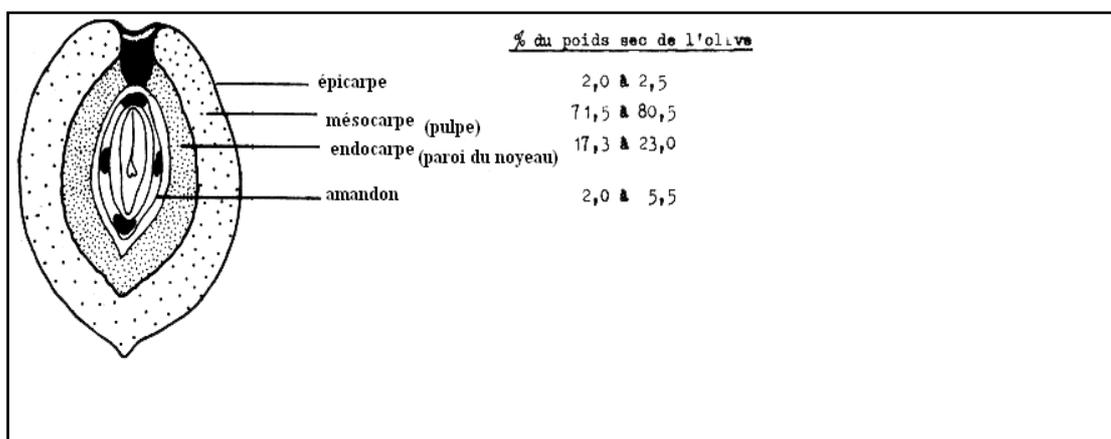


Figure 1.1: Section transversale et composition physique de l'olive [3]

La composition chimique des éléments constituant l'olive est donnée par le tableau 1.1.

**Tableau I.1 : Composition chimique des composants de l'olive [3]**

	Lipides	Protides	Glucides	Cendre	Eau
Pulpe (%)	56.4	6.8	9.9	2.66	24.2
Coque du noyau (%)	5.25	15.6	70.3	4.16	4.2
Amandon (%)	12.26	13.8	65.6	2.14	6.2

### **I.1.1.2 Utilisation des olives**

Il existe deux types d'oliviers cultivés selon que leur fruit soit destiné à la production d'olive de table ou à la production des huiles. Les premières sont cueillies généralement en voie de mûrissement et subissent diverses opérations d'attendrissage et de désamérisation. La conservation s'opère soit à sec, avec des couches alternatives d'olives et de sel, soit dans une saumure, la même d'ailleurs pour les olives noires et vertes mais avec une différence de concentration. Les secondes proviennent des écarts de triage des premières dans une petite proportion, mais surtout de celles qui sont, de par leur variété et leur grosseur, destinées à la trituration pour la production de l'huile d'olive [4].

### **I.1.1.3 Industrie oléicole mondiale**

#### **1°/ Production mondiale de l'huile d'olive**

La culture de l'olivier a occupé, dans le monde en 2005, 7.5 millions d'hectares pour une production de 14.9 millions de tonnes d'olives avec un rendement moyen de 20 quintaux/ha [5]. Durant la période 2000-2006, la production mondiale moyenne annuelle s'élève à 2.778.800 tonnes d'huile d'olive et à 1 638 300 tonnes d'olives de table [6].

La production d'huile d'olive a toujours été concentrée dans les pays du pourtour méditerranéen dont les principaux pays producteurs sont : Espagne, Portugal, Italie, Grèce, Turquie, Tunisie et Maroc. À eux seuls ces pays représentent plus de 90% de la production mondiale [7].

#### **2°/ Consommation**

Les principaux pays consommateurs sont également les principaux pays producteurs comme le montre le tableau 1.3. L'ensemble des pays de l'Union Européenne représente 71% de la consommation mondiale. Les pays du pourtour méditerranéen représentent 77% de la

consommation mondiale [6]. Les autres pays sont les Etats-Unis, le Canada, l'Australie et le Japon.

### **3°/ Nouveaux pays producteurs**

Les Espagnols ont introduit l'olivier dans leurs anciennes colonies des Amériques et certains pays ont une production plus ou moins importante [6].

Suite aux actions de promotion entreprises par le Conseil Oléicole International (COI) et à leurs conséquences positives sur l'augmentation de la consommation mondiale, de nombreux pays, à climat plus ou moins méditerranéen, se sont lancés dans de vastes programmes de plantation au début des années 90. Outre les pays traditionnellement producteurs, qui ont eux aussi mis en œuvre de vastes programmes de plantation, on citera en particulier l'Argentine, mais également d'autres pays nouvellement producteurs comme l'Afrique du Sud, l'Australie, le Chili, le Mexique ou le Pérou [8].

**Tableau 1.2 : Statistiques moyennes annuelles sur 2000/2006 pour l'huile d'olive et olives de table [6; 9]**

Moyenne (ton/an) Pays	Huile d'olive		Olives table		Surface (ha) cultivée 2005	Rendement (q/ha) 2005
	production	consommation	production	consommation		
Tunisie	144 500	42 300	15 000	14 100	1 500 000	4.00
Maroc	160 800	54 700	191 700	29 400	1 204 700	10.25
Algérie	34 300	35 300	59 300	60 800	239 350	13.22
Égypte	2 300	2 200	172 400	138 300	49 000	63.26
Libye	8 600	9 800	3 200	6 700	130 860	16.5
Syrie	134 500	117 300	138 700	122 800	500 000	12.4
Jordanie	24 200	21 700	23 900	22 000	64 520	17.53
Palestine	15 800	10 300	6 900	8 000	-	-
Israël	5 800	14 900	15 300	20 800	22 000	13.18
Liban	6 000	5 800	6 300	7 300	58 000	15.52
Iran	3 000	3 600	10 000	10 000	13 000	31.54
Portugal	31 400	66 900	10 400	13 400	380 000	7.50
France	4 200	96 400	2 000	48 200	18 340	9.80
Chypre	6 300	5 500	8 000	8 000	13 740	11.95
Croatie	5 100	5 300	800	900	18 000	20.33
Serbie	500	500	500	700	-	-
Slovénie	400	1 500	0	400	780	34.40

**Tableau 1.3 : Statistiques moyennes sur 2000/2006 pour l'huile d'olive et les olives de table pour les nouveaux pays producteurs [5 ; 10]**

Moyenne (ton/an) Pays	Huile d'olive		Olives de table		Surface cultivée (ha) 2005	Rendement (q/ha) 2005
	production	consommation	production	consommation		
Argentine	13 400	5 500	55 800	14 800	30 079	31.52
Mexique	2 300	10 300	11 000	10 500	5 150	27.25
Etats-Unis	1 000	202 300	93 900	205 000	12 960	99.39
Australie	3 400	31 900	3 300	16 800	5 000	46.08

### **I.1.1.4 Production de l'huile d'olive en Algérie**

Dans ce qui suit nous donnerons brièvement les données concernant la production oléicole en Algérie selon le COI [11].

#### **1°/ Superficie et répartition**

En 2000, la culture de l'olivier en Algérie occupait une superficie de 168 080 hectares, soit 33% des 500 000 hectares de la superficie arboricole nationale et 2 % des terres agricoles cultivables. En 2010, les prévisions de superficies oléicoles portent sur 309 500 ha [1].

La surface oléicole est répartie surtout dans trois régions : le centre, avec 54.3 %, l'est avec 28.3 % et l'ouest avec 17 % [11].

La plupart des oliveraies (80 %) sont situées dans des zones de montagne, sur des terrains accidentés et marginaux, peu fertiles et caractérisés par une pluviométrie moyenne comprise entre 400 et 900 mm/an. Le reste des oliveraies (20 %) sont situées dans les plaines occidentales du pays (Maasera-Sig-Relizane), où la pluviométrie moyenne annuelle est de 300 à 400 mm [11].

#### **2°/ Structure variétale**

L'oléiculture algérienne est caractérisée par une large gamme de variétés. Dans le centre et l'est prédominent les variétés 'Hamma' (pour la production d'olives de table), 'Chemlal', 'Azeradj', 'Bouchouk', 'Rougette', 'Blanquette' et 'Limli' (pour la production de l'huile). Dans la région occidentale, les variétés les plus diffusées sont 'Sigoise', 'Verdial', 'Cornicabra' et 'Gordal'.

#### **3°/ Production et consommation**

Au cours des dix campagnes de 1990/91 à 1999/00, la production moyenne annuelle d'huile d'olive a atteint 31 250 tonnes, avec un minimum de 6 000 tonnes en 1990/91 et un maximum de 54 500 tonnes en 1998/99. En 2003/04, la production a atteint un nouveau maximum de 69 500 tonnes [11].

Au cours des dernières années, le rendement moyen (litre d'huile / 100 kg d'olives) a été de 17%. La variété mais aussi les conditions climatiques (la pluviométrie en particulier) influence fortement le rendement des diverses régions oléicoles, qui varie entre 17 % et 24 % [11].

Actuellement, l'huile d'olive est consommée pratiquement dans sa totalité dans les zones de production. La consommation par habitant est passée d'une moyenne de 0.85 kg au cours des années 80 et 90 à 1.43 kg en 2000 et 1.53 kg en 2004, soit une augmentation de 80 % [11].

#### **4°/ Industrie oléicole**

À la fin des années 2000, l'industrie oléicole algérienne était composée majoritairement d'huileries traditionnelles. Dans ce contexte, en vue de moderniser le secteur de l'extraction de l'huile d'olive pour améliorer la qualité du produit, les autorités algériennes ont adopté un programme de modernisation de l'industrie de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive et de traitement des sous -produits.

### **I.1.2 Extractions de l'huile d'olive**

#### **I.1.2.1 Définition de l'huile d'olive**

Selon le COI (2003) [9], l'huile d'olive c'est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

L'huile d'olive proprement dite est contenue dans les lipovacuoles des cellules du pulpe. Elle est caractérisée d'une part par sa composition en acides gras, d'autre part par la présence de composants mineurs, notamment par des teneurs non négligeables d'antioxydants. Elle est employée à différentes fins notamment en alimentation humaine, en thérapeutique et en industrie.

#### **I.1.2.2 Phases d'extraction de l'huile d'olive**

Le processus de trituration des olives produit principalement l'huile d'olive vierge et engendre deux résidus l'un liquide (les margines) et l'autre solide (les grignons). Il est réalisé par une succession d'opérations : effeuillage, lavage, broyage, malaxage de la pâte obtenue, puis passage dans un décanteur et finition dans un séparateur. Quelque soit la méthode adoptée un nettoyage préliminaire sur le terrain est indispensable [12]. En général l'extraction de l'huile d'olive comprend les étapes suivantes :

### **1°/ Opérations préliminaires**

#### **a) Effeillage et lavage**

Elles consistent à l'effeuillage des olives qui se fait généralement par aspiration, suivi par le lavage afin d'éliminer les matières étrangères (saletés, moisissures...). Ces matières peuvent

d'une part, altérer les propriétés organoleptiques de l'huile (couleur, odeur, goût) et d'autre part, user les broyeurs métalliques [13].

### **b) Broyage**

Cette opération consiste à la dilacération du tissu des olives pour libérer les gouttelettes d'huile contenues dans les vacuoles à l'intérieur des cellules d'olives [13].

### **c) Malaxage**

Il consiste en un brassage lent et continu de la pâte d'olive préalablement chauffée. Il a pour but de libérer le maximum d'huile en brisant les vacuoles qui sont restées entières durant la phase précédente et d'amasser les gouttelettes d'huile en gouttes plus grosses [13]. Cette étape essentielle de malaxation de la pâte modifie la teneur en composés phénoliques. Elle est également responsable dans la variation en composés volatils.

### **d) Séparation des phases**

Cette opération consiste à :

- séparer les phases liquides-solides : le broyage et le malaxage aboutissent à la formation d'une pâte qui contient de la matière solide et des fluides. La matière solide appelée grignon est formée de débris de noyaux, d'épiderme, de parois cellulaires...etc., alors que la partie fluide est composée d'huile et d'eau de végétation appelée margine.
- séparer les phases liquides-liquides : la séparation entre la phase aqueuse de la phase huileuse se fait essentiellement par simple décantation ou par centrifugation. Elle est basée sur la différence de densité entre l'huile d'olive et l'eau de végétation « margines ».

## **2°/ Procédés d'extraction de l'huile d'olive**

Avec le développement du secteur oléicole, les systèmes traditionnels ont cédé la place aux équipements modernes. Le perfectionnement de ces procédés a permis d'extraire l'huile à travers des phases successives. Auparavant, l'extraction était effectuée de manière discontinue (lavage des olives, broyage mécanique, malaxage, extraction des moûts huileux). De même, après le développement des appareils de centrifugation, la séparation de l'huile des eaux de végétation est devenue moins onéreuse [14].

### **a) Procédés en discontinu ou système à presse**

Ce sont les systèmes classiques par pression avec broyeurs. Le broyage des olives suivi du malaxage se font sous des meules. Une pâte est obtenue au bout d'une demi-heure environ. Elle est composée de grignon et un moût contenant l'huile et les margines. La séparation des

deux phases solide-liquide se fait par simple pression, alors que l'huile est séparée des margines par décantation naturelle (figure 1.2) [13].

Actuellement l'extraction de l'huile d'olive par pression peut être mise en œuvre à l'aide de trois types de matériels : presses à disques ou scourtins, presses continues à vis et presses continues à bandes [12].

L'huile extraite par les presses est caractérisée par un degré d'oxydation et une acidité élevés, des défauts organoleptiques et une durée de conservation réduite. L'huile obtenu ainsi sera déclassée à la catégorie "huiles impropres à la consommation" [13].

### **b) Procédés continus ou systèmes à centrifugation**

C'est une méthode de grande diffusion parce qu'elle permet de surmonter les multiples inconvénients associés à l'extraction par pression. La pâte d'huile est soumise à une centrifugation dans un tambour conique tournant sur un axe horizontal (décanteur). Sous l'effet des différences de poids spécifique, la centrifugation sépare deux ou trois phases.

- **Procédé continu à trois phases**

L'extraction de l'huile d'olive se fait à travers des phases successives contrairement au procédé discontinu (figure 1.3). Les olives sont lavées, broyées, mélangées avec de l'eau chaude et malaxées pour former la pâte d'olive qui est ensuite diluée. Les phases liquides et solides sont séparées par centrifugation donnant les grignons et le moût. Le moût subit à son tour une centrifugation pour séparer l'huile des effluents d'huileries d'olive.

L'utilisation des installations d'extraction par centrifugation à 3 phases (huile, margines et grignons) a commencé depuis les années 1970. L'introduction de ce type d'installations a permis de:

- réduire les coûts de transformation,
- réduire la durée de stockage des olive, avec comme conséquence, une production oléicole de moindre acidité,
- réduire considérablement la durée de chômage des olives dans l'attente de leur transformation, ce qui s'est traduit par une diminution de l'acidité des huiles produites. Ceci est du à la capacité élevée de traitement (jusqu'à 100 tonnes d'olives /jour) des systèmes continus.
- améliorer la qualité des huiles dans des zones à productions médiocres ou mauvaises contre une légère diminution dans les zones de bonnes productions (du fait du malaxage prolongé à une température élevée et à l'ajout d'eau chaude).

Cependant en parallèle, ce système [7] :

- génère un volume considérable de margines, celui-ci est pratiquement égal à la quantité d'olives mises en œuvre par l'installation. La teneur en huile de ces margines est variable (3 à 5 g/l),
- donne lieu à des grignons à teneur élevée en humidité (45 à 55%),
- engendre une consommation élevée d'eau et d'énergie thermique.

- **Procédé continu à deux phases ou procédé écologique**

C'est une variante du système précédant, dans ce cas le décanteur sépare l'huile et mélange le grignon et les eaux de végétation en une unique phase de consistance pâteuse appelée grignon humide ou grignon à deux phases (figure 1.4).

Ce système permet d'extraire une huile d'olive de bonne qualité sans production d'effluents d'huileries d'olive. Son seul inconvénient est la production de grignons humides. En effet, les grignons résultant de ce procédé contiennent 8 à 10% plus d'eau que ceux du procédé à trois phases. L'humidité des grignons obtenue est donc relativement élevée et peut approcher les 60%. Il est donc indispensable d'équiper les huileries travaillant selon le procédé écologique d'une installation de séchage des grignons.

Les grignons issus des décanteurs à deux phases sont relativement riches en sucres, protéines, polyphénols, etc. leur valorisation est donc intéressante. Ces unités emploient le malaxage de la pâte. Cependant, le temps et la température de cette opération sont déterminants sur la qualité de l'huile d'olive produite [7].

Le procédé d'extraction à deux phases est considéré comme écologique, pas seulement du fait qu'il produit moins de pollution en terme de margines, mais aussi du fait qu'il demande peu d'eau dans le processus [15].

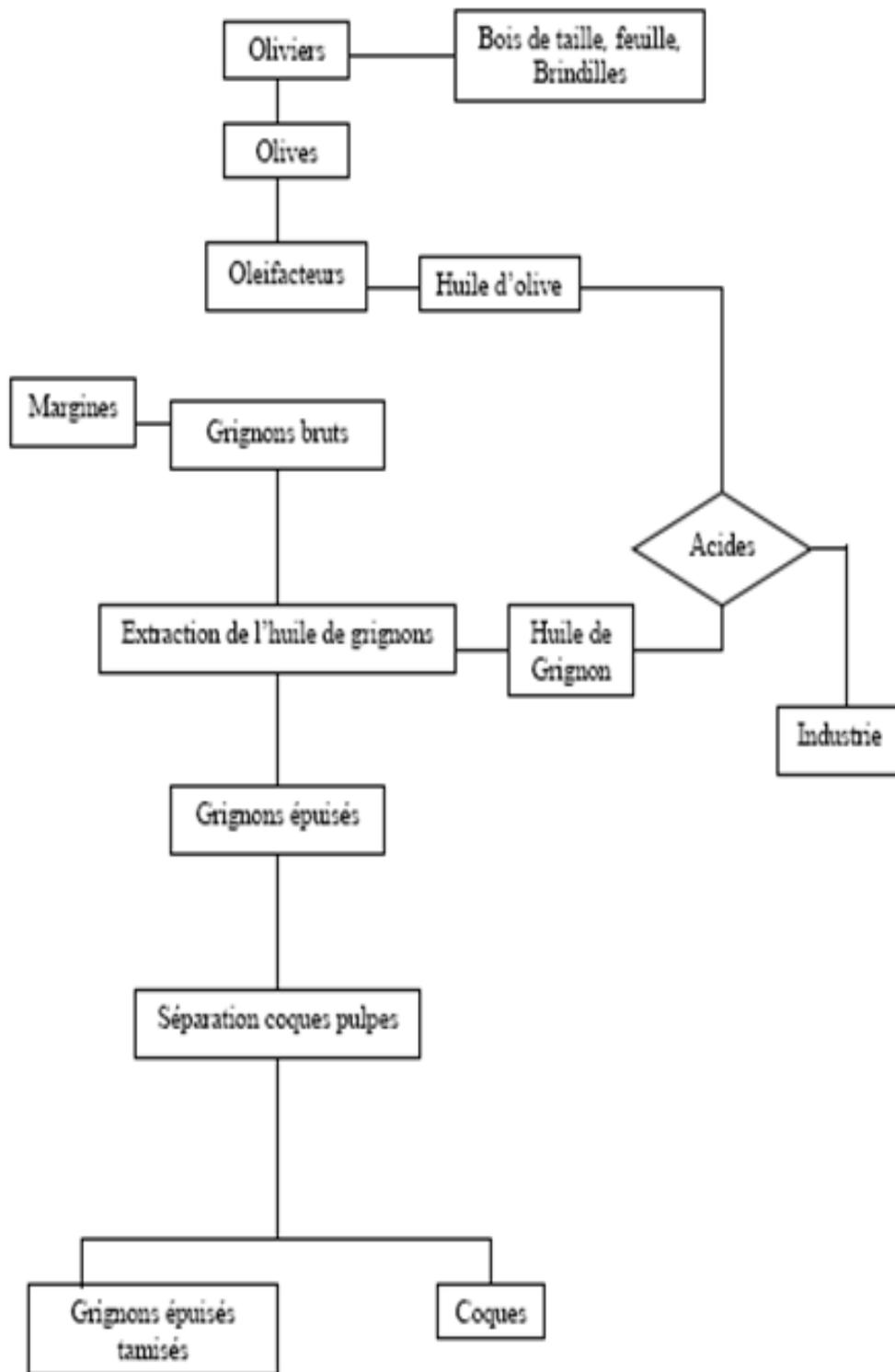


Figure 1.2 : Diagramme d'extraction de l'huile d'olive par pression et nature des différents sous-produits [3]

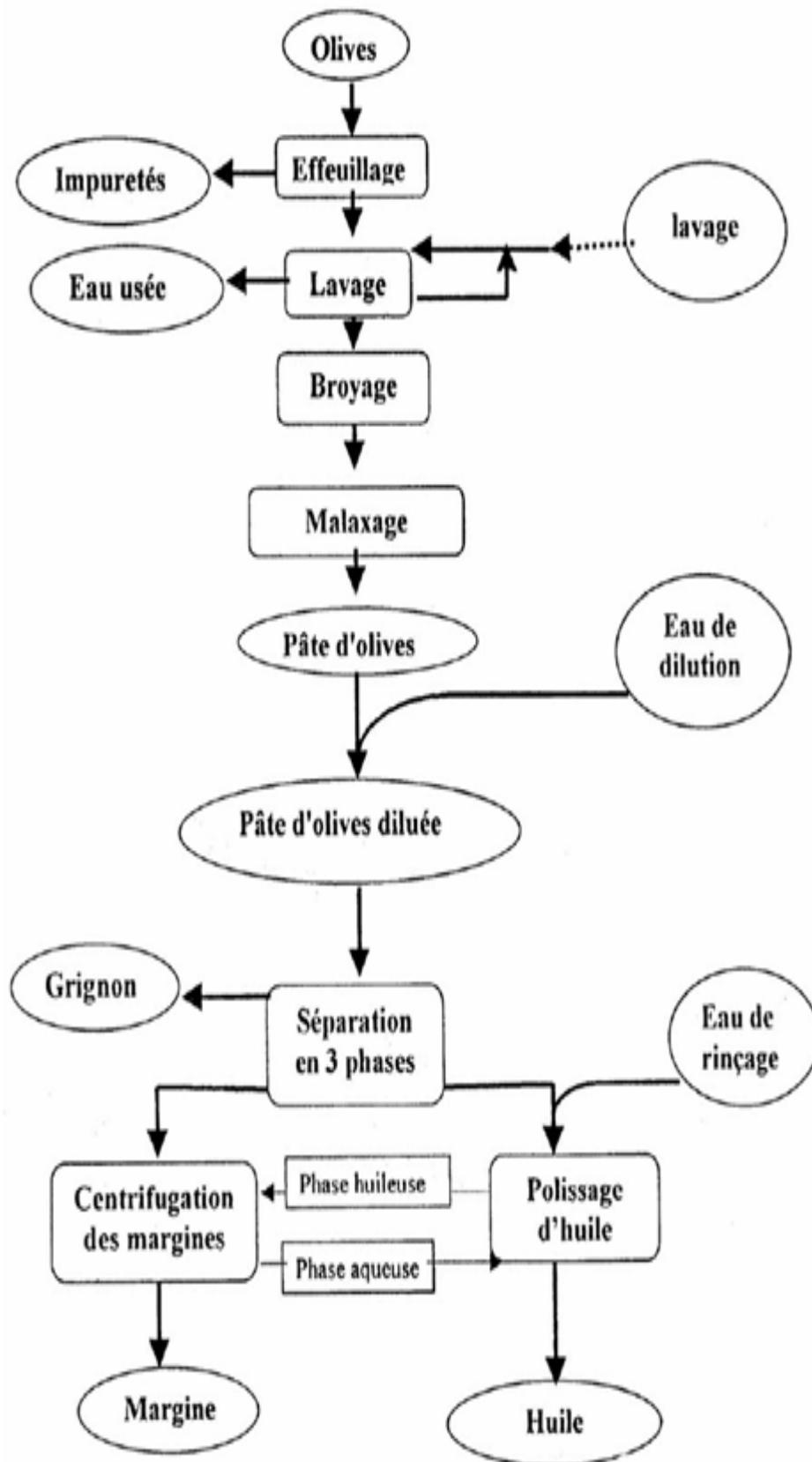


Figure 1.3 : Procédé d'extraction de l'huile d'olive par centrifugation à trois phases [3]

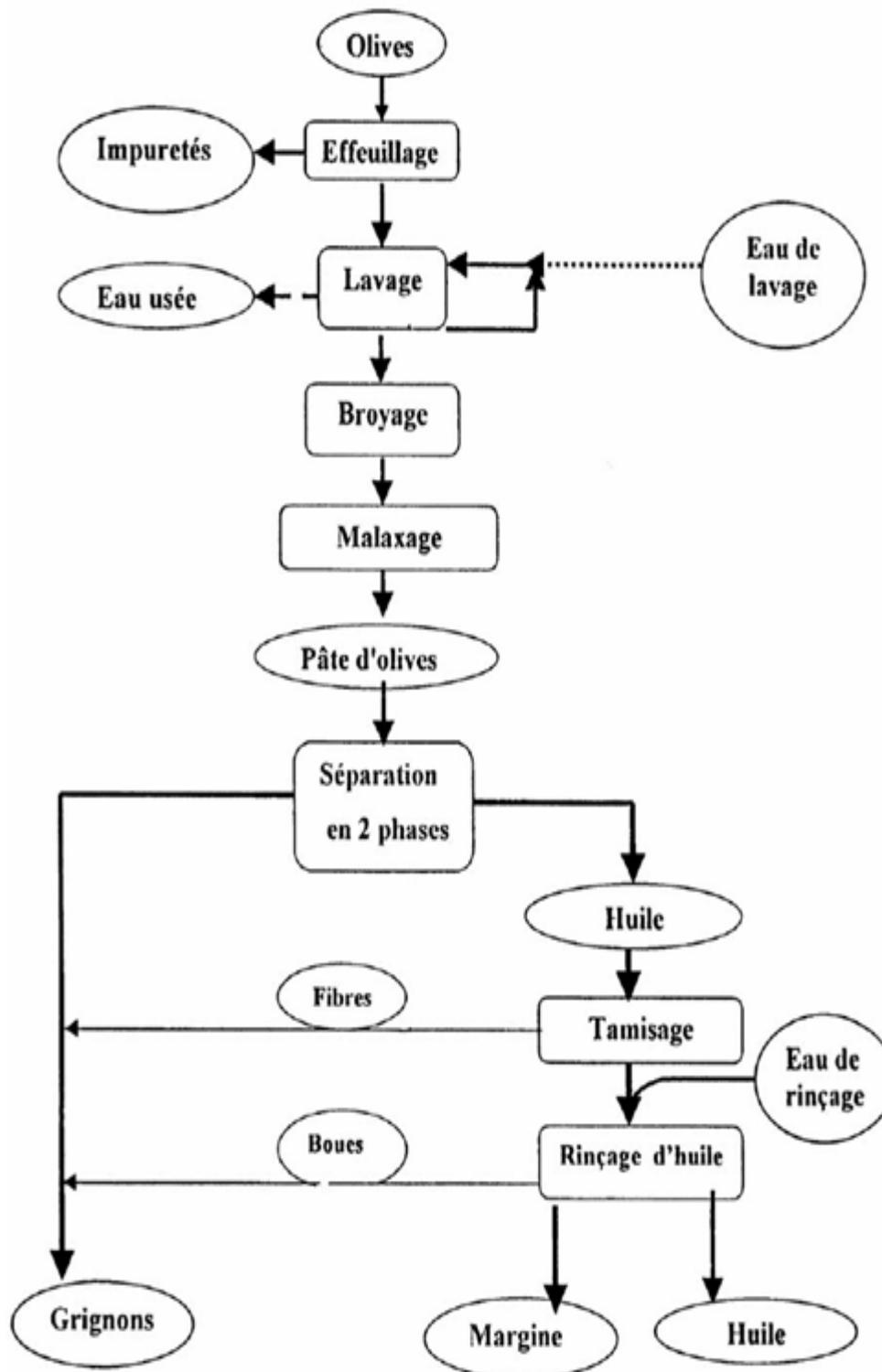


Figure 1.4 : Procédé d'extraction de l'huile d'olive par centrifugation à deux phases [3]

## I. 2 LES SOUS-PRODUITS DE L'INDUSTRIE OLEICOLE

### I. 2.1 Définition

L'industrie oléicole, en plus de sa production principale qui est l'huile (huile d'olive vierge et huile de grignons) laisse deux résidus: l'un liquide (les margines) et l'autre solide (les grignons). De plus, l'olivier, à travers la taille (annuelle, bisannuelle, de rajeunissement, etc.) engendre des feuilles, des brindilles et du gros bois [15 ; 16].

Selon les estimations de Nefzaoui (1991) [17] et Ranalli et al. (2003) [16], 100kg d'olive engendrent en moyenne 35 kg de grignon et 100 l de margines. La taille de l'olivier laisse en moyenne 25 kg feuille et brindilles fraîches par arbre et par an. Ce qui correspond à une production mondiale annuelle de 2.9 millions de tonnes de grignons bruts, de 8.4 millions m<sup>3</sup> de margines et de 15 millions de tonnes de feuilles et brindilles fraîches.

Selon Nefzaoui [3], les principaux sous-produits d'huilerie sont définis ainsi :

#### 1°/ Les sous-produits d'huilerie

- Le grignon brut: c'est le résidu de la première extraction de l'huile par pression de l'olive entière, ses teneurs relativement élevées en eau (24%) et en huile (9%) favorisent son altération rapide lorsqu'il est laissé à l'air libre.
- Le grignon épuisé: c'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement l'hexane.
- Le grignon partiellement dénoyauté: résulte de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation. Il est dit "gras" si son huile n'est pas extraite par solvant et il est dit "dégraissé ou épuisé" si son huile est extraite par solvant.
- La pulpe d'olive: c'est la pâte obtenue lorsque le noyau a été séparé de la pulpe préalablement à l'extraction de l'huile. Elle est riche en eau (60%) et de conservation très difficile.
- Les margines: c'est le résidu liquide aqueux brun qui s'est séparé de l'huile par centrifugation ou sédimentation après le pressage .
- Les feuilles collectées à l'huilerie: ce ne sont pas les résidus de la taille, mais des feuilles obtenues après le lavage et le nettoyage des olives à l'entrée de l'huilerie.

#### 2°/ Les résidus de la taille et de la récolte

Les oliviers subissent en général une taille sévère un an sur deux et une taille légère l'autre année. Après séparation des grosses branches les feuilles et ramilles peuvent être distribuées aux ruminants.

## **I.2.2 Margines**

### **I.2.2.1 Définition**

Les eaux de végétation ou margines sont la phase aqueuse issue de la centrifugation. Elles sont très abondantes dans l'extraction à trois phases du fait de l'injection d'eau à la pâte avant centrifugation. Les margines contiennent encore de l'huile et sont traitées une deuxième fois pour en extraire un maximum d'huile. Néanmoins, on ne sait pas traiter ces eaux et du fait d'un mélange d'eau et de graisse, les margines sont très polluantes, surtout pour les nappes phréatiques. Le rejet des margines est le problème écologique majeur de la production d'huile d'olive [7].

Les margines sont composées de 40 à 50% de l'eau végétale qui provient du fruit (olive) et le reste de l'eau de fabrication ajoutée lors du processus de trituration [1 ; 3].

### **I.2.2.2 Impact des effluents d'huileries d'olive sur l'environnement**

Le rejet des effluents des industries productrices d'huile d'olive est un problème majeur surtout dans les pays du bassin méditerranéen. Ces eaux fortement polluées causent de sérieux dégâts environnementaux [18]. Un mètre cube de margine équivaut à la pollution engendrée par 1200 habitants. Environ 25 à 40 millions de mètres cubes de margine sont produits annuellement dont 90% sont localisés dans le bassin méditerranéen et déversés dans la nature sans traitement préalable [19].

Selon les données statistiques du FAO, le total des effluents générés par la production de l'huile d'olive en 1998 est de 7.3 millions, dont 80% est générée en Europe et 20% dans les autres pays. Environ 20 millions de tonnes d'eau potable est utilisé pour la production de l'huile d'olive dans le bassin méditerranéen générant 30 millions tonnes de déchets solide-liquide par an [15].

Les margines sont dans la plupart des cas déversées brutes sans aucun traitement dans le milieu naturel, soit directement soit à travers le réseau d'égouts public, et posent de sérieux problèmes de pollution [16 ; 18; 20; 21]:

- Acidification du milieu,
- Destruction de la microflore bactérienne du sol,
- effet néfaste des sels potassiques sur les plantations,
- Pollution des oueds et barrages et disparition de la vie aquatique,
- Pollution de la nappe souterraine,
- Forte agressivité, vis-à-vis des matériaux constituant les canalisations,

- Réduction du débit et parfois bouchage des canalisations par le dépôt des matières en suspension,
- Impact négatif sur les stations de traitement par voies biologiques.

### **I.2.2.3 Traitement et valorisation des margines**

La difficulté de traitement des margines est due à leur forte concentration en charge polluante, à leur grande toxicité pour la microflore et à leur mauvaise biodégradabilité. La toxicité de cet effluent est essentiellement due à sa haute teneur en composés phénoliques, qui vont des monoaromatiques jusqu'aux polyphénols de hauts poids moléculaires [22].

Les techniques de traitement peuvent être classées en procédés thermiques (évaporation incinération, distillation...), physicochimiques (filtration, ozonation, coagulation) et biologiques (traitements aérobiques et anaérobiques).

Les margines, par leur forte concentration en composés polyaromatiques, constituent une source potentielle de molécules ou de précurseurs de molécules à haute valeur ajoutée. Une alternative à la dépollution complète est donc de réaliser une dégradation partielle des margines par voie microbienne (bactéries ou champignons), en respectant les structures aromatiques présentes, ceci afin de biotransformer les structures polluantes en composés d'intérêt industriel [22].

Parmi les procédés de valorisation des effluents d'huilerie d'olive nous citons les plus importants [14 ; 20 ; 23 ; 24 ; 25 ; 26]:

- Obtention des protéines unicellulaires,
- Obtention de biogaz suite à un processus de digestion anaérobie,
- Valorisation agricole des margines peut correspondre soit à une fumure de fond ou à une fumure d'entretien,
- Utilisation des margines en génie civil (stabilisation des pistes agricoles ou fabrication des briques en remplacement du ciment et de la chaux),
- Production d'enzymes,
- Production d'antioxydants naturels (composés phénoliques totaux).

### **I.2.3 Grignon d'olive**

#### **I.2.3.1 Définition**

Les tourteaux d'olives, plus communément appelés grignons, sont les résidus solides récupérés à la suite de l'élaboration de l'huile d'olive vierge dans les moulins, celle-ci étant obtenue du fruit de l'olivier, uniquement au moyen de procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile.

Le grignon gras humide est constitué de la pulpe, de la peau, de l'amandon et du noyau de l'olive et d'une quantité variable d'eau de végétation et d'huile qui dépend du système d'élaboration de l'huile d'olive vierge utilisé et de la qualité des olives traitées. Selon les caractéristiques du grignon on distingue [11]:

- grignon obtenu de la pression de la pâte d'olives : sa teneur en huile varie de 3 à 9 % et son taux d'humidité de 25 à 35 %,
- grignon obtenu de la centrifugation à trois phases de la pâte d'olives : sa teneur en huile est de l'ordre de 2.5 à 4 % et son taux d'humidité de 45 à 55 %,
- grignon obtenu de la centrifugation à deux phases de la pâte d'olives : sa teneur en huile est de l'ordre de 2 à 3.5 % et son taux d'humidité de 60 à 70 %.

#### **I. 2. 3. 2 Composition chimique du grignon d'olive**

La composition chimique des grignons d'olive varie dans de très larges limites selon le stade de maturité des olives, le procédé d'extraction de l'huile, l'épuisement par les solvants. Les teneurs en matières grasses et en cellulose brute présentent les variations les plus importantes [95 ; 96]. Ces variations se répercutent directement sur la valeur nutritive du produit. Cette composition peut se résumer comme suit :

- La teneur en cendres est normalement faible (3 à 5%). Les teneurs élevées rencontrées sont dues à l'absence de lavage et à la présence des olives ramassées à même le sol.
- Les teneurs en matière azotée varient moins fortement, et sont en moyenne de l'ordre de 10%.
- La teneur en matières grasses est relativement élevée et varie principalement selon le procédé technologique employé. D'après Sansoucy (1984) [27], elle représente 8 à 15% de la matière sèche.
- La teneur en cellulose brute est élevée (32 à 47%) [16].

- Les substances phénoliques sont présentes à des teneurs qui ne dépassent guère le 1% de la matière sèche [3; 28]. Les polyphénols de l'olive sont en majorité éliminés dans les margines et l'huile durant la trituration.

### **I.2.3.3 Pollution du grignon d'olive**

Jusqu'à présent, les grignons ou tourteaux avaient peu de valeur économique. Une certaine quantité sert à alimenter les chaudières ou à chauffer les maisons, mais la majorité sont rejetés dans la nature et sont source de pollution, soit parce qu'ils sont contaminés par des champignons, soit parce qu'ils rejettent des substances toxiques dans l'environnement. Les toxines fongiques ou les composés polyphénoliques qui résistent à la dégradation bactérienne peuvent alors se lixivier, menaçant ainsi la santé humaine et environnementale. Certaines sources d'eau ont été polluées de la sorte [29].

### **I.2.3.4 Valorisation et utilisation du grignons d'olive**

Les champs d'application des grignons sont nombreux et variés. On peut citer :

#### **1°/ Alimentation du bétail**

Les grignons peuvent servir à l'alimentation du bétail vu leurs caractéristiques chimiques et nutritionnelles. Cependant distribués seuls ils sont peu appréciés et engendrent des pertes de poids de l'animal. Ils sont peu digérés et entraînent de faibles productions d'ammoniac et d'acides gras volatils, preuve de leur faible valeur nutritive [28]. Ceci est dû au fait qu'ils sont des aliments grossiers ligno-cellulosiques, à cause de :

- leurs teneurs élevées en fibres et lignine,
- leur faible teneur en matières azotées,
- la faible digestibilité de leur matière sèche et de leurs matières azotées,
- leurs fermentations de type acétique dans le rumen,
- le comportement alimentaire et mérycique des animaux qui en consomment.

Une amélioration de la valeur alimentaire des grignons est possible notamment par différentes méthodes :

- Les traitements aux alcalis: l'amélioration de la digestibilité des grignons est possible par le traitement à la soude. Cette dernière est efficace en présence de chaleur et nécessite au moins 40 g de réactif par kg de produit [30 ; 31].
- Le tamisage : le tamisage est devenu une opération indispensable pour améliorer la valeur alimentaire du grignon [16]. Il consiste à séparer la coque (indigestible) de la pulpe

(digestible). Comparé aux traitements aux alcalis, le tamisage assure de meilleurs résultats [17 ; 19]. En réduisant la part des débris de coques, le tamisage engendre un produit moins dense et surtout moins riche en constituants pariétaux [3 ; 17 ; 28], ce qui est presque équivalent à un traitement avec 6% de soude [16].

- Le traitement microbiologique : la fermentation du grignon d'olive permet d'accroître la teneur en protéines et de réduire la teneur cellulosique des grignons d'olives, les rendant ainsi plus digestibles [19].

### **2°/ Utilisation des grignons comme combustible**

Elle a représenté et représente encore dans la majorité des pays, l'application la plus courante. En réalité, le grignon d'olive est un combustible de valeur calorifique moyenne. Cette quantité de chaleur est apportée principalement par la coque qui représente 60% du total et qui a un pouvoir calorifique relativement élevé. La pulpe n'apporte que peu de calories. De plus, la coque représente une fraction sans intérêt pour l'animal, ce qui corrobore tout l'intérêt du tamisage [16].

### **3°/ Utilisations possibles de la coque**

Après séparation, la coque peut être utilisée comme combustible ou comme matière première pour la fabrication du furfural. Elle a un contenu en pentosanes de 26% qui représente 15% de furfural de la matière première humide.

La principale difficulté de ce procédé reste le prix de la coque (coût de la séparation, utilisation concurrentielle comme combustible, etc.). Elle peut aussi être utilisée dans l'industrie du bois (fabrication de panneaux de particules) [16].

### **4°/ Production d'énergie**

Ils peuvent servir à la mise au point d'un réacteur biologique à potentiel énergétique. Un mélange de méthane et de monoxyde de carbone est produit qui, en s'évacuant, entraîne une turbine électrique [19]. Il existe en Italie et en Espagne des usines produisant de l'électricité en utilisant comme combustible les grignons d'olive.

### **5°/ Production d'enzymes**

La fermentation du grignon d'olive permet d'une part d'accroître la teneur en protéines et de réduire la teneur cellulosique des grignons d'olives, les rendant ainsi plus digestibles [19]. D'autre part de produire des métabolites secondaires éventuellement commercialisables

comme des enzymes qui servent à clarifier les jus de fruits riches en pectines, ainsi que la lipase et l'estérase, utilisées dans la fabrication d'arômes naturels [29].

### **6°/ Milieu de culture pour les levures**

Différentes levures ont été cultivées sur un milieu à base de grignons d'olive enrichis en éléments minéraux et notamment en sulfate d'ammonium, ainsi qu'en oligo-éléments [32].

### **7°/ Production de l'huile grignon d'olive**

#### **a) Définition de l'huile de grignon d'olive**

Celle-ci est constituée de la fraction lipidique contenue dans les graines des olives, mais aussi des graisses finement émulsionnées ou liées par les énergies d'interface (tension superficielle), inaccessibles par la pression ou la centrifugation.

#### **b) Mode d'extraction**

Suivant le matériel utilisé et les soins apportés par l'oléifacteur, les résidus peuvent contenir de 5 à 12 % d'huile d'olive. L'extraction de l'huile résiduelle à partir de ces résidus a lieu par des procédés chimiques [33].

Une amélioration très importante a été introduite dans cette industrie par la substitution au sulfure de carbone et au trichloréthylène, de l'hexane ou essence de pétrole légère. Les rendements se sont améliorés ainsi que la qualité de l'huile.

Ces huiles sont soit raffinées pour être utilisées dans la consommation humaine, soit destinées à un usage industriel si elles sont acides : les savons de ménage sont généralement à base d'huile de grignon acide.

Les nouveaux résidus appelés grignons épuisés sont utilisés comme combustibles pour les besoins de l'industrie oléicole elle-même ou pour ceux de la boulangerie, de la briqueterie, etc. [33 ; 34].

#### **c) Classification des huiles de grignons d'olive.**

Selon le règlement CE n°656/95 de la commission du 28/03/95 modifiant le règlement CEE n°2568/91, la France et l'Union Européenne classent les huiles de grignon d'olives dans les catégories suivantes :

- huile de grignons d'olive brute: elle est obtenue par traitement au solvant des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature, et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

- huile de grignons d'olive raffinée: elle est obtenue par le raffinage d'huile de grignons d'olive brute, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 0.5 g pour 100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.
- huile de grignons d'olive: elle est constituée par un coupage d'huiles de grignons raffinées et d'huiles d'olive vierges autres que lampantes, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 1.5 g pour 100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

**d) Production mondiale huile de grignon d'olive**

Les grignons ou tourteaux issues de la fabrication de l'huile d'olive peuvent donc servir à la production d'huile pour une utilisation industrielle. Cette production industrielle est infime, en 1999 elle représentait 50000 tonnes (2.5 millions de tonnes pour l'huile d'olive). Elle est concentrée en Espagne, et est utilisée sur place. Il n'existe quasiment pas de commerce de cette huile (6000 tonnes exportées en 1999) [7 ; 19].

# Chapitre II:

## Généralités sur le séchage et modélisation

## CHAPITRE II : GENERALITES SUR LE SECHAGE ET MODELISATION

### Introduction

Comme nous l'avons vu, le grignon d'olive qui résulte de l'élaboration de l'huile d'olive vierge est caractérisé par un taux élevé d'humidité donc il est susceptible à des altérations de type microbiologique ou chimique. L'abaissement du taux d'humidité s'avère donc nécessaire pour la conservation du grignon pour une éventuelle utilisation dans le cadre de sa valorisation.

Selon le COI [11] concernant l'industrie d'extraction de l'huile de grignon, le séchage se fait au moyen d'un courant d'air chaud (70-80°C) en vue d'abaisser son taux d'humidité aux alentours de 10 %.

Le séchage est une opération unitaire incontournable. De ce fait nous allons élucider dans ce qui suit les principes et mécanismes qui interviennent dans le séchage notamment ceux du séchage à l'air chaud qui fera l'objet de notre étude expérimentale.

### II.1 OBJECTIFS DU SECHAGE

Les objectifs du séchage sont très divers selon les cas : stabiliser le produit (bois, céréales, graines, textiles , etc.), éviter sa fermentation putride (boues d'épuration), l'alléger et faciliter son transport et sa disponibilité (lait en poudre, grignon d'olive), lui donner sa résistance mécanique et ses propriétés d'usage (papier, textiles, carreaux de plâtre), éviter une prise en masse ultérieure des poudres au stockage (poudres, granulés), préparer l'étape suivante (cuisson des céramiques, des briques,...), faciliter la mise en œuvre du produit (produits pulvérulents secs, faciles à stocker et à doser, prêts à l'emploi, etc.).

L'économie d'énergie est un autre objectif du séchage, qui détermine le coût de fonctionnement du séchoir [35 ; 36].

### II.2 MODES DE SECHAGE

A cause du coût énergétique de la vaporisation, l'industriel cherche à avoir la plus basse teneur possible en liquide à l'entrée du sécheur. La tendance est à n'utiliser le séchage thermique que lorsque les procédés de séparation mécanique restent impuissants pour atteindre la teneur souhaitée en liquide.

Parmi les procédés de déshydratation non thermiques, nous pouvons citer :

- L'égouttage, la filtration, le pressage, l'essorage centrifuge de produits ayant une matrice solide,
- La filtration sur membrane, l'ultrafiltration de liquides,
- La décantation en bassin ou dans une décanteuse centrifuge,
- La précipitation de la matière sèche dissoute par voie de réactions physico-chimiques et/ou par cristallisation,
- La déshydratation osmotique de solides.

### **II.3 TYPES DE SECHOIR**

La sélection d'un séchoir doit d'abord tenir compte du comportement mécanique du produit initial (liquide, solide, fragile, etc.) et de la forme du produit final (poudre, paillettes, morceaux, etc.), de sa sensibilité à la chaleur, des modes de manipulation, des débits à traiter, etc. Il existe une très grande diversité de types de séchoirs. Parmi ceux utilisés dans les industries agroalimentaires on peut citer : tapis, tambour rotatif, séchoir pneumatique, lit fluidisé, séchoir par pulvérisation, cylindre chauffant, silo vertical, lyophilisateur etc.

### **II.4 PROBLEMES GENERES PAR LE SECHAGE**

Les processus de séchage peuvent engendrer un certain nombre de problèmes qu'il y a lieu de prendre en considération.

#### **II.4.1 Conservation des produits séchés**

Lors de la période de stockage, il y a possibilité d'altérations du produit séché : modifications biochimiques et pertes d'arômes, fissuration, etc. Les effets d'une reprise d'humidité peuvent être désastreux : collage, moisissures, etc. La qualité de la conservation lors du stockage repose, soit sur la surveillance des conditions de température et d'hygrométrie au lieu d'entreposage soit sur la protection par un emballage [37].

#### **II.4.2 Pollution de l'environnement**

C'est surtout par les effluents gazeux que les installations de séchage peuvent polluer leur environnement. Elles rejettent, en effet, de l'air humide et/ou des vapeurs d'eau contenant des particules fines et, souvent, des substances (mal)odorantes, auxquelles la population est de plus en plus sensible, et qui font l'objet, là aussi, d'obligations réglementaires de plus en plus strictes. Les mesures à prendre consistent, généralement, à filtrer les gaz émis pour en retirer

les particules fines et, parfois, à les laver ou les brûler pour les débarrasser de leurs odeurs [38 ; 39 ; 40].

## II.5 PRINCIPE DE SECHAGE

Le séchage consiste à retirer tout ou une partie d'un liquide imprégnant un corps dit «humide» par vaporisation de ce liquide. Le produit final est un solide, qualifié de « sec » même s'il contient une humidité résiduelle [39].

C'est est une opération de « séparation thermique », dans le sens qu'il faut fournir l'énergie de vaporisation du solvant, pour qu'il quitte le produit sous forme de vapeur. C'est donc une opération unitaire mettant en jeu un transfert de matière (Le liquide imprégnant le solide passe à l'état de vapeur dans une phase gazeuse) et un transfert thermique (une fourniture de chaleur permet le changement de phase du liquide). La vaporisation pourra s'effectuer par ébullition ou par évaporation. Le transfert de chaleur est gouverné par le gradient de température alors que le transfert de masse dépend des gradients, au sein du produit, de la concentration en eau liquide, de la pression partielle de vapeur d'eau, de la pression totale. L'élément moteur du séchage est cependant le gradient de pression partielle de vapeur d'eau entre la surface du produit et l'air ou plus généralement le milieu extérieur [38 ; 41].

Le séchage ne concerne en principe que des liaisons dites « faibles » du solvant (eau) sur la matière sèche, sans décomposition du produit, c'est-à-dire sans rompre des liaisons covalentes de type C-H et C-OH susceptibles de libérer de la vapeur d'eau.

## II.6 MECANISMES DU SECHAGE

Deux phénomènes séparés sont impliqués lors du séchage. Migration d'abord de l'eau de l'intérieur du produit vers sa surface puis évaporation de cette eau dans l'air. Le transfert d'eau de l'intérieur du produit vers sa surface s'effectue soit par action capillaire soit par diffusion. Le transfert par capillarité se produit seulement pendant la première phase du séchage. Il continue ensuite par diffusion de vapeur d'eau dans le produit [41; 42].

Mujumdar et ses collaborateurs citent les mécanismes suivants de transfert d'humidité dans le produit [43] :

- diffusion liquide quand la température du produit est inférieure à celle de l'ébullition,
- diffusion de vapeur, nécessitant une évaporation au sein de la matière,

- diffusion Knudsen, si les niveaux de température et de pression sont très basses (lyophilisation),
- diffusion en surface (possible mais toujours pas prouvée),
- différence de pression hydrostatique, quand le taux d'évaporation interne est supérieur au taux de transfert de la vapeur de la matière vers le milieu environnant,
- combinaisons des mécanismes ci-dessus.

En général les facteurs qui peuvent influencer le processus de séchage sont [44] :

- nature du produit (composition, humidité, ...)
- dimension, forme et disposition des morceaux à sécher
- pression partielle de vapeur d'eau de l'air
- température et la vitesse de l'air

## II.7 CARACTERISATION DES GAZ DE SECHAGE

Les principales caractéristiques d'un gaz de séchage sont :

### II.7.1 Humidité absolue et humidité relative

On définit l'humidité absolue d'un gaz comme la masse d'eau en kg associée à 1kg de gaz sec. L'humidité relative s'exprime comme le quotient de la pression partielle de vapeur d'eau contenue dans le gaz par la pression de vapeur saturante de la vapeur (tension de vapeur) à la même température. L'humidité relative est souvent nommée degré hygrométrique.

### II.7.2 Point de rosée

Si le mélange initial gaz - vapeur d'eau (exempt de liquide) est refroidi sous une pression totale constante, la pression partielle en vapeur d'eau est constante mais la tension de vapeur diminue (la pression de vapeur saturante de l'eau est une fonction croissante de la température). Quand celle-ci devient égale à la pression partielle, les premières gouttes de liquide apparaissent ; on a alors atteint une température dite le point de rosée. L'humidité relative est alors égale à 1.

### II.7.3 Température sèche et température humide

La température sèche d'un gaz est la température indiquée par une sonde de température nue placée dans le courant gazeux.

La température humide (ou température de bulbe humide) est la température donnée par une sonde enrobée d'une mèche placée dans un courant gazeux et humidifiée en permanence par de l'eau pure. Il faut retenir que la température humide est la température prise par un solide humide durant la phase à vitesse constante d'un séchage par entraînement.

#### **II.7.4 Diagramme enthalpique**

Le diagramme enthalpique de l'air humide dit diagramme de « Mollier-Ramzine » est un instrument particulièrement pratique et efficace pour étudier et évaluer l'énergie nécessaire à la maîtrise des conditions de séchage et pour la mise en œuvre correcte du processus industriel [36 ; 37]. Il permet d'évaluer rapidement toutes les propriétés d'un air (humidité relative, température de rosée, enthalpie) à partir de la mesure de deux de ses caractéristiques, comme la température et l'humidité relative par exemple. Il permet également de suivre l'évolution de ces paramètres au fur et à mesure du séchage sans avoir recours à des calculs fastidieux.

### **II.8 CARACTERISATION DE SOLIDE HUMIDE**

#### **II.8.1 Description du solide humide**

Le solide humide a un film d'eau adhérent à sa surface externe par des forces superficielles. Une couche limite à la périphérie du solide est constituée par de l'air saturé en eau, c'est à dire de l'air contenant de la vapeur d'eau à une pression partielle égale à la tension de vapeur d'une eau qui serait seule présente dans une enceinte, à la même température. C'est la valeur maximale que peut prendre la tension de vapeur de l'eau à cette température.

L'eau peut aussi se retrouver localisée à la surface ou au fond des pores. Les forces qui la retiennent sont alors beaucoup plus fortes et ont trait à des phénomènes complexes de capillarité. Plus les pores sont de petites tailles, plus ces forces sont intenses.

#### **II.8.2 Humidité et taux d'humidité**

L'humidité est la masse de liquide contenu dans le corps solide, pâteux ou liquide, et devant être éliminé au cours du séchage [45].

Le taux d'humidité est la masse de liquide contenue par unité de masse de matière à sécher. Charreau et Cavallier (1991) [46] précisent que bien qu'il soit très souvent fait référence à la matière humide, il est préférable d'exprimer le taux d'humidité par rapport à la masse sèche.

### II.8.3 Hygroscopicité

Du point de vue "aptitude de séchage", il peut être intéressant de classer les milieux poreux en terme de niveau d'hygroscopicité (fixation de l'eau liée sur la structure solide du milieu). Nadeau et Puiggali (1995) [47] ont classé les matériaux poreux en trois catégories :

- Les milieux poreux non hygroscopiques : les pores sont a priori de dimensions supérieures au micromètre et la matrice solide de ces milieux n'est pas hydrophile. La quantité d'eau liée est négligeable devant la quantité d'eau libre. Ce sont, par exemple, des lits de sable ou de billes de verre.
- Les milieux poreux hygroscopiques : les rayons des pores varient entre un nanomètre et quelques dizaines de micromètres et/ou dont la matrice solide est hydrophile. La quantité d'eau liée est non négligeable devant la quantité d'eau libre, les pores dont le rayon est inférieur au rayon d'action des forces de sorption étant même saturés d'eau liée. Ce sont, par exemple, le bois ou l'argile.
- Les produits à porosité nanométrique : la taille des pores ne permet pas la présence d'eau libre. Dans cette catégorie peuvent se classer de nombreux produits agroalimentaires tels que les gels.

## II.9 DEFINITION DE LA TENEUR EN EAU DU PRODUIT ET CONSERVATION DE LA MATIERE SECHE

### II.9.1 Etats de l'eau dans les milieux poreux

Les phases fluides contenues dans le solide sont au nombre de deux : l'eau liquide dont les interactions avec la matrice solide sont d'origine hydrodynamique ou capillaire (eau libre) et d'origine intermoléculaire ou chimique (eau liée), et une phase gazeuse (air humide) constituée d'un mélange d'air sec et de vapeur d'eau [48].

L'ensemble regroupant l'eau libre, l'eau liée et la vapeur d'eau contenues dans un milieu poreux est communément appelé "eau titrable" et correspond aux molécules d'eau qui peuvent être évacuées du milieu considéré par déshydratation thermique (à l'opposé de l'eau dite de constitution qui ne peut être évacuée que lors d'une opération de calcination) [48].

- L'eau libre : elle remplit la majeure partie des pores de la structure du milieu et est retenue sous forme de liquide par des forces d'origine capillaire.
- L'eau liée : elle est adsorbée physiquement en couche multimoléculaire par des forces du type Van Der Waals ou de nature électrostatique sur, et parfois dans, les parois de

la structure. Elle peut aussi être retenue par des forces capillaires fortes ; c'est le cas dans des pores de dimensions caractéristiques d'ordre inférieur ou égal au micromètre environ, pour lesquels les forces internes engendrées par une opération de séchage ne suffisent pas à surpasser les forces capillaires en présence.

- La vapeur d'eau : Elle est mélangée avec l'air sec et occupent les espaces libérés par l'eau libre, l'eau liée et la matrice solide.

### II.9.2 Teneur en eau

La teneur en eau d'un produit, qui évolue entre l'entrée et la sortie d'un séchoir au cours du séchage, peut être définie de deux façons :

- par rapport à la matière humide, elle est dite « teneur en eau base humide » notée  $W$  et est exprimée en kg eau/kg produit humide avec son eau ( $0 < W < 1$ ).
- par rapport à la masse de matière sèche, elle est dite « teneur en eau base sèche », notée  $X$  et est exprimée en kg eau/kg matière sèche ( $0 < X$ ).

Les relations suivantes, permettent de passer d'une valeur à l'autre :

$$W = \frac{X}{(1 + X)} \quad \text{et} \quad X = \frac{W}{(1 - W)} \quad (2.1)$$

### II.9.3 Teneur en eau d'équilibre

Quand la pression partielle de la vapeur d'eau à la surface intime d'un produit maintenu à une température fixe atteint celle de l'air environnant, les deux milieux (produit et air) se trouvent en état d'équilibre, sans pour autant qu'ils n'aient la même « humidité » ; cet équilibre établi se traduit par l'absence de tout transfert d'eau sous forme vapeur.

L'humidité d'équilibre dépend de la température, de la teneur en humidité de la nature du produit et de la pression partielle [46]. Plusieurs équations mathématiques tentent de traduire cela selon la nature des produits étudiés [44].

### II.9.4 Conservation de la matière sèche

L'équation qui exprime la conservation de la matière sèche, au cours du séchage en régime permanent, peut être écrite de deux façons (2.2) ou (2.3) [36 ; 37 ; 48 ; 49]:

- En fonction de la teneur en eau  $X$  :

$$\dot{m}_{p1} \cdot \frac{1}{(1 + X_1)} = \dot{m}_{p2} \cdot \frac{1}{(1 + X_2)} \quad (2.2)$$

avec

Indice 1 et 2 indiquent respectivement, entrée et sortie du séchoir,

$X$  : teneur en eau base sèche ( $\text{kg eau} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ ms}$ ),

$\dot{m}_p$  : débit massique du produit en  $\text{kg s}^{-1}$  (« produit sec » à la sortie).

Le débit évaporatoire du séchoir  $\dot{m}_e$  ( $\text{kg s}^{-1}$  d'eau évaporée) s'écrit:

$$\dot{m}_e = \dot{m}_{p1} - \dot{m}_{p2} = \dot{m}_{p1} \frac{(X_1 - X_2)}{(1 + X_1)} \quad (2.3)$$

- En fonction de la teneur en eau  $W$  :

$$\dot{m}_{p1} (1 - W_1) = \dot{m}_{p2} (1 - W_2) \quad (2.4)$$

$W$  : teneur en eau base humide ( $\text{kg d'eau/kg de produit humide}$ ),

$\dot{m}_p$  : débit massique de produit « base humide » (en  $\text{kg s}^{-1}$ ).

Le débit évaporatoire du séchoir  $\dot{m}_e$  ( $\text{kg s}^{-1}$  d'eau évaporée) s'écrit:

$$\dot{m}_e = \dot{m}_{p1} - \dot{m}_{p2} = \dot{m}_{p1} \frac{(W_1 - W_2)}{(1 - W_2)} \quad (2.5)$$

## II.10 NOTION D'ACTIVITE DE L'EAU

Le séchage suppose des échanges d'eau, à l'échelle moléculaire, entre le produit et l'atmosphère environnante, dont l'intensité (le flux) dépend de l'écart à l'équilibre thermodynamique entre le produit (solide ou liquide) et l'air ambiant. L'équilibre air/produit sert donc de référence au séchage, et peut se représenter par le concept d'activité de l'eau dans le produit, notée  $a_w$ . Il s'agit d'une propriété mesurable, attachée à l'eau dans le produit, pour une teneur en eau et une température données.

L'eau présente dans le produit n'est ni « pure » au sens qu'elle contient souvent des solutés, ni « libre » au sens qu'elle est plus ou moins liée à la matière sèche par différents types de liaisons : liaisons capillaires créant des ménisques dans les pores, liaisons hydrogène, forces de Van Der Waals, liaisons polaires, solvatation des ions, eau de cristallisation...

Les liaisons entre l'eau et la matière sèche citées ci-dessus sont dites « faibles » (dissoute ou solide), de nature non covalentes. Rappelant que les liaisons covalentes supposent une énergie de rupture plus élevée, et ne relèvent pas du domaine du séchage, mais de la calcination ou de la pyrolyse. Il y a néanmoins des cas limites, comme les réactions de Maillard, des polymérisations, etc. pouvant libérer un peu d'eau initialement covalente dans les conditions du séchage [36 ; 37].

L'effet de ces liaisons est d'abaisser la pression de vapeur d'eau en équilibre avec le produit avec un effet sur le potentiel des transferts de matière.

L'activité de l'eau, est définie comme le rapport de la pression de vapeur d'eau en équilibre avec le produit humide, sur la pression qu'aurait l'eau pure non liée, à la même température du produit, soit un nombre sans dimension :

$$a_w = \left[ \frac{P_v}{P_0} \right] = f(x, T_p, \dots) \quad (2.6)$$

$$0 < a_w \leq 1$$

avec

$P_v$  : pression de vapeur d'eau (Pa) en équilibre avec l'eau du produit à la température du produit, et variant avec la teneur en eau,

$P_0$  : pression de vapeur en équilibre avec l'eau pure (Pa), encore appelée pression de vapeur saturante, à la même température  $T_p$  que le produit.

L'intérêt de l'activité de l'eau est qu'on peut l'évaluer expérimentalement. Elle dépend de la composition du produit, de sa teneur en eau, et dans une moindre mesure de sa température.

- Si  $a_w = 1$ , l'eau dans le produit se comporte comme de l'eau pure vis-à-vis du séchage, et permet les réactions biochimiques de la vie (le produit peut fermenter). L'eau nécessite une énergie pour son changement d'état (J/kg d'eau évaporée). Cette eau dite « libre » s'évapore en premier.
- Si  $a_w < 1$ , l'eau est dite « liée », au sens qu'elle est plus liée à la matière sèche que l'eau dite libre, et demande un peu plus d'énergie pour son changement d'état (énergie de liaison, de désorption). La rupture de cette liaison nécessite une enthalpie de désorption plus grande, valeur qui varie avec la teneur en eau.

*Remarque* : L'abaissement de l'activité de l'eau par séchage permet d'obtenir une inhibition des phénomènes microbiens et une stabilisation des produits. Mais il ne rend pas pour autant le produit stérile. Une faible activité de l'eau est aussi parfois un facteur accélérateur pour certaines réactions d'altération du produit, par exemple les réactions de Maillard (coloration, arôme) ou d'oxydation des lipides.

## II.11 MODES DE SECHAGE

Deux mécanismes peuvent être mis en œuvre pour évaporer l'eau d'un produit : l'ébullition ou l'entraînement. L'idée la plus simple consiste à porter le produit à la température

d'ébullition de l'eau, qui alors se vaporise. Mais pour obtenir une élimination poussée de l'eau sans altération excessive de la qualité des produits, on préfère bien souvent opérer à température plus basse en utilisant l'air comme gaz d'entraînement.

Quel que soit le mode de séchage, c'est la pression de vapeur d'eau dans le produit qui détermine les échanges entre l'air et le produit.

### II.11.1 Séchage par entraînement

Lorsqu'un produit humide est placé dans un courant de gaz (air le plus souvent) suffisamment chaud et sec, il s'établit un écart de température et de pression partielle tel que :

- le gaz apporte au produit une partie au moins de l'énergie nécessaire à la vaporisation,
- l'eau est évaporée sans ébullition sous l'effet du gradient de pression partielle d'eau. La vapeur d'eau est transférée par conduction et convection du produit dans le milieu ambiant et est ensuite entraînée par le gaz.

Le produit se met spontanément à une température telle que les transferts de chaleur permettent l'évaporation d'un débit d'eau égal à celui capable de traverser la couche limite (compte tenu de ce qu'une petite partie de la chaleur est utilisée à échauffer le produit).

Il est important de souligner que la température de surface du produit reste toujours inférieure ou égale à celle de l'air et donc nettement inférieure à la température d'ébullition de l'eau.

Dans le cas où toute l'énergie est apportée au produit par convection à partir de l'air chaud et où il n'y a pas de perte de chaleur, le séchage est dit « isenthalpique » : l'énergie nécessaire à la vaporisation est exactement celle apportée par l'air chaud. La température à laquelle se met le produit ne dépend que des caractéristiques de l'air et de l'activité de l'eau de la surface du produit [37].

### II.11.2 Séchage par ébullition

L'ébullition a lieu lorsque la température du produit est élevée (par conduction sur une surface chaude, par rayonnement, par de la vapeur d'eau surchauffée, par immersion dans de l'huile chaude) à une valeur telle que la pression de vapeur d'eau de ce produit est égale à la pression totale ambiante.

Il découle de cette définition que :

- la température d'ébullition dépend de la pression totale (plus basse sous vide qu'à pression atmosphérique) et de l'activité de l'eau du produit (augmente lorsque  $a_w$  diminue).

$$p_{\text{tot}} = a_w \times p_T \quad (2.7)$$

avec  $p_T$  : pression de vapeur saturante de l'eau pur à la température  $T$ .

- le gaz en contact avec la surface du produit est de la vapeur d'eau pure. Cette propriété permet de sécher des produits oxydables en l'absence d'oxygène de l'air ou d'éliminer un solvant volatil, combustible en présence d'air, par ébullition dans une enceinte fermée [37].

### II.11.3 Principe du séchage par air chaud

Le produit est caractérisé par sa géométrie (dimension caractéristique  $L$ , surface d'échange  $S$  pour sa masse  $m$ ), par sa teneur en eau moyenne  $\bar{X}$  (kg d'eau/kg de ms) et par sa température. Il est placé dans un air chaud  $A$  caractérisé par sa température  $T_a$  ( $T_a > T_{ps}$ ), son humidité relative  $\varphi_a$  supposée faible, et sa vitesse relative  $V_a$  par rapport au produit. On utilisera aussi la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air.

Le séchage résulte des échanges couplés de chaleur (enthalpie) et de matière (eau) entre l'air et le produit, qui se poursuivent tant que l'évaporation de l'eau maintient le produit un peu plus froid que l'air environnant, c'est-à-dire hors d'équilibre, selon la figure 2.1.

Dans le cas de séchage convectif, l'air chaud a donc deux rôles essentiels: apporter les calories nécessaires à l'évaporation de l'eau, et emporter la vapeur d'eau. L'humidité de l'air chaud est donc une propriété essentielle gouvernant le séchage ; l'activité de l'eau du produit et la température à laquelle est opérée la déshydratation sont également essentielles à la maîtrise des processus [50].

Selon Vasseur (2009) [36], l'expérience montre que, tant que le séchage progresse, la surface du produit reste à une température inférieure à celle de l'air environnant. Ce qui maintient un potentiel pour le transfert de chaleur de l'air vers le produit, et pour le transfert de matière du produit vers l'extérieur.

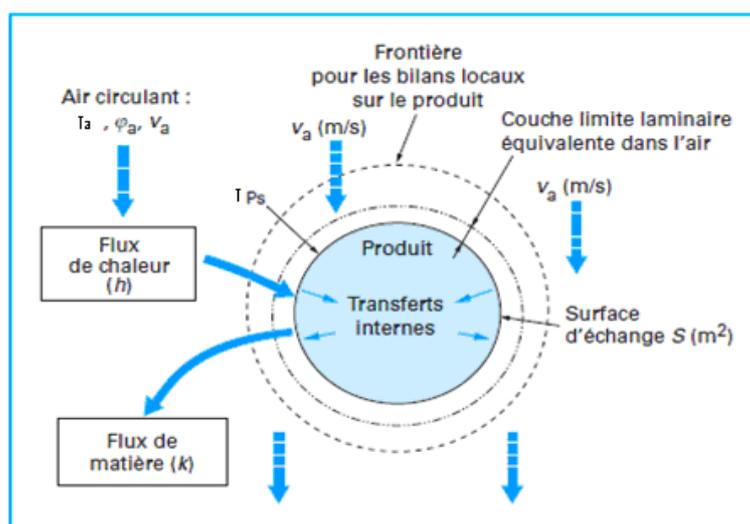


Figure 2.1 : Transferts convectifs couplés de chaleur et de matière entre l'air A et le produit P, à l'interface air/produit, à travers une couche limite laminaire équivalente dans l'air [36]

## II.12 TRANSFERTS ET PHENOMENES LIMITANTS

Les transferts couplés de chaleur et de matière (eau), soit externes (entre l'air et le produit), soit internes (dans le produit), fixent la vitesse de séchage, et donc la dimension du séchoir. Ils sont donc utiles à décrire, en complément des bilans de matière et de chaleur.

### II.12.1 Transferts de matière et de chaleur

#### II.12.1.1 Transfert interne de matière

L'eau migre de l'intérieur vers la surface du produit sous l'action de divers mécanismes qui peuvent se combiner. Il est généralement admis que le transport capillaire est l'un des mécanismes fondamentaux dans les produits poreux riches en eau [44 ; 51;52].

Dans les produits alimentaires, on préfère souvent attribuer le transport d'eau à une diffusion d'eau liquide sous l'effet du gradient de concentration. L'évolution de teneur en eau s'exprime en fonction du gradient de teneur en eau et d'une diffusivité globale qui regroupe les différents phénomènes de transport, dans une loi analogue à la seconde loi de Fick [53]:

$$\frac{\partial X}{\partial t} = D_e \cdot \nabla^2 X = D_e \left( \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 X}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 X}{\partial z^2} \right) \quad (2.8)$$

Avec  $D_e$  « diffusivité effective » (exprimée en  $m^2 \cdot s^{-1}$ ) qui, le plus souvent, varie avec la température et la teneur en eau du produit et est affectée par la rétraction de la matrice solide. Cette relation est souvent appliquée pour interpréter globalement les transferts de matière, tout en sachant qu'elle n'est pas correcte du point de vue phénoménologique. Dans les aliments,  $D_e$  varie entre  $10^{-12}$  et  $10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$  [36 ; 37]. Sa prédiction nécessite des données expérimentales et varie beaucoup d'un auteur à l'autre, selon le type d'expériences réalisées et la méthode d'estimation choisie.

#### II.12.1.2 Transfert interne de chaleur

La chaleur diffuse dans le produit sous l'effet du gradient de température. La loi de Fourier, qui caractérise la diffusion de chaleur dans un milieu immobile (ce qui oblige à négliger ici l'effet de la migration de l'eau, ou convection, sur ce transfert) s'écrit [36] :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = D_t \cdot \nabla^2 T = D_t \left( \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) \quad (2.9)$$

$$D_t = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p}$$

Où :

$$D_t: D_t = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \text{ coefficient de diffusion de chaleur (m}^2 \text{ s}^{-1}\text{),}$$

$\rho$  : masse volumique du matériau ( $\text{kg m}^{-3}$ ),

$c_p$  : capacité calorifique ( $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ ),

$\lambda$  : conductivité thermique ( $\text{W m}^{-1} \text{°C}^{-1}$ ),

$T$  : température ( $^{\circ}\text{C}$ ),

$t$  : temps (s).

Comme pour la diffusivité massique, la diffusivité thermique peut varier avec la température et surtout avec la teneur en eau dans le produit.

Beaucoup d'études ont été réalisées [54 ; 55 ; 56 ; 57 ; 58] afin de déterminer l'ensemble des propriétés thermo-physiques des produits alimentaires. À ce transfert par diffusion peut s'ajouter un transfert de chaleur par rayonnement infrarouge ou micro-onde [37].

### II.12.1.3 Transferts externes de chaleur et de matière et leur couplage

Au cours d'un séchage par « convection », les échanges entre l'air et la surface du produit se font par diffusion à travers la couche limite laminaire équivalente dans l'air, en surface du produit, ce qui s'exprime par deux coefficients de transfert convectifs,  $h$  ( $\text{W m}^{-2} \text{°C}^{-1}$ ) pour la chaleur, et  $k_m$  ( $\text{kg s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$  et par unité de concentration) pour la matière ou par rapport à l'écart de pression de vapeur d'eau (en Pa), en l'appelant  $k_p$  (en  $\text{kg s}^{-1} \text{m}^{-2} \text{Pa}^{-1}$ ) en supposant que les apports de chaleur par rayonnement et autres sont négligés [36].

Le transfert d'eau externe est lié à l'écart entre la pression de vapeur en surface, pour l'activité d'eau en surface  $a_{ws}$  et la température de surface du produit  $T_{ps}$ , et la pression partielle de l'eau dans l'air ( $p_{pa}$ ) qui est dépendante de sa teneur en eau, et indépendante de  $T_a$ .

En pratique dans un séchoir, l'air est le plus souvent en régime turbulent autour du produit, et la couche limite laminaire équivalente au voisinage immédiat du produit à une épaisseur très faible (de l'ordre du dixième de millimètre).

On note par un astérisque (\*) les valeurs de l'air  $A^*$  à l'interface air/produit, pour l'air  $A^*$ , et pour le produit en surface ( $T_{ps}$ ,  $a_{ws}$ ). La dernière couche d'air au contact du produit  $A^*$  peut être considérée comme immobile par rapport au produit, et en équilibre de température et d'humidité avec la surface du produit, ce qui se traduit par les relations suivantes (2.10), les égalités exprimant « l'équilibre thermodynamique local » :

$$T_{A^*} = T_{ps} = T_p$$

$$\varphi_{A^*} = a_{ws} \quad (2.10)$$

$$p_{v^*} = p_{vs} = a_{ws} \cdot p_0(T_{ps})$$

avec :

$T_{A^*}$ : température de l'air  $A^*$ , au contact avec le solide,

$\varphi_{A^*}$  : humidité relative de l'air  $A^*$ , au contact avec le solide,

$p_{v^*}$  : pression de vapeur d'eau à l'interface air/produit (qui est une pression partielle),

$T_p$ : température de surface du solide,

$a_{ws}$  : activité de l'eau en surface du produit, pour la teneur en eau et la température de surface,

$p_{vs}$  : pression de vapeur d'eau en surface du solide humide à  $T_{ps}$ ,

$p_0(T_{ps})$  : pression de vapeur saturante à la température  $T_{ps}$ .

La couche limite laminaire équivalente dans l'air intervient à la fois pour les transferts de chaleur et de matière, ce qui exprime un couplage entre les coefficients  $h$  et  $k_m$  mêmes si les deux effets ne sont pas strictement identiques. Les valeurs de  $h$  ou  $k_m$  permettent assez bien de prévoir les flux de chaleur tant que l'activité de l'eau en surface  $a_{ws} = 1$ , et que les flux sont pilotés par les transferts externes limitant. Mais, dès que l'activité de l'eau en surface du produit  $a_{ws}$  devient inférieure à 1, les valeurs de  $h$  et  $k_m$  ne permettent de prédire le flux de séchage que si on connaît par ailleurs l'activité de l'eau en surface.

Face à la difficulté de modéliser les profils internes au cours du séchage, il est souvent plus simple dans la pratique, de s'appuyer sur les cinétiques de séchage expérimentales [36].

### II.12.2 Phénomènes limitant

La vitesse à laquelle s'effectue le séchage est liée à l'allure des transferts internes et externes de matière et de chaleur [59 ; 60].

Le taux d'évaporation dépend des conditions de séchage telles que les caractéristiques de l'air et la concentration d'eau en surface. Au fur et à mesure que le séchage avance, l'eau en surface s'évapore et la surface devient légèrement sèche. Le transfert d'eau de l'intérieur vers la surface n'étant pas aussi rapide que l'évaporation, le séchage se trouve limité par le phénomène de transfert de matière [41].

C'est le mécanisme le plus lent qui constitue l'étape limitante et qui détermine la vitesse du procédé. Lors du séchage par entraînement d'un produit biologique, c'est le plus souvent le transfert interne de matière qui correspond au phénomène limitant. En cas d'un séchage par ébullition, c'est plutôt l'allure du transfert de chaleur qui limite la vitesse de séchage [37].

Le « retrait » est, dans le cas des produits biologiques, un phénomène physique intervenant dès les premières phases du séchage. En effet, la présence d'un gradient d'eau liquide induit un déséquilibre mécanique de pression au sein de la matière, y engendrant des contraintes qui mènent à son rétrécissement (écroulement) [61 ; 57 ; 58].

En plus des problèmes de perte de qualité organoleptique menant à des produits généralement durs et de mauvaise capacité de réhydratation, le phénomène de retrait engendre une diminution significative de la vitesse de séchage. Le phénomène, distinct de la diminution de l'activité de l'eau (qui est de nature thermodynamique) est de type cinétique, étroitement lié à la diminution de la diffusivité en raison de la diminution de porosité [44].

## II.13 CINÉTIQUES DE SÉCHAGE EXPÉRIMENTALES

### II.13.1 Expérimentation

Du fait de la variabilité et de la diversité des produits séchés, et de la grande incertitude sur les valeurs de la diffusivité effective  $D_e$  et la diffusivité thermique  $D_t$  exposée plus haut, une méthode utilisable par l'ingénieur pour concevoir un séchoir et prédire les transferts, est de caractériser directement le comportement du séchage d'un produit par des « courbes cinétiques de séchage » expérimentales, acquises en conditions externes constantes pour l'air, conditions maîtrisées et reproductibles.

L'expérience de base consiste à placer un échantillon représentatif du produit initial ( $X_0$ ,  $L$ , ...) dans un courant d'air à caractéristiques connues et constantes dans le temps (température de l'air  $T_a$ , humidité relative  $\varphi_a$ , vitesse de l'air  $V_a$ ). On enregistre l'évolution de la masse du produit au cours du temps  $m(t)$ , soit en continu, soit par des pesées à intervalles de temps réguliers. On parle ici de séchage en « couche mince », pour exprimer que l'air sortant de la couche de produit est à peine plus humide et plus froid qu'à l'entrée, de sorte que les conditions externes de séchage sont raisonnablement uniformes pour tout l'échantillon, et constantes dans le temps. Connaissant la teneur en eau initiale  $X_0$  du produit, la mesure de sa variation de masse  $m(t)$  permet de calculer à tout moment sa teneur en eau  $X(t)$  relative aux conditions externes connues.

### II.13.2 Périodes de séchage en conditions externes constantes

Une première transformation consiste à tirer de la courbe expérimentale masse de l'échantillon en fonction du temps  $m=f(t)$ , la fonction  $X=f(t)$ , qui a l'avantage sur la précédente d'être indépendante de la masse de l'échantillon utilisé pendant l'essai.

D'autre part, la courbe  $X=f(t)$  est encore modifiée par la teneur en eau initiale  $X_0$  du produit. C'est pourquoi, pour comparer des courbes entre elles, on préfère utiliser la forme suivante,  $dX/dt= f(X)$ , appelée courbe de Krisher, ou seule la partie initiale de la courbe (à droite de la figure 2.3) va varier avec  $X_0$  (soit  $X_{0A}$  ou  $X_{0B}$ ).

Les courbes de Krisher [62] ont l'avantage sur les modèles de diffusion interne, d'inclure de façon réaliste l'ensemble des phénomènes accompagnant le séchage en période 1 et 2 : baisse de l'activité de l'eau en surface, mais aussi déformation et/ou rétrécissement du produit qui change la surface d'échange  $S$  ( $m^2$ ), transport de solutés et/ou croutage en surface, etc.

Les courbes observées permettent classiquement de distinguer trois périodes (0, 1 et 2), dans le contexte de conditions constantes d'air externe au produit. Ces périodes sont :

#### 1°/ Période 0 ou période de mise en température du produit

Quand le produit est introduit dans le séchoir, il est souvent « froid », d'où une faible valeur de la pression de vapeur d'eau en surface, et un faible débit évaporatoire initial. Mais au contact de l'air chaud, l'écart de température entre l'air et le produit étant élevé, l'apport d'énergie thermique est important, et la chaleur apportée par l'air chauffe le produit, ce qui accroît rapidement la pression de vapeur d'eau en surface. Le flux de séchage augmente donc, jusqu'à ce que les bilans matière/énergie s'équilibrent, ce qui définit le début de la période 1.

Si, au contraire, le produit arrive trop chaud par rapport à la situation de la période 1 décrite ci-après, l'écart de température avec l'air est faible mais la pression de vapeur d'eau en surface est élevée. Le produit commence par se refroidir en séchant, à cause du déficit d'apport énergétique, puis rejoint le même régime stationnaire de la période 1 [36].

Cette période disparaît pratiquement lorsque le produit se présente sous forme de particules ou de feuilles [46 ; 46].

#### 2°/ Période 1 ou période à vitesse de séchage constante

Elle correspond à l'évaporation superficielle de l'eau libre. L'activité de l'eau à la surface du produit reste proche de 1 [37].

Durant cette phase la surface du solide est saturée en eau. Il s'y forme une couche limite de gaz où la pression de vapeur d'eau est quasi égale à celle de l'eau pure dans les mêmes conditions de température et de pression [46]. La température superficielle du solide reste

constante durant toute cette phase et tend vers la température de saturation adiabatique du gaz de séchage qui est égale à la température humide du fluide de séchage.

La vitesse de séchage est équivalente à celle qui est observée dans les mêmes conditions à partir d'une nappe de liquide seul. Cette vitesse est déterminée par la vitesse de diffusion de la vapeur au travers du film laminaire gazeux à la surface du solide qui est égale à l'apport de chaleur à la surface, donc par les phénomènes de transfert de chaleur et de matière à l'extérieur du solide [51].

Le flux de séchage est contrôlé par les transferts externes et la vitesse de séchage est dite « élevée », c'est-à-dire plus élevée qu'en période 2 qui suit, dite ralentie. En fait, cette vitesse ne reste constante que si la surface d'échange reste constante, sans rétrécissement.

Si le produit rétrécit en séchant, la vitesse de séchage n'est plus exactement constante. C'est pourquoi il faut plutôt parler d'une période à température constante et d'allure élevée. Si cette période dure assez longtemps, on peut considérer que tout le produit se met à température uniforme [36].

Différents paramètres influent donc sur la durée de la phase de séchage à vitesse constante.

Parmi les facteurs accélérant la vitesse de séchage on peut citer [45]:

- diminution de la pression de vapeur de l'eau dans l'air en d'autre terme baisse du taux d'humidité de l'air de séchage,
- augmentation des coefficients de transfert de masse représentés par l'évaporation de l'eau et de chaleur thermique dirigé en sens inverse par augmentation de la vitesse de l'air dans le séchoir,
- accroissement de la surface d'échange et cela peut être obtenu en divisant le plus possible le produit à traiter avec des limites afin d'éviter l'entraînement des petites particules par l'air de séchage,
- élévation de la température du gaz de séchage.

Durant cette phase de séchage, l'humidité moyenne du solide décroît linéairement jusqu'à une humidité du solide appelée « humidité critique  $X_{cr}$  ». L'humidité critique dépend de la nature du solide, de sa structure, de sa forme mais aussi de la vitesse de séchage à allure constante. Elle augmente généralement avec l'épaisseur du matériau et avec la vitesse de séchage. L'augmentation de l'humidité critique avec la vitesse de séchage en phase 1 est toutefois peu importante [63].

Les matériaux macroporeux, dans lesquels le mouvement du liquide s'effectue par capillarité, présentent de longues périodes à allure constante, l'humidité critique se situant à un niveau

relativement bas. Par contre, les solides homogènes ou microporeux présenteront des périodes à allure constante relativement courte ou inexistante, leur humidité critique étant assez élevée. Pour ces derniers matériaux, la déshydratation se situera pratiquement entièrement dans la zone de ralentissement (phase 2).

### 3°/ Période 2 ou période à vitesse de séchage décroissante

La période 2 correspond au moment où l'activité de l'eau en surface du produit devient inférieure à 1 et continue de décroître, de sorte que la pression de vapeur d'eau en surface du produit diminue, même si simultanément la température du produit augmente lentement, ce qui ralentit la décroissance de pression de vapeur en surface en augmentant la pression de vapeur en équilibre.

A partir de l'humidité critique, d'autres phénomènes vont limiter l'allure de séchage. Le débit de liquide venant de l'intérieur du solide devient insuffisant pour mouiller complètement la surface du matériau. La résistance au transfert de matière se déplace vers l'intérieur du matériau. C'est le début de la phase à allure ralentie qui est généralement constituée de deux périodes. Suivant le type de matériaux séchés, une des deux périodes de séchage à vitesse décroissante peut être prépondérante par rapport à l'autre.

La surface initialement saturée complètement devient de moins en moins alimentée en liquide car les pores larges commencent à se vider au profit des plus petits par suite du phénomène de capillarité.

Des portions de surface sèche apparaissent dans le film gazeux, réduisant la vitesse de séchage par unité de surface totale. La vitesse de séchage sur la portion de surface humide reste pratiquement la même que pendant la période à allure constante, mais la surface effectivement mouillée décroît avec l'humidité. Cette période est longue pour les matériaux macroporeux mais pratiquement inexistante pour les matériaux microporeux ou homogènes.

Le résultat est un ralentissement simultané des transferts de matière, car l'écart entre la pression de vapeur en surface et la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air ( $p_{vs} - p_{pa}$ ) diminue, et des transferts de chaleur, car l'écart de température du produit et l'air ( $T_a - T_p$ ) diminue. En période 2, ce sont les transferts internes d'eau du centre du produit vers la surface qui deviennent limitant et non les transferts externes, comme en période 1.

Si la température du produit augmente progressivement à partir de sa surface, généralement supposée assez uniforme dans le produit, dès lors que ce sont les transferts internes de matière qui sont limitant. A contrario, la figure 2.2 montre un certain écart, en période 2, entre les

températures de surface et du centre, en les négligeant devant l'élévation de température de l'ensemble du produit.

La température de la surface augmente et la chaleur est fournie essentiellement par conductibilité au travers du solide sec jusqu'au front d'évaporation (lieu où se déroule l'évaporation à l'intérieur du solide). L'humidité doit donc être évaporée *in situ* et la vapeur d'eau doit diffuser dans les pores vers l'extérieur. La vitesse de séchage diminue fortement et est limitée par la diffusion interne de la vapeur.

Lorsque le séchage progresse, le front d'évaporation se retire de plus en plus et les chemins de diffusion thermique et massique s'allongent. Finalement, la vitesse de séchage s'annule lorsque l'humidité d'équilibre  $X_{eq}$  est atteinte. Cette humidité résiduelle se trouve confinée dans les plus fins pores du solide ou adsorbée sur les surfaces internes. La température du matériau est quasi égale à celle de l'agent de séchage [49].

La valeur de  $X_{eq}$  ou  $X_{lim}$  pourrait se déduire de l'isotherme de désorption à la température finale commune à l'air et au produit ( $T_a = T_p$ ).

La description de cette fin de séchage reste intéressante pour prédire la durée de séchage, qui fixe la taille du séchoir, et donc l'investissement.

Donc le fait que les résistances externes soient généralement négligeables devant la résistance interne au transfert de matière dans le produit, fait qu'augmenter la vitesse  $V_a$  de l'air a peu d'effet positif pour augmenter le flux. Mais augmenter la température d'air garde par contre son efficacité pour augmenter le flux de séchage en période 2. Ceci en augmentant la température du produit en surface pression de vapeur en équilibre et le coefficient de diffusion effective ( $T_p$ ,  $p_0$  et  $D_e$ ). Sauf cas éventuel de croulage, qui pourrait contrer l'effet d'augmenter température de l'air. Cependant, elle est aussi limitée par les risques de perte de qualité du produit (coloration, et/ou fissuration, et/ou croûtage) ou les risques d'inflammation etc. [36].

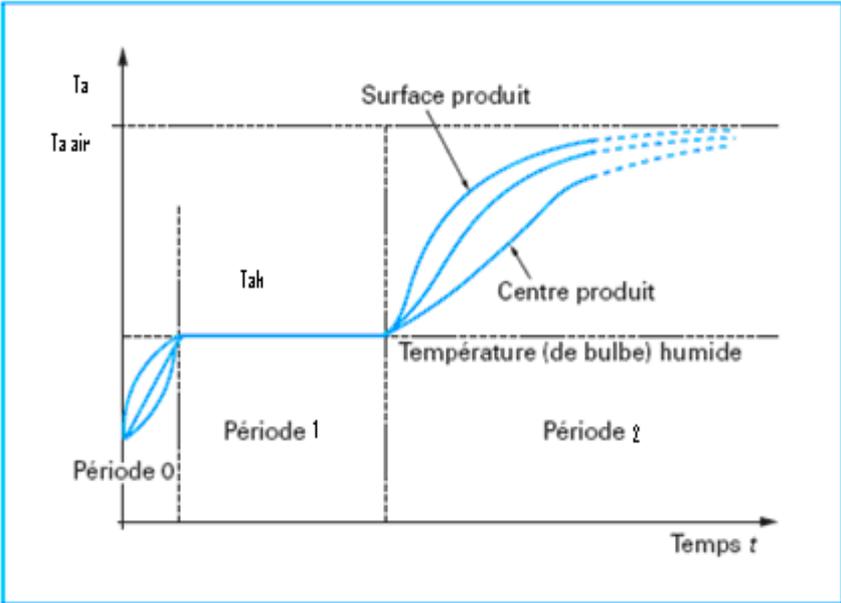


Figure 2.2 : Evolution des températures dans le produit au cours d'un séchage par entrainement pendant les trois périodes [36]

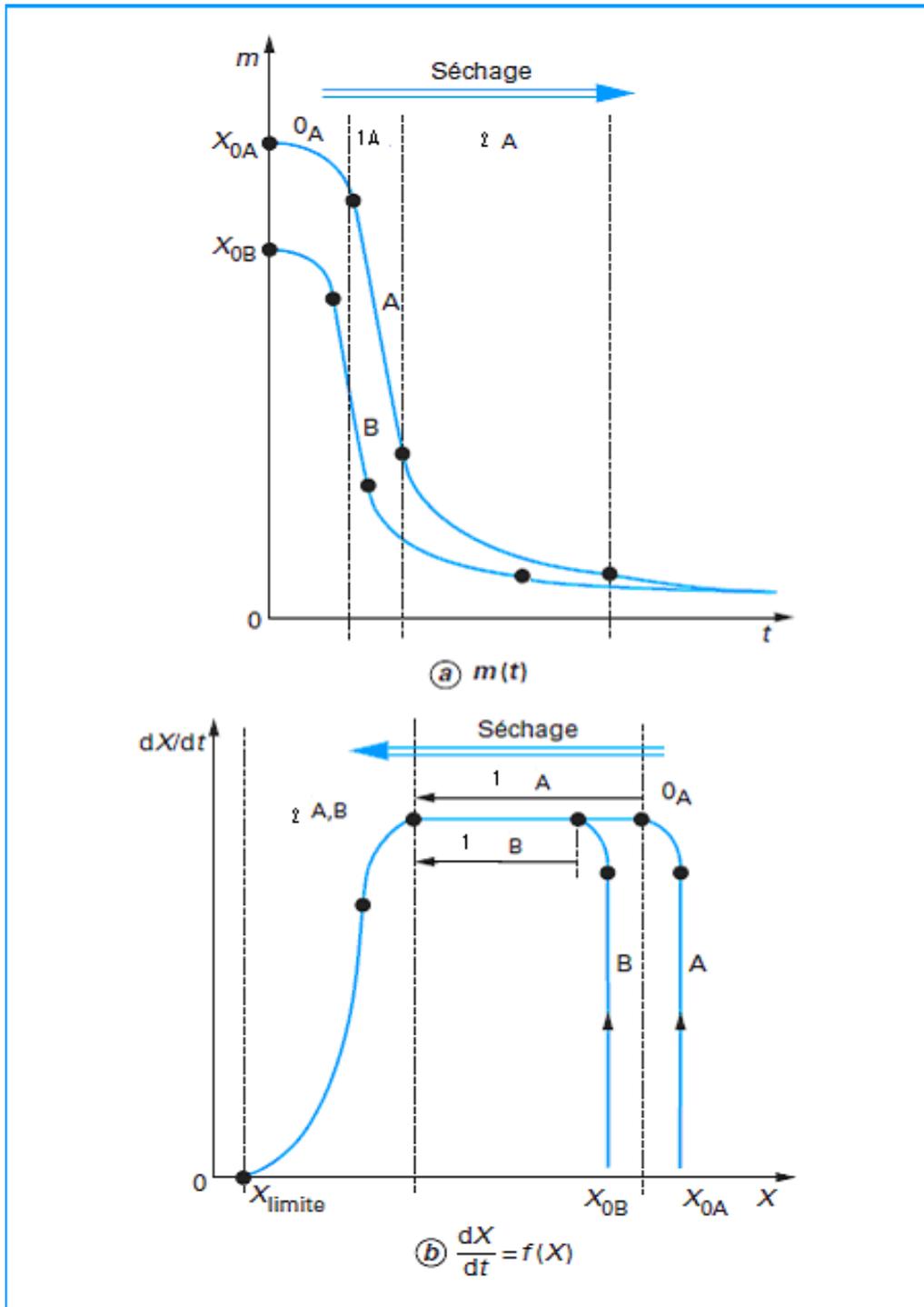


Figure 2.3 : Courbes de séchage pour deux teneurs en eau initiales ( $X_{0A}$  et  $X_{0B}$ ) [36] :

a)  $X=f(t)$  et b)  $dX/dt=f(X)$

## II.14 MODELISATION MATHEMATIQUE DES TRANSFERTS LORS DU SECHAGE

La modélisation des transferts couplés de chaleur et de masse dans les milieux poreux a été largement discutée dans la littérature. Les premiers travaux datent de 1921 avec les publications de Lewis en 1921 [64] traitant aussi bien les échanges thermiques et massiques lors de l'évaporation que de la signification du mécanisme de transfert de l'eau à l'intérieur du produit. Il décrit le séchage comme étant la conjugaison de deux processus, l'évaporation de l'humidité à la surface du matériau poreux et la diffusion de l'humidité de l'intérieur du solide vers la surface.

Beaucoup de travaux ont été publiés montrant que la représentation des systèmes d'équations par des modèles mathématiques est difficile à cause de la complexité de ces équations. En effet, ces modèles font souvent intervenir des coefficients qui ne sont pas connus et qui nécessitent le recours à des mesures expérimentales souvent délicates. Par ailleurs, ces modèles compliqués exigent une solution numérique des équations différentielles non linéaires qui n'est pas possible sans des calculateurs de grandes capacités.

D'autres modèles plus simples à mettre en œuvre grâce à des hypothèses simplificatrices ont été utilisés par d'autres auteurs. Ces modèles ne permettent pas malheureusement d'éclaircir les phénomènes de transfert à l'intérieur des produits à sécher [65].

La complexité des phénomènes mis en jeu pendant la phase de séchage à vitesse décroissante a conduit à l'élaboration de nombreuses théories et de formules empiriques pour tenter de prédire les courbes de séchage pendant la phase décroissante de séchage.

Les modèles empiriques sont basés sur l'expérimentation pour la détermination des paramètres de séchage. Toutefois, l'utilisation de ces modèles est limitée car chacun d'eux est spécifique au type de produit ainsi aux conditions expérimentales de son séchage. Les modèles ne sont donc pas extrapolables au-delà des limites de l'expérience [66].

Les premiers modèles mathématiques développés tentent de modéliser le séchage en ne considérant qu'un seul mécanisme de transfert de l'humidité, la contribution thermique étant le plus souvent négligée.

Les modèles simples ont une application réduite, essentiellement applicables aux conditions de séchage qui ont permis leur développement. Par la suite les transferts de chaleur seront pris en compte et les modèles mathématiques se complexifieront et tenteront de tenir compte de l'ensemble des mécanismes de transferts de chaleur et de masse mis en jeu durant l'opération de séchage. On peut citer le modèle de Krischer, le modèle de Luikov et le modèle avec

rétrécissement du solide ou évolution de la zone d'évaporation. Nous présentons ci-dessous quelques modèles mathématiques simples.

### II.14.1 Migration de l'eau par diffusion liquide

La diffusion d'une espèce provoquée par le gradient de concentration et la diffusion de la chaleur sous gradient de température sont qualifiées de diffusion ordinaire [67] :

Dans certains produits microporeux, les dimensions des pores sont comparables au libre parcours moyen des molécules de la phase gaz. Lors du déplacement des molécules, les collisions entre les molécules de gaz et les parois solides ont autant de chances de se produire que les collisions entre molécules. Par rapport à la diffusion ordinaire dans un macropore, le transfert d'espèces est ralenti et l'on parle dans ce cas de diffusion de Knudsen. À pression atmosphérique, l'effet des parois sur la diffusion de gaz est tout à fait négligeable pour des dimensions des pores supérieures à 0.1 mm.

L'appareil mathématique de la diffusion au sens large (au sens du milieu continu équivalent) est fondé sur celui de la diffusion ordinaire constitué par les lois de Fick pour le mouvement d'espèces et de Fourier pour le transfert de chaleur. Ces lois sont à la base de la théorie d'opérations unitaires fondamentales telles que le séchage, l'extraction, le conditionnement thermique [67].

Loi de Fick a été à l'origine écrite pour un mélange gazeux à deux constituants (diffusion binaire), puis généralisée aux mélanges fluides macroscopiquement homogènes à plusieurs constituants (solutions liquides, émulsions fines, suspensions colloïdales, mélanges gazeux).

La commodité de l'expression de la loi de Fick a conduit à l'appliquer à des milieux non assimilables à des mélanges fluides homogènes, comme les milieux poreux solides, les suspensions macromoléculaires, etc. [67].

Le passage au milieu continu équivalent implique parfois le regroupement dans un même terme de diffusion des flux correspondant à plusieurs mécanismes de transfert différents à l'échelle du pore. Pour l'eau liquide, il s'agit de la migration en phase adsorbée et de la migration capillaire ; pour la vapeur d'eau il s'agit de la diffusion ordinaire en mélange avec d'autres gaz, de la diffusion de Knudsen, de l'évapo-condensation [67].

La loi de Fick qui énonce que le flux de matière est proportionnelle au gradient de concentration en eau :

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \nabla (D_e \nabla X) \quad (2.11)$$

avec

$X$  : humidité absolue du solide ( $\text{kg d'eau kg}^{-1}$  de ms),

$D_e$  : coefficient de diffusion effective ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),

$t$  : temps (s).

Le coefficient de diffusion est ici un coefficient empirique représentant la « diffusivité effective ». Il englobe l'effet des phénomènes pouvant intervenir sur la migration de l'eau (comme la géométrie du solide et la composition du milieu) dont l'analyse est difficilement réalisable. Sa valeur est souvent obtenue par ajustement de courbes expérimentales. Ce modèle simple se base sur les hypothèses suivantes :

- le produit est homogène, il a une forme régulière et symétrique (une sphère par exemple),
- la force motrice est le gradient d'humidité dans la particule,
- la surface du produit est considérée à tout moment en équilibre avec l'air de séchage,
- la teneur en eau d'équilibre du produit avec l'air se déduit d'une courbe de sorption du produit,
- le coefficient de diffusion est considéré comme constant.

En 1931, Newman [68] et Sherwood [69] ont été les premiers à avoir utilisé les modèles diffusifs dans le cas monodimensionnel. En supposant la diffusivité massique constante, l'équation (2.11) devient :

$$\frac{\partial X}{\partial t} = D_e \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} \quad (2.12)$$

Ce modèle a été très utilisé et a subi au cours du temps quelques modifications par d'autres chercheurs tels que Crank (1958), Pabis et Henderson (1961), etc.

L'utilisation excessive de ce modèle s'explique plus pour sa forme mathématique accessible que pour ses capacités de description des phénomènes physiques.

### II.14.2 Théorie capillaire

Ceaglske et Hougen [70] optent pour la théorie de la capillarité comme mécanisme principal de migration de l'eau en séchage de matériaux granulaires. Dans cette théorie, le flux d'humidité est déterminé par forces capillaires et non pas par un gradient de concentration en humidité. Le flux peut donc être dirigé dans le sens de l'augmentation de concentration [41].

Le flux liquide dans la théorie capillaire est donné par :

$$J_c = -K_h \bar{\nabla} \psi \quad (2.13)$$

avec

$J_c$  : flux liquide dû à la capillarité ( $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$ ),

$K_h$  : conductivité hydraulique insaturée ( $\text{m s}^{-1}$ ),

$\psi$  : potentiel capillaire ou succion ( $\text{kg m}^{-2}$ ).

Dans des conditions isothermes, le potentiel capillaire est proportionnel à la concentration de liquide dans le solide. Le gradient de cette concentration est alors la force motrice principale. Le flux capillaire a été identifié comme un des mécanismes fondamentaux de migration de l'eau pendant le séchage de solide dont les pores sont inférieurs à  $1 \mu\text{m}$ , principalement pour la période de séchage à teneur en eau élevée.

### II.14.3 Théorie de l'évaporation-condensation

Henry (1939) [71] a développé la théorie de l'évaporation-condensation en prenant en compte simultanément la diffusion de chaleur et de masse. Il suppose que les pores sont un réseau continu d'espaces inclus dans le solide et que la quantité de vapeur dans le solide varie linéairement avec la concentration de vapeur et la température.

$$\text{- Diffusion de masse} \quad : \quad D_e \nabla^2 \rho_d - \frac{\partial \rho_d}{\partial t} = m_p \frac{\partial X}{\partial t} \quad (2.14)$$

$$\text{- Diffusion de chaleur} \quad : \quad D_t \nabla^2 T - \frac{\partial T}{\partial t} = c_T \frac{\partial X}{\partial t} \quad (2.15)$$

$$\text{- Equations d'équilibre} \quad \frac{\partial X}{\partial \rho_d} = a_1 \quad \text{et} \quad \frac{\partial X}{\partial T} = a_2$$

La vapeur dans les pores est supposée en équilibre avec la vapeur adsorbée sur les parois.

Où

$D_e$  : coefficient de diffusion moléculaire ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),

$\rho_d$  : concentration de la substance diffusante dans le solide ( $\text{kg m}^{-3}$ ),

$m_p$  : masse de solide contenant l'unité de pore ( $\text{kg m}^{-3}$ ),  $m_p = \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \rho_{\text{sol}}$

$\varepsilon$  : porosité,

$D_t$  : coefficient de diffusion de chaleur ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),

$T$  : température (K),

$c_T$  : constante concernant l'augmentation de température produite lorsque le solide adsorbe l'humidité (K),

$X$  : masse de substance diffusante dans le solide ( $\text{kg kg}^{-1}$ ),

$a_1, a_2$  : constantes.

Harmathy [72] affine le modèle de Henry en développant une théorie pour le transfert simultané de masse et de chaleur d'un système poreux à l'état pendulaire. Sur le plan macroscopique le système est quasi un système à une seule phase. Suite à ses expérimentations sur des briques d'argile, il conclut que le mécanisme de flux capillaire n'est pas le seul présent au commencement de la période à vitesse décroissante : le transfert de vapeur par diffusion est lui aussi présent.

#### II.14.4 Diffusion de vapeur

Ce modèle suppose que le mécanisme prédominant de transfert interne d'humidité est la diffusion interne de vapeur.

King (1968) [73] étudie la désorption de l'eau dans les produits alimentaires poreux. Il établit un modèle mathématique basé sur la supposition que le transfert de masse à l'intérieur du solide se produit principalement dans la phase vapeur. Le transfert de chaleur est considéré parallèlement au transfert de masse. A tout moment, l'humidité en phase condensée est plus grande qu'en phase vapeur et donc, le transfert d'humidité se fait par diffusion au travers de la phase vapeur. La relation entre l'humidité de sorption et la pression de vapeur partielle dans la phase gazeuse est décrite par une isotherme de désorption. L'équation exprimant la vitesse de changement du contenu en humidité d'un matériau poreux hygroscopique est, selon King, de la forme :

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} (D_e \frac{\partial X}{\partial x}) \quad (2.16)$$

où

$$D_e = \frac{D_{\text{vap}} P_{\text{vsat}}}{RT \rho_{\text{sol}}} \cdot \frac{\partial T}{\rho_T \rho_w} \left( \frac{\partial a_w}{\partial x} \right)_T \left( \frac{\alpha}{1 + \alpha} \right) \quad (2.17)$$

$$\alpha = \frac{\lambda R^2 T^2}{q_s^2 D_{\text{vap}} a_w P_s^2} \quad (2.18)$$

$X$  : teneur en eau du solide ( $\text{kg d'eau kg}^{-1}$  de solide sec),

$D_e$  : diffusivité effective ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),

$t$  : temps (s),

$x$  : distance (m),

$D_{\text{vap}}$  : coefficient de diffusion de la vapeur d'eau ( $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ),

$p_{\text{vsat}}$  : pression partielle de la vapeur d'eau à saturation (Pa),

$\rho_{\text{sol}}$  : masse volumique du solide sec ( $\text{kg m}^{-3}$ ),

$R$  : constante des gaz parfaits ( $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ ),

$T$  : température (K),

$P_T$  : pression totale (Pa),

$P_w$  : pression partielle de vapeur de l'eau (Pa),

$a_w$  : activité en eau (-),

$\lambda$  : conductivité thermique ( $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ ),

$q_s$  : chaleur de sorption ( $\text{J kg}^{-1}$ ).

### II.14.5 Concept de la courbe caractéristique de séchage

Le concept de la courbe caractéristique de séchage, noté C.C.S., a été mis au point par Van Meel en 1958 [74]. L'objectif consiste à modéliser la vitesse de séchage. Il s'agit en quelque sorte d'examiner si, en dépit de la complexité des phénomènes au niveau microscopique (c'est-à-dire dans les pores du milieu), il est possible d'obtenir au niveau macroscopique une certaine simplicité d'interprétation des résultats expérimentaux [75 ; 76 ; 77].

La démarche consiste à normer les teneurs en eau moyennes et les vitesses de séchage pour obtenir une courbe unique pour un produit donné, de dimensions déterminées et indépendamment des conditions aérothermiques (vitesse, température et hygrométrie de l'air de séchage) [78 ; 79]. Cette notion de courbe a été reprise notamment par Van Brakel en 1980 [79 ; 80].

L'application du concept de la courbe caractéristique de séchage impose d'utiliser certaines corrélations de la forme :

- la teneur en eau normée ou réduite  $X^*$  exprimée par la relation suivante :

$$X^* = \frac{X(t) - X_{\text{eq}}}{X_{\text{cri}} - X_{\text{eq}}} \quad (2.19)$$

avec :

$X$  : la teneur en eau moyenne du produit (kg eau/kg ms),

$X_{\text{eq}}$  : la teneur en eau d'équilibre thermodynamique déterminée par les isothermes de sorption,

$X_{cr}$  : la teneur en eau critique marquant la transition entre la phase de séchage à vitesse constante (phase 1) et celle à vitesse décroissante (phase2).

- la vitesse de séchage  $(\frac{-dX}{dt})$  normée ou réduite par la vitesse de la première phase

$\left[ \frac{-dX}{dt} \right]_0 = \text{cst}$  , qui peut être mesurée sur la courbe expérimentale  $(\frac{-dX}{dt}) = f(X)$  ce qui

permet d'écrire :

$$V_{s^*} = \frac{\frac{-dX}{dt}}{\left[ \frac{-dX}{dt} \right]_0} \quad (2.20)$$

Dans un domaine raisonnable de conditions expérimentales (température, vitesse, humidité du fluide séchant, nature et épaisseur du produit à sécher), l'expression mathématique arbitrairement imposé à la fonction est :

$$f(X^*) = aX^{*n} + bX^{*n-1} + \dots + cX^{*n} \quad (2.21)$$

Elle est sensiblement unique et doit vérifier les propriétés suivantes [2] :

$$\left\{ \begin{array}{l} X^* = 0 \Rightarrow f(X^*) = 1 \\ 0 < X^* < 1 \Rightarrow 0 < f(X^*) \leq 1 \\ X^* \geq 1 \Rightarrow f(X^*) = 1 \end{array} \right. \quad (2.22)$$

Ainsi, la détermination de la courbe caractéristique de séchage revient à tracer la fonction  $f(X^*)$  pour les différentes cinétiques expérimentales de séchage. Ce tracé exige la connaissance des paramètres tels que :  $X_{eq}$  ;  $X_{cr}$  et  $\left[ \frac{-dX}{dt} \right]_0$  .

Notons que cette méthode est une approche semi-empirique fondée sur une analyse simplifiée du procédé. Elle n'interprète pas les différents mécanismes par des équations phénoménologiques, mais s'appuie sur les résultats expérimentaux en les présentant sous une forme facilement exploitable.

# Partie expérimentale

Chapitre III:

Matériel et méthodes

## CHAPITRE III : MATERIEL ET METHODES

### Introduction

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'approche macroscopique de l'évolution de la cinétique de séchage du grignon d'olive dans des conditions opératoires maîtrisées à l'aide d'un séchoir de type tunnel fonctionnant en convection forcée.

Les différents essais expérimentaux consistent à analyser l'influence séparée des diverses conditions de l'air asséchant (température et vitesse) et des paramètres inhérents au grignon d'olive (granulométrie et épaisseur de la couche du grignon) sur la cinétique de séchage du grignon d'olive. L'effet de ces paramètres sur le coefficient de diffusion effectif et l'énergie d'activation a été aussi examiné.

Les courbes expérimentales de séchage obtenues sont par la suite approchées par dix modèles mathématiques existants dans la littérature.

### III.1 MATERIEL VEGETAL

#### III.1.1 Prélèvement des échantillons

Pour notre étude nous avons utilisé deux types d'échantillons de grignon d'olive, notés GO1 et GO2, provenant d'olives de la variété Chemlal.

Le grignon d'olive 1 est issu d'une huilerie moderne à chaîne continue fonctionnant à trois phases sise à Ighzer Amokrane dans la wilaya de Bejaïa. Par-contre, le grignon d'olive 2 provient d'une huilerie traditionnelle à presse située à 4 km au nord de la ville de Tizi-Ouzou. Après prélèvement, les échantillons ont été bien homogénéisés puis conditionnés dans des sachets de 100 g et conservés dans un congélateur pour maintenir leur taux d'humidité initiale et éviter leur dégradation.

Notons que l'échantillon 1 est le principal grignon sur lequel porte notre étude.

#### III.1.2 Caractérisation du grignon d'olive

Avant la réalisation des expériences de séchage nous avons procédé à la caractérisation des échantillons. Les paramètres examinés sont : masse volumique, rendement en huile, granulométrie, humidité initiale et visualisation à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB) de la morphologie du grignon d'olive.

### 1°/ Détermination de la granulométrie

L'analyse granulométrique de nos échantillons est déterminée par passage d'une prise d'essai de 100 g de grignon séché à travers une série de tamis dont les diamètres des mailles est de 4 ; 3.15 ; 2 ; 1.6 ; 1.25 ; 1 ; 0.8 ; 0.63 et 0.5 mm. Le tamisage est réalisé suivant l'ordre décroissant et suivi de la pesée de la fraction tamisée sur une balance de précision ( $\pm 0,01$ g).

Le diamètre moyen est défini par la formule ci-dessous :

$$d_m = \frac{\sum_{i=1}^n m_i}{\sum_{i=1}^n \frac{m_i}{\Phi_i}} \quad (3.1)$$

avec

$m_i$ : fraction massique de produit recueilli,

$\Phi_i$  : diamètre moyen de deux diamètres de maille consécutives.

### 2°/ Détermination de la teneur en eau

La teneur en eau des échantillons est le paramètre le plus important pour notre étude. Elle est déterminée dans tous les cas selon la norme NF V 03-921 [81].

Une prise d'essai de 10 g de grignon est séchée dans une étuve portée à la température de  $103 \pm 1^\circ\text{C}$  jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

La teneur en eau de l'échantillon est calculée par rapport à la matière humide du grignon d'olive. Elle est donnée par la formule suivante :

$$W (\%) = \frac{m_h - m_s}{m_h} 100 \quad (3.2)$$

avec

$m_h$  : masse humide du grignon avant séchage (g),

$m_s$  : masse sèche du grignon après séchage (g).

### 3°/ Détermination de la masse volumique

La méthode consiste à verser dans une éprouvette graduée un volume d'eau distillé. On ajoute ensuite une masse donnée de grignon d'olive. Quelques instants après, on note le volume final du mélange.

La masse volumique du grignon  $\rho$  (g /ml) est calculée selon l'équation :

$$\rho = \frac{m}{v_2 - v_1} \quad (3.3)$$

avec

$m$ : masse du grignon d'olive séché (g),

$v_1$ : volume d'eau distillée (ml),

$v_2$ : volume final du mélange (eau +grignon) (ml).

#### 4°/ Détermination de la teneur en huile

La teneur en huile des échantillons du grignon est déterminé selon la norme française homologuée NF V 03-924 [82]. L'extraction épuisante est réalisée dans l'extracteur de Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant. L'appareillage comprend : un ballon de 250 ml, une cartouche d'extraction, un extracteur, un réfrigérant et un bain de sable.

La cartouche contenant 30 g d'échantillon est placée dans l'extracteur. Ce dernier est relié à un ballon de 250 ml contenant une certaine quantité de solvant et chauffé dans un bain de sable. Le solvant se vaporise puis se condense dans le réfrigérant. Il remplira ensuite l'extracteur jusqu'à un certain niveau puis s'écoule dans le ballon par siphonage. C'est cette étape qui permet l'extraction de l'huile. Au fur et à mesure que le processus d'extraction progresse la solution contenue dans le ballon s'enrichit en huile.

Pour séparer l'huile du solvant, on procède par distillation dans un évaporateur rotatif. Les dernières traces de solvant sont éliminées en plaçant le ballon contenant l'huile extraite dans une étuve portée à la température de  $103 \pm 1^\circ\text{C}$ . Le ballon contenant l'extrait est ensuite pesé.

La teneur en huile du grignon ( $\rho^*$ ) est calculée selon l'équation :

$$\rho^* (\%) = \frac{m_h}{m_g} \cdot 100 \quad (3.4)$$

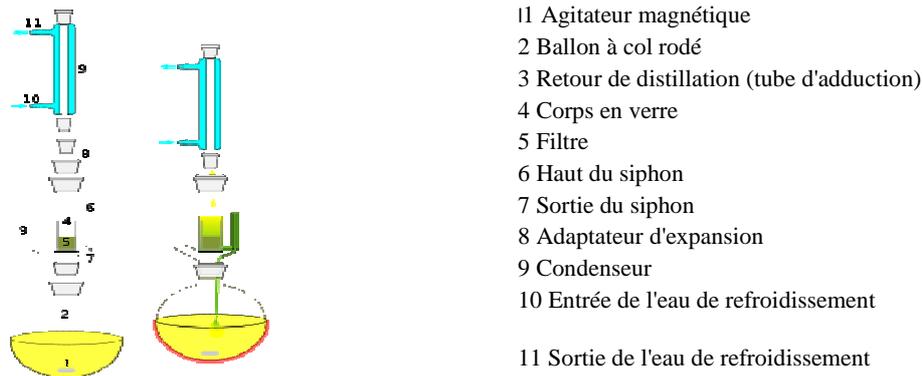
avec

$m_h$  : masse de l'huile extraite (g),

$m_g$  : masse de la matière sèche (g).

#### 5°/ Morphologie du grignon d'olive

Afin d'avoir un aperçu sur la morphologie des particules composant les échantillons de grignon d'olive GO1 et GO2, nous avons fait une visualisation au microscope électronique à balayage de type ESEM XL30 marque Philips (Germany) à filament de tungstène au niveau du laboratoire de l'université de Tizi-Ouzou.



**Figure 3.1: Représentation schématique d'un extracteur de Soxhlet**

## III.2 SECHAGE CONVECTIF DU GRIGNON D'OLIVE

### III.2.1 Appareillage

L'appareillage de séchage par convection forcée de couches minces de grignon d'olive utilisé dans cette étude est présenté par la figure 3.1. Ce dispositif expérimental a été conçu au niveau du laboratoire et permet le séchage à l'air chaud en couche mince dont la prise de pesé se fait en continue. Il est composé des éléments suivants :

- un séchoir à lit fluidisé de marque Retsh (Germany), qui permet de fournir de l'air asséchant dans des conditions aérothermiques contrôlables,
- un tube en PVC (chlorure de polyvinyle) calorifugé formant le tunnel de 1m de longueur et un diamètre intérieur de 16 cm,
- une balance électronique de précision ( $\pm 0.01g$ ) de marque Scout Proohaus (Chine). Elle est surmontée d'un support qui porte les boîtes de Pétri contenant l'échantillon,
- des boîtes de Pétri en verre de différentes épaisseurs (6, 9 et 12 mm) et de diamètre de 90 mm,
- un anémomètre de marque « Extech » (Chine) servant à mesurer la vitesse de l'air asséchant,
- un thermomètre à alcool gradué de 10 à 100°C pour mesurer la température de l'air.



a) vue globale

b) chambre de séchage.

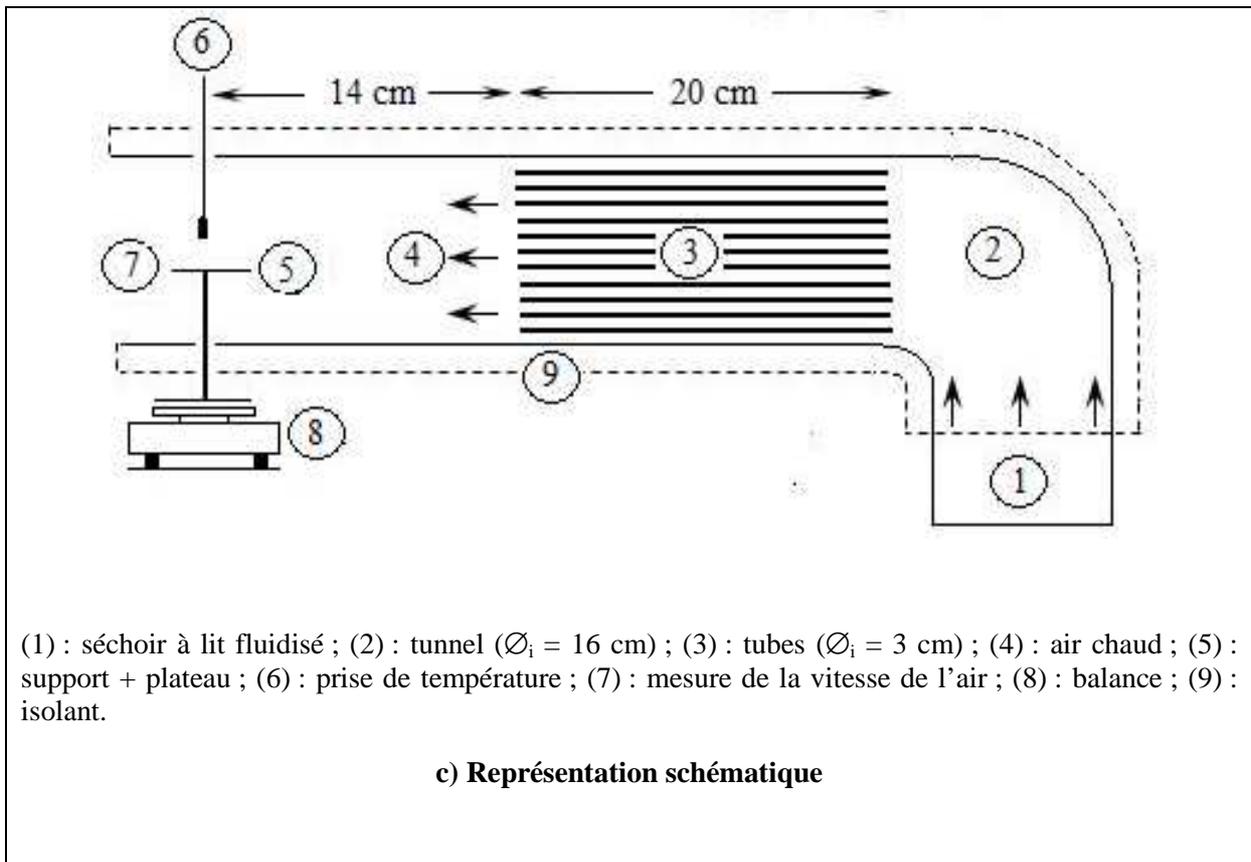


Figure 3.2 : Dispositif expérimental de séchage convectif en continu du grignon d'olive

### III.2.2 Protocole expérimental

Les expériences de séchage convectif sont réalisées en continu. Les paramètres examinés sont les suivants :

- température de l'air ( $T_a$ ) : variable de 50 à 90°C avec un intervalle de 10°C,
- vitesse de l'air asséchant ( $V_a$ ) : 1, 1.4 et 1.8 m.s<sup>-1</sup>,
- épaisseur de la couche du grignon ( $e$ ) : 6, 9 et 12 mm. Les masses de grignon correspondantes sont respectivement : 23.16, 31.91 et 40.66 g.

Avant chaque expérience, on fixe la température et la vitesse de l'air asséchant. La mesure de la température se fait juste au dessus de l'échantillon, et celle de la vitesse de l'air à la sortie du tunnel. On laisse ensuite le système se stabiliser avant d'introduire dans la chambre de séchage la boîte de Pétri contenant l'échantillon à sécher. Le suivi du séchage consiste à peser à des intervalles de temps réguliers de 5 min la masse de l'ensemble (échantillon -boîte de Pétri –support) à l'aide d'une balance de précision ( $\pm 0,01$ g). La stabilisation du poids de l'ensemble après trois lectures consécutives indique la fin du processus de séchage.

A la fin de chaque expérience, on procède à la déshydratation de l'échantillon dans une étuve portée à 105°C pendant 24 h pour déterminer sa masse sèche ( $m_s$ ).

Durant toutes les expériences de séchage, la température de l'air ambiant a varié de 20 à 25°C et l'humidité ambiante de 48 à 58%.

## III.3 EXPRESSION DE LA TENEUR EN EAU DU PRODUIT ET VITESSE DE SECHAGE

### III.3.1 Teneur en eau du produit

La teneur en eau ou humidité d'un produit est une grandeur qui caractérise l'état d'hydratation de celui-ci. Elle mesure la quantité d'eau dans le produit.

Pour les échantillons de grignon d'olive que nous avons utilisé l'expression de la teneur en eau par rapport à la matière sèche présente, notée X et exprimée en kg eau/kg matière sèche, est donnée par la relation :

$$X = \frac{m_h - m_s}{m_s} \quad (3.5)$$

avec

$m_h$  : masse humide du produit (kg) ,

$m_s$  : masse sèche du produit (kg).

### III.3.2 Teneur en eau réduite

La teneur en eau réduite notée  $X^*$  est définie par la relation :

$$X^* = \frac{X(t) - X_{eq}}{X_{cr} - X_{eq}} \quad (3.6)$$

avec

$X_t$  : teneur en eau à l'instant  $t$  (kg eau.kg<sup>-1</sup> ms),

$X_{eq}$  : teneur en eau à l'équilibre (kg eau.kg<sup>-1</sup> ms),

$X_{cr}$  : teneur en eau critique (kg eau.kg<sup>-1</sup> ms).

### III.3.3 Vitesse de séchage

La vitesse de séchage ( $V_s$ ), exprimée en (kg eau.kg<sup>-1</sup> ms.mn<sup>-1</sup>), est donnée par la relation:

$$V_s = - \frac{dX}{dt} = \frac{X_{t+dt} - X_t}{dt} \quad (3.7)$$

avec

$X_t$  : teneur en eau à l'instant  $t$  (kg eau.kg<sup>-1</sup>ms),

$X_{t+dt}$  : teneur en eau à l'instant  $t+dt$  (kg eau.kg<sup>-1</sup>ms).

## III.4 ESTIMATION DE LA DIFFUSIVITE EFFECTIVE

La diffusivité massique est un paramètre de transport dont la connaissance est indispensable pour la simulation et l'optimisation des processus de séchage [83].

L'eau migre de l'intérieur vers la surface du produit sous l'action de divers mécanismes qui peuvent se combiner. Il est généralement admis que le transport capillaire est l'un des mécanismes fondamentaux dans les produits poreux riches en eau. Dans les produits alimentaires, on préfère souvent attribuer le transport d'eau à une diffusion d'eau liquide sous l'effet du gradient de concentration. L'évolution de la teneur en eau s'exprime en fonction du gradient de la teneur en eau et d'une diffusivité globale qui regroupe les différents phénomènes de transport dans une loi analogue à la seconde loi de Fick [53]:

$$\frac{\partial X^*}{\partial t} = D_e \nabla^2 X^* \quad (3.8)$$

avec

$X^*$  : teneur en eau réduite,

$D_e$  : diffusivité effective ( $m^2 s^{-1}$ ).

Le coefficient de diffusion peut être exprimé par la solution analytique de la deuxième loi de Fick, développée par Crank [84], dans le cas d'une plaque infinie, en assumant la distribution initiale uniforme d'humidité, avec la simplification du mouvement d'humidité par diffusion, rétrécissement négligeable et température constante.

$$X^* = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(-\frac{(2n+1)^2 \pi^2 D_e t}{4 L^2}\right) \quad (3.9)$$

où

$L$  : demi-épaisseur de la couche du grignon d'olive (m).

Lorsque le temps est suffisamment grand, tous les termes de la série sont négligeables devant le premier terme et qui s'écrit sous la forme logarithmique [85 ; 86 ; 87 ; 88 ; 89]:

$$\ln X^* = \ln\left[\frac{8}{\pi^2}\right] - \frac{\pi^2 D_e t}{4 L^2} \quad (3.10)$$

Les valeurs de  $D_e$  sont calculées à partir de la pente  $(-\frac{\pi^2 D_e}{4 L^2})$  de la droite  $\ln(X^*)=f(t)$ .

### III.5 ESTIMATION DE L'ENERGIE D'ACTIVATION

L'origine de l'autodiffusion est l'agitation thermique. La diffusion est donc thermiquement activée et le coefficient de diffusion suit une loi du type Arrhenius [85 ; 90 ; 91].

$$D_e = D_{e0} \exp\left(-\frac{E_a}{R T}\right) \quad (3.11)$$

avec

$D_{e0}$  : facteur pré-exponentiel de l'équation d'Arrhénius ( $m^2 s^{-1}$ ),

$E_a$  : énergie d'activation ( $kJ mol^{-1}$ ),

$R$  : constante des gaz parfaits ( $kJ mol^{-1}.K^{-1}$ ),

$T$  : température de l'air asséchant (K).

Les valeurs de  $E_a$  sont calculées à partir de la pente  $(-\frac{E_a}{R})$  de la courbe  $\ln D_e = f(1/T)$ .

$$\ln D_e = \ln D_{e0} - \frac{E_a}{R T} \quad (3.12)$$

### III.6 COURBE CARACTERISTIQUE DE SECHAGE DU GRIGNON D'OLIVE

La détermination de la courbe caractéristique de séchage revient à tracer la fonction de la vitesse normée de séchage en fonction de la teneur en eau réduite ( $V_{s^*}=f(X^*)$ ) sur la base des différents résultats expérimentaux obtenus de l'étude de la cinétique de séchage du grignon.

$V_{s^*}$  est donnée par la relation :

$$V_{s^*} = \frac{\frac{-dX^*}{dt}}{\left[ \frac{-dX^*}{dt} \right]_0} \quad (3.13)$$

avec  $\left[ \frac{dX^*}{dt} \right]_0$  : vitesse initiale de séchage.

### III.7 MODELISATION DES CINETIQUES DE SECHAGE DU GRIGNON D'OLIVE

#### III.7.1 Présentation des modèles mathématiques

Il existe dans la littérature beaucoup de modèles mathématiques empiriques ou semi-empiriques qui permettent de reproduire les isothermes de sorption obtenues expérimentalement [35 ; 75 ; 85 ; 90 ; 92; 93 ; 94 ; 95 ; 96]. Il faut noter que les modèles mathématiques développées ne sont valables que dans le domaine d'étude expérimentale pour lequel ils ont été établis.

La modélisation des courbes de séchage en couche mince consiste à définir une fonction mathématique qui donne l'évolution de la teneur en eau réduite  $X^*$  en fonction du temps. Dans le cas des produits biologiques, il y a absence de la phase 1 donc  $X_{cri}$  est égale à la teneur en eau initiale notée  $X_0$ .

D'autre part il a été constaté lors de séchage de nos échantillons de grignon ainsi que pour d'autres produits biologiques que la teneur en eau à l'équilibre  $X_{eq}$  est très faible devant  $X_{(t)}$  et  $X_0$  [85 ;88 ;97 ;98 ;99 ;100]. Ainsi l'expression de  $X^*$  peut être simplifiée comme suit :

$$X^* = \frac{X(t)}{X_0} \quad (3.14)$$

C'est cette relation de  $X^*$  que l'on utilisera dans nos calculs pour la recherche du modèle le plus adapté à la cinétique de séchage du grignon d'olive.

### III.7.2 Critères de choix du modèle approprié

Les courbes  $X^* = f(t)$ , représentant les variations de la teneur en eau réduite en fonction du temps de séchage, sont décrites par neuf modèles mathématiques semi-empiriques et empiriques retrouvées dans la littérature scientifique (Tableau 3.1). Ces équations mathématiques ne sont valables que dans le domaine expérimental pour lequel elles ont été établies.

Le modèle approprié à la description de l'allure de la cinétique de séchage du grignon d'olive est choisi selon les critères suivants [87 ; 90] :

- valeur du coefficient de détermination ( $r^2$ ) la plus élevée,
- valeur de la racine carrée de l'erreur systématique moyenne (RMSE) la plus faible,
- valeur du Ki-carré réduite ( $\chi^2$ ) la plus faible.

Ces paramètres statistiques sont définis par:

$$r^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (X_{\text{prédi}}^* - X_{\text{éxpi}}^*)^2}{\sum_{i=1}^N (X_{\text{éxpi}}^* - X_{\text{moy}}^*)^2} \quad (3.15)$$

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (X_{\text{prédi}}^* - X_{\text{éxpi}}^*)^2}{N - n} \quad (3.16)$$

$$\text{RMSE} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_{\text{prédi}}^* - X_{\text{éxpi}}^*)^2}{N}} \quad (3.17)$$

avec

$X_{\text{prédi}}^*$  :  $i^{\text{ème}}$  valeur de la teneur en eau réduite prédite par le modèle,

$X_{\text{éxpi}}^*$  :  $i^{\text{ème}}$  valeur de la teneur en eau réduite expérimentale,

$N$  : nombre de points expérimentaux,

$n$  : nombre de constantes de chaque modèle.

*Remarque :*

Les logiciels utilisés pour effectuer les calculs sont l'Excel et Origine.

**Tableau 3.1 : Modèles semi-empiriques et empiriques appliqués**  
 [75 ;87 ;90 ;101 ;102 ;103]

N° du modèle	Nom du modèle	Expression du modèle
1	Newton	$X^* = \exp(-kt)$
2	Henderson & Pabis	$X^* = a \exp(-kt)$
3	Page	$X^* = \exp(-kt^n)$
4	Page modifié	$X^* = \exp(-(kt)^n)$
5	Midilli-Kucuk	$X^* = a \exp(-kt^n) + bt$
6	Two-term	$X^* = a \exp(-kt) + b \exp(-k_1 t)$
7	Henderson & Pabis modifié	$X^* = a \exp(-kt) + b \exp(-k_1 t) + c \exp(-k_2 t)$
8	Wang et Singh	$X^* = 1 + at + bt^2$
9	Approximation diffusion	$X^* = a \exp(-kt) + (1-a) \exp(-k_1 bt)$

Chapitre IV:

Résultats et discussion

## CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION

### Introduction

Dans cette partie résultats et discussion, nous présenterons brièvement d'abord les résultats des principales caractéristiques des deux échantillons de grignon utilisés, à savoir granulométrie, teneur en eau, teneur en huile, masse volumique et structure des échantillons. Nous discuterons ensuite des résultats de séchage du grignon d'olive, structurés comme indiqué ci-après.

Les résultats des expériences de cinétique de séchage convectif en continu du grignon d'olive donnent l'évolution de la masse humide du grignon en fonction du temps jusqu'à atteindre la valeur de la teneur en eau finale souhaitée. Ces résultats, voués à diverses utilisations, sont, par conséquent, représentés sous forme de :

- teneur en eau base sèche ( $X$ ) du produit en fonction du temps ( $t$ ) de séchage,
- vitesse de séchage ( $V_s = - dX/dt$ ) en fonction du temps et en fonction teneur en eau,
- teneur en eau réduite ( $X^*$ ) en fonction du temps.

L'évolution de  $X$  en fonction du temps et l'évolution de  $V_s$  en fonction du temps et en fonction de  $X$  sont dédiés à l'interprétation des résultats de l'influence des paramètres propres à l'air asséchant et ceux inhérents à l'échantillon sur le séchage du grignon d'olive.

L'évolution de la teneur en eau réduite ( $X^*$ ) en fonction du temps est utilisée pour estimer la diffusivité effective et l'énergie d'activation du processus de séchage en fonction des conditions opératoires données, et aussi pour la modélisation des courbes cinétiques.

### IV.1 CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS DU GRIGNON D'OLIVE

L'ensemble des autres résultats obtenus des tests de caractérisation du grignon d'olive sont mentionnés dans le tableau 4.1. Comme le montre ces résultats, ces échantillons présentent des caractéristiques différentes. L'échantillon de grignon provenant de l'huilerie fonctionnant en continu à trois phases présente une teneur en huile plus faible et une teneur en eau plus élevée que celui issu de l'huilerie fonctionnant avec le système de la presse. Rappelons que les huileries modernes (système de centrifugation) utilisent une plus grande quantité d'eau par rapport aux anciennes huileries (système de presse), ce qui explique la teneur élevée en eau du grignon 1. Ces résultats sont en bon accord avec ceux donnés dans

la littérature [1 ; 7 ; 13]. On remarque aussi que les deux échantillons présentent des masses volumiques différentes. Ceci est dû aux caractéristiques de ces échantillons tels que la granulométrie, la porosité, etc. qui sont différentes pour les deux échantillons.

Les résultats de l'analyse granulométrique des échantillons du grignon, représentant la moyenne de cinq essais déterminée sur une masse de 100 g, sont regroupés dans le tableau 4.2. Nous remarquons en premier une différence notable dans la dispersion des proportions des différentes fractions entre le GO1 et le GO2. Nous avons regroupé les fractions en particules de faible, moyen et gros diamètre afin de faciliter la comparaison entre les deux échantillons.

Les résultats montrent que la fraction la plus importante pour les deux échantillons de grignon est celle pour laquelle le diamètre des particules est compris entre 1 et 3.15 mm considérées comme particules de taille moyenne.

Pour les particules de diamètre supérieur à 3.15 mm l'échantillon de grignon 2 issu de l'huilerie de la presse présente la fraction la plus importante (environ 39.26 %). Notons que cette fraction est composée essentiellement de fragments de noyaux.

Pour les particules de moyenne et faible taille (<3.15 mm), c'est le grignon 1 qui comporte la plus importante proportion, celle-ci est composé principalement de pulpe de l'olive broyée.

Le diamètre moyen des particules du grignon issu du système de presse est de 1.47 mm. Il est supérieur à celui des particules issues du système de la centrifugation qui est de 1.38 mm. Ceci est dû au système de broyage qui est différent pour les deux systèmes. Il est moins performant pour le système de la presse donnant lieu à une proportion plus élevée en particules de diamètre élevé.

Les images obtenues de la visualisation au microscope électronique à balayage sont présentées par la figure 4.1. Ces images montrent que la structure des différentes particules composant les échantillons de grignon est hétérogène. D'autre part nous notons que les fragments de pulpe des deux échantillons sont poreux (présence de pores de différents diamètres) par contre les fragments d'amandes sont dépourvues de pores.

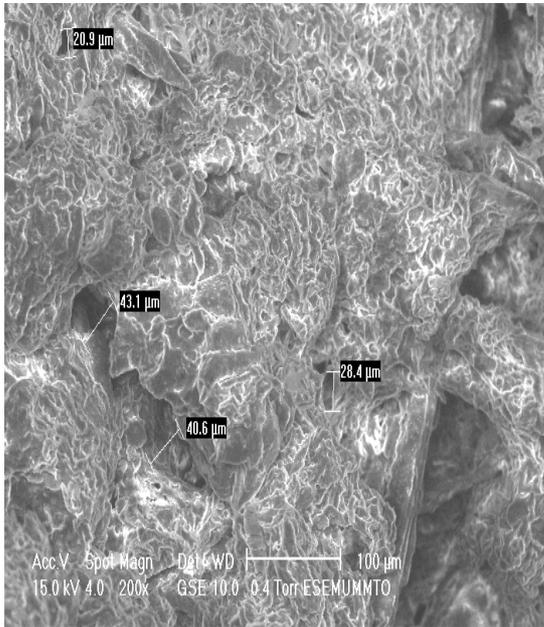
Tableau 4.1 : Caractéristiques des deux échantillons de grignon d'olive

Type de grignon Caractéristiques	GO1 (système de centrifugation)	GO2 (système de presse)
Humidité initiale (%) <sup>a</sup>	45.60	32.75
Masse volumique (g.ml <sup>-1</sup> ) <sup>b</sup>	0.9090	0.7052
Rendement en huile (%) <sup>c</sup>	4.5	6.0
Diamètre moyen (mm) <sup>d</sup>	1.38	1.47

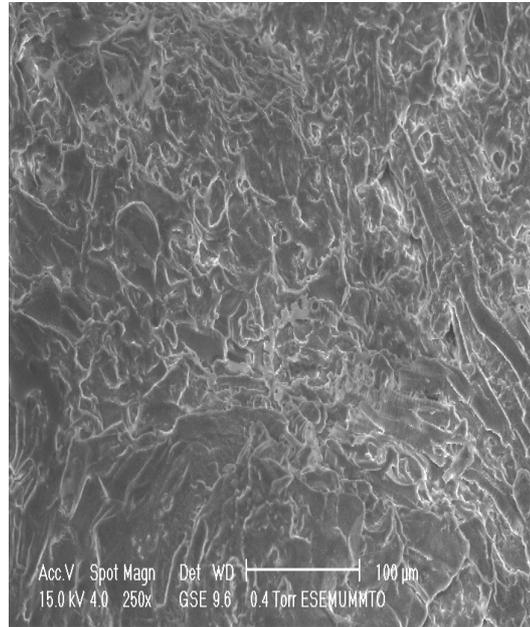
a, b, et c : moyenne de 3 essais.

Tableau 4.2: Analyse granulométrique des deux échantillons de grignon d'olive

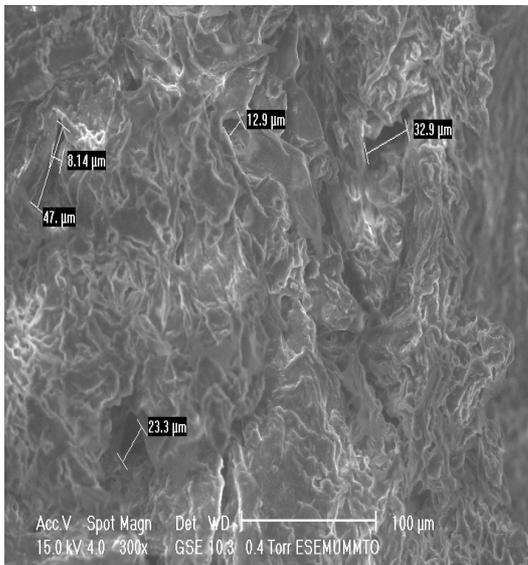
Grignon d'olive Diamètre des mailles (mm)	GO1		GO2	
	% fraction		% fraction	
>4	1.51	28.55	17.33	39.26
3.15-4	27.04		21.93	
2-3.15	15.69	50.70	9.56	44.9
1.6-2	14.36		15.57	
1.25-1.6	12.82		10.58	
1-1.25	7.83		9.19	
0.8-1	3.55	20.75	0.84	15.84
0.63-0.8	4.49		4.17	
0.5-0.63	5.29		4.13	
<0.5	7.42		6.7	



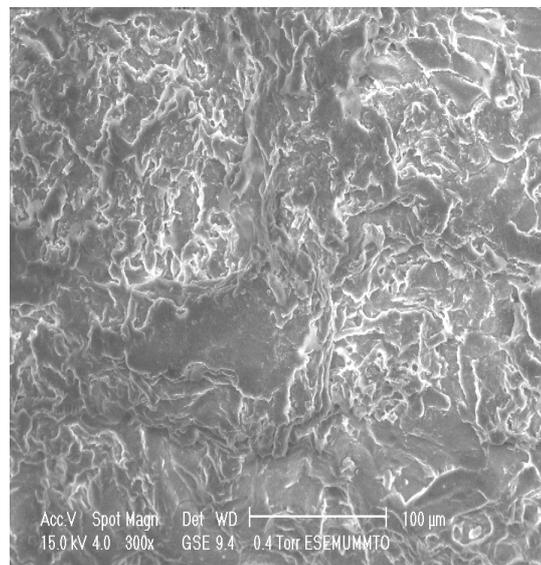
a) pulpe du GO1



b) amandon du GO1



c) pulpe du GO2



d) amandon du GO2

Figure 4.1 : Analyse au MEB des fragments de pulpe et d'amandon des deux types de grignon

## IV.2 ANALYSE DE LA CINÉTIQUE DE SÉCHAGE

Nous présenterons dans ce qui suit une analyse globale des résultats. Elle sera suivie ensuite de l'étude de l'impact des différents paramètres sur la cinétique de séchage du grignon.

### IV.2.1 Analyse globale

Les figures 4.2, 4.3, et 4.4 présentent l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps ainsi que la vitesse de séchage en fonction de temps et la teneur en eau, ceci pour une épaisseur de la couche mince, une température et vitesse de l'air de séchage fixées.

Il apparaît clairement que le processus de séchage en couche mince du grignon se déroule dans une seule phase qui est la phase à allure décroissante (phase 2). On note donc l'absence de la phase de mise en température (phase 0) du produit et la phase à allure constante (phase 1).

Ces observations sont globalement en accord avec celles rapportées pour le séchage d'autres végétaux [35 ; 90 ; 91 ; 98 ; 102 ; 104 ; 105 ; 106;107 ; 108 ; 109], et qui dépend de la nature et de l'état physique des produits, des paramètres étudiés et de la méthode de séchage utilisée. En effet les auteurs [36 ;37] ont signalé que la période de mise en température disparaît pratiquement, lorsque le produit est en particules ou en feuilles et que la période à allure constante n'est pas observée dans de nombreux cas lorsqu'il s'agit de produits végétaux [35 ; 110 ; 111].

L'allure de la courbe  $X=f(t)$  (figure 4.2) montre que la teneur en eau diminue très rapidement au début du séchage puis de moins en moins vite jusqu'à la valeur finale de  $X$  (notée  $X_{eq}$ ) qui est la teneur en eau à l'équilibre. La valeur de  $X_{eq}$  dépend de la nature de l'échantillon et des conditions aérothermiques de l'air de séchage. La phase 2 est donc divisée en deux sous-périodes qui correspondraient d'après Bonnazi et Bimbinet (2003) [37] à des changements structuraux dans le produit.

D'autre part on note que les conditions variables de l'air ambiant semblent n'avoir aucun effet vers la fin du séchage où on constate que les courbes ont tendance à coïncider. Au niveau de la phase de ralentissement, qui est la seule existante dans ce cas, les conditions de l'air ont une influence qui diminue jusqu'à devenir nulle à la fin du séchage. Ceci est en parfait accord avec la théorie d'après les auteurs [36 ; 37 ; 104 ; 112 ; 113].

Lors du séchage par entraînement d'un produit biologique c'est le plus souvent le transfert interne de matière qui correspond au phénomène limitant [37]. Sans oublier que le

phénomène de retrait engendre aussi une diminution significative de la diffusivité en raison de la diminution de la porosité [44].

Pour les autres conditions opératoires (température et vitesse de l'air de séchage ; épaisseur de la couche mince et granulométrie du grignon), nous avons remarqué que l'ensemble des courbes cinétique de séchage se caractérisent par la même allure décroissante (voir figures 4.5, 4.6, 4.7, 4.8, 4.9, 4.10, 4.11, 4.12, 4.13, 4.14, 4.15 et 4.16). Ceci nous mène aux mêmes constatations déjà soulevées plus haut.

*Remarque*

Nous signalons qu'il y a eu une faible fluctuation de l'humidité et la température de l'air ambiant durant la période d'expérimentation. Ceci a conduit à une légère fluctuation de la teneur en eau initiale des échantillons de grignon d'olive qui n'affectait pas l'allure des courbes de séchage.

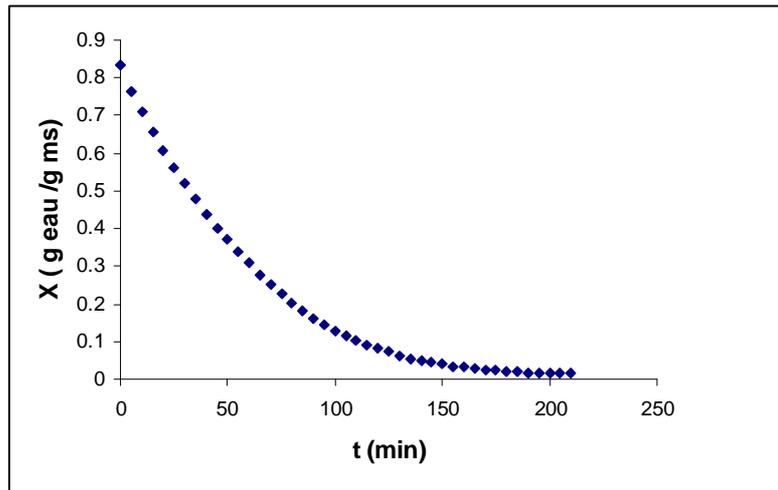


Figure 4.2: Evolution de la teneur en eau du grignon d'olive en fonction du temps  
 ( $T_a=60^{\circ}\text{C}$  ;  $e=6\text{mm}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$ )

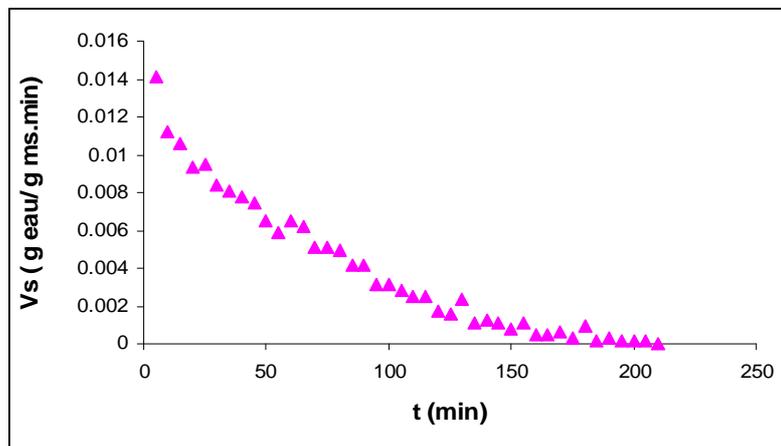


Figure 4.3: Evolution de la vitesse de séchage du grignon d'olive en fonction du temps  
 ( $T_a=60^{\circ}\text{C}$  ;  $e=6\text{mm}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$ )

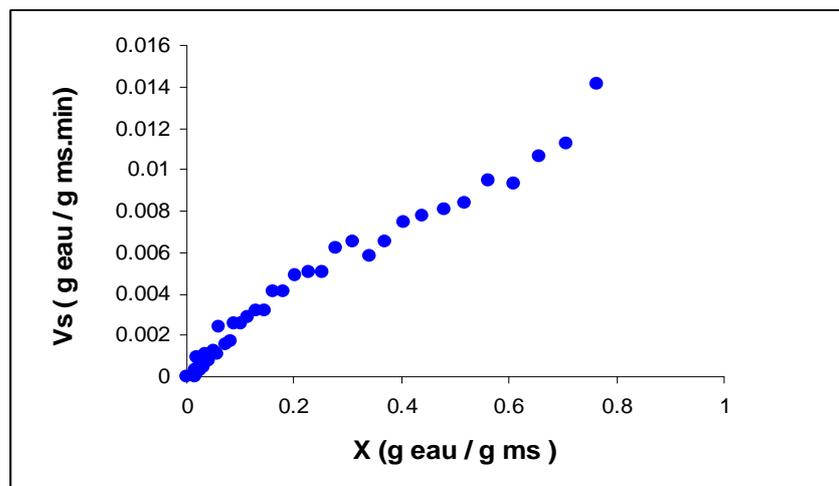


Figure 4.4: Evolution de la vitesse de séchage du grignon d'olive en fonction de la teneur en eau  
 ( $T_a=60^{\circ}\text{C}$  ;  $e=6\text{mm}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$ )

## IV.2.2 Etude de l'influence des paramètres de séchage

Cette partie présente l'influence des paramètres aérothermiques (température et vitesse de l'air asséchant), aussi paramètres inhérent à l'échantillon (épaisseur de la couche mince et granulométrie du grignon d'olive) sur le processus de séchage du grignon d'olive.

### IV.2.2.1 Effet des paramètres aérothermiques

#### 1°/ Température de l'air de séchage

Les expériences de séchage sont réalisées dans les conditions suivantes :

- température de l'air asséchant ( $T_a$ ) variable : 50 ; 60 ; 70 ; 80 et 90°C,
- vitesse de l'air asséchant ( $V_a$ ) :  $1\text{m.s}^{-1}$ ,
- épaisseur de la couche mince de l'échantillon ( $e$ ) : 9 mm.

Les résultats obtenus donnant la teneur en eau en fonction du temps sont présentés par la figure 4.5. Ces résultats montrent que la température de séchage influe de manière significative sur la durée de séchage du grignon. En effet l'accroissement de la température de l'air de séchage entraîne une diminution du temps de séchage. Quand la température de l'air passe de 60 à 90°C la réduction de la durée de séchage pour l'obtention d'un grignon séché à 5% d'humidité est estimée à 67 % pour l'échantillon de 9 mm d'épaisseur.

Les figures 4.6 et 4.7 donnent les courbes cinétiques décrivant l'évolution de la vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau  $X$  pour différentes températures de l'air. Ces figures montrent clairement que la vitesse de séchage qui diminue avec le temps et l'humidité de l'échantillon augmente de façon significative avec la température de l'air asséchant. La température de séchage est donc un paramètre important pour les transferts internes de l'eau dans le grignon d'olive. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus lors du séchage d'autres produits biologiques [35 ; 90 ; 107 ; 108].

Selon Kouhila (2000) [114], lorsqu'on augmente la température de l'air, l'humidité du produit, diminue car en augmentant la température, on favorise l'évaporation de l'eau contenue dans le produit. En effet, cette augmentation entraîne un écart de la pression partielle de la vapeur d'eau entre la surface et l'air. Par conséquent, l'humidité relative du milieu poreux diminue et le temps de séchage est réduit. On en déduit que la vitesse de séchage augmente. Bonnazzi et Bimbenet (2003) [112] mentionne que dans tous les cas, une augmentation de la température de l'air de séchage se traduit par une augmentation du potentiel de séchage et par une accélération du procédé.

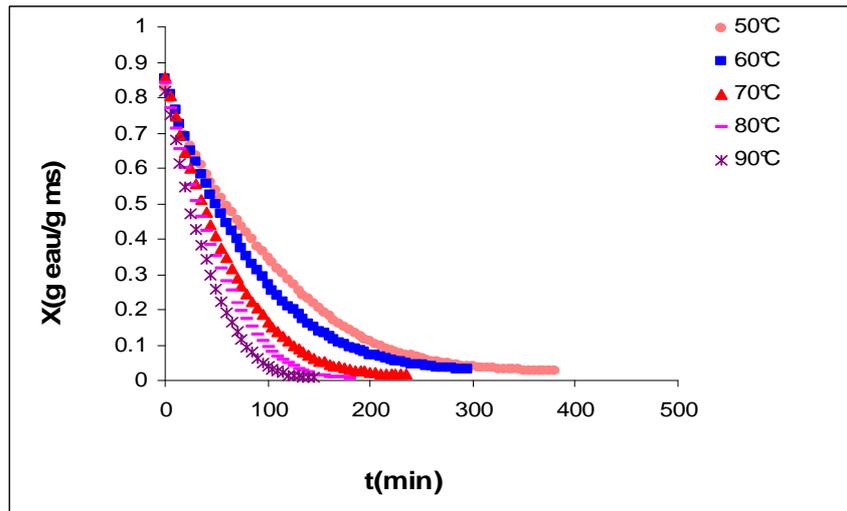


Figure 4.5: Influence de la température de l'air sur l'évolution de la teneur en eau du grignon d'olive en fonction du temps ( $e = 9\text{mm}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$ )

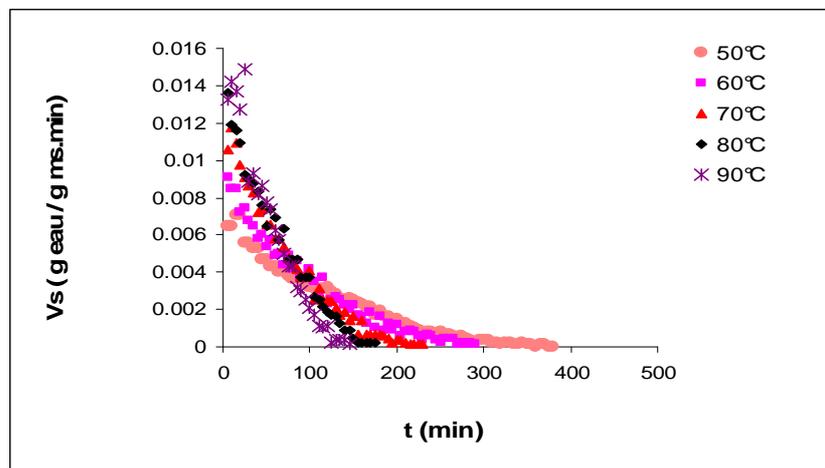


Figure 4.6: Influence de la température de l'air sur l'évolution de la vitesse de séchage en fonction du temps ( $e = 9\text{ mm}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$ )

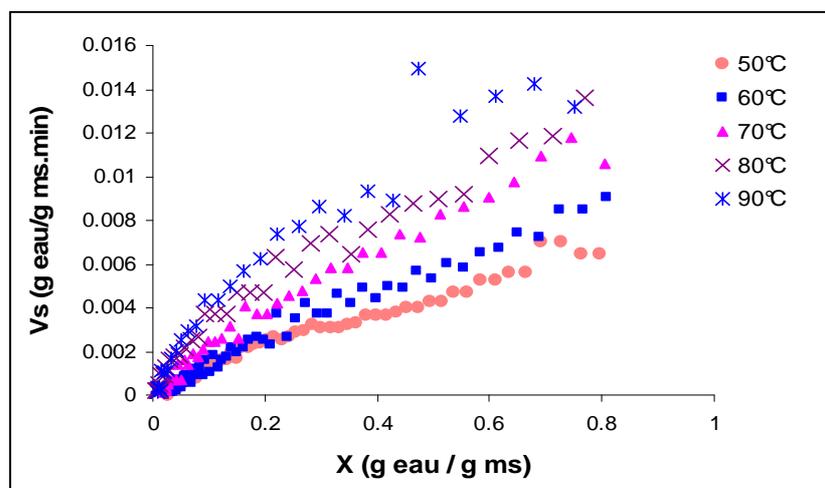


Figure 4.7: Influence de la température de l'air sur l'évolution de la vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau ( $e = 9\text{ mm}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$ )

## 2°/ Vitesse de l'air de séchage

Pour l'étude de l'impact de ce paramètre sur le séchage du grignon, les expériences sont réalisées dans les conditions suivantes :

- vitesse de l'air asséchant :  $V_a = 1.0, 1.4$  et  $1.8 \text{ m.s}^{-1}$ ,
- température de l'air asséchant :  $T_a = 70^\circ\text{C}$ ,
- épaisseur de la couche mince de l'échantillon :  $e = 9 \text{ mm}$ .

Les résultats obtenus de la teneur en eau en fonction du temps de séchage pour différentes vitesses de l'air sont représentés par la figure 4.8. Ces résultats mettent en évidence que ce paramètre asséchant exerce une influence positive sur le processus de séchage en couche mince du grignon d'olive. On note aussi l'augmentation de la vitesse de séchage avec l'accroissement de la vitesse de l'air (figures 4.9 et 4.10). Ceci serait dû à l'implication des échanges convectifs d'après Idliman [64].

En fixant une teneur en eau finale d'environ 5%, le temps de séchage est réduit d'environ 12% quand la vitesse de l'air passe de 1 à  $1.4 \text{ m.s}^{-1}$ . Cette réduction de la durée de séchage est deux fois plus grande quand la vitesse de l'air augmente de 1.0 à  $1.8 \text{ m.s}^{-1}$ .

Daguenet (1985) [10] explique ce phénomène en exprimant la vitesse de séchage en fonction du coefficient de transfert de vapeur d'eau dans l'air qui augmente avec la vitesse d'écoulement de l'air. Ce constat a été observé par d'autres auteurs [35;90;104;107;108] lors du séchage d'autres produits biologiques.

Nous pouvons remarquer aussi que l'influence de la vitesse de l'air est moins importante sur la vitesse de séchage que celle de la température. Cette observation a été relevée par d'autres auteurs [115 ; 116].

D'après Belhamidi (1993) [117] dû fait que le produit ne présente pas de phase 1. Dans ce cas, la vitesse de l'air asséchant exerce une faible influence du fait que le facteur limitant est le transfert de l'eau à l'intérieur du produit et non pas l'évaporation en surface.

Kouhila et al. (2000) [114] notent que la vitesse de l'écoulement de l'air a une grande influence sur les coefficients de transfert convectif le long du lit poreux. Pour des grands débits d'air asséchant, les échanges convectifs de chaleur et de matière sont plus importants.

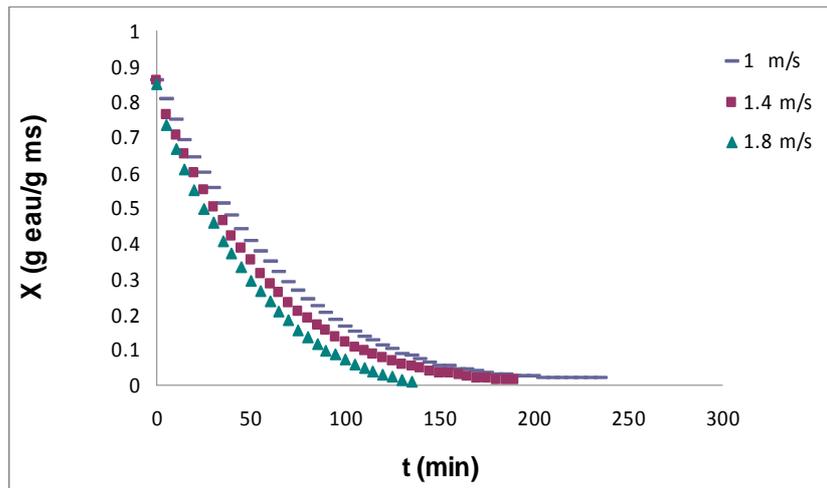


Figure 4.8: Influence de la vitesse de l'air de séchage sur l'évolution de la teneur en eau du grignon en fonction du temps de séchage ( $T_a = 70^\circ\text{C}$  ;  $e = 9\text{ mm}$ )

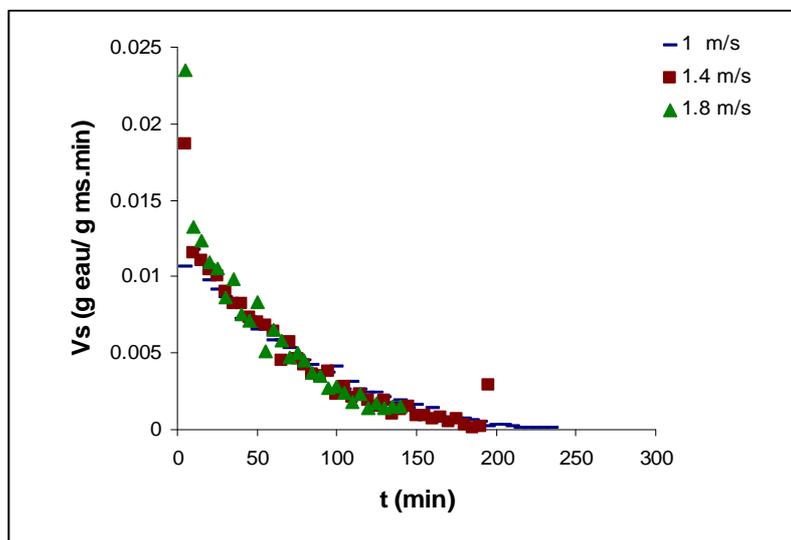


Figure 4.9 : Influence de la vitesse de l'air de sur l'évolution de vitesse de séchage du grignon en fonction du temps ( $T_a = 70^\circ\text{C}$  ;  $e = 9\text{ mm}$ )

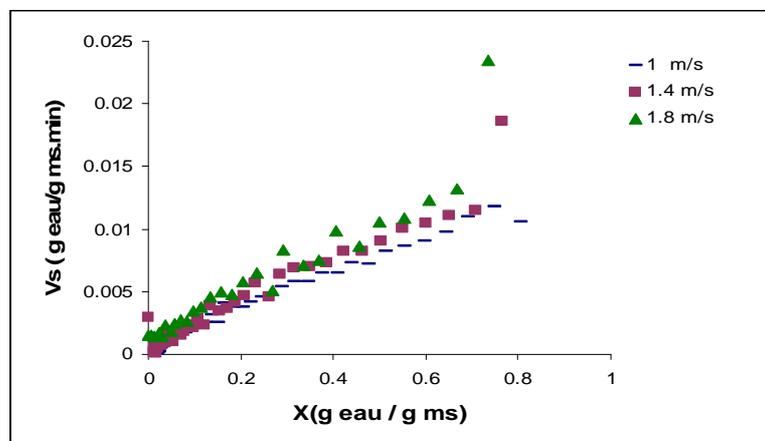


Figure 4.10 : Influence de la vitesse de l'air sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction de la teneur en eau ( $T_a = 70^\circ\text{C}$  ;  $e = 9\text{ mm}$ )

#### IV.2.2.2 Influence des paramètres inhérents à l'échantillon

Les paramètres inhérents à l'échantillon examinés sont l'épaisseur de la couche de séchage et la granulométrie du grignon.

##### 1°/ Epaisseur de la couche de grignon

Pour mettre en évidence l'effet de l'épaisseur de la couche sur la cinétique de séchage du grignon, on a procédé à des essais avec des épaisseurs de 6, 9 et 12 mm en fixant la vitesse de l'air asséchant à  $1 \text{ m s}^{-1}$  et la température à  $70^\circ\text{C}$ .

Les résultats de nos expériences donnés par les figures (4.11, 4.12 et 4.13) montrent que l'épaisseur de la couche de l'échantillon influe également sur le processus de séchage du grignon d'olive. La durée de séchage croît avec l'épaisseur de la couche du grignon. En effet pour une humidité finale de 5%, la durée de séchage augmente d'environ de 21 % lorsqu'on augmente l'épaisseur de 6 à 9 mm. Cette augmentation est approximativement trois fois plus grande quand l'épaisseur passe de 6 à 12 mm.

Selon EL Hisse (1987) [118], quand l'épaisseur de la couche augmente, la vapeur d'eau doit traverser un parcours plus long expliquant ainsi et en grande partie le ralentissement de l'allure de séchage.

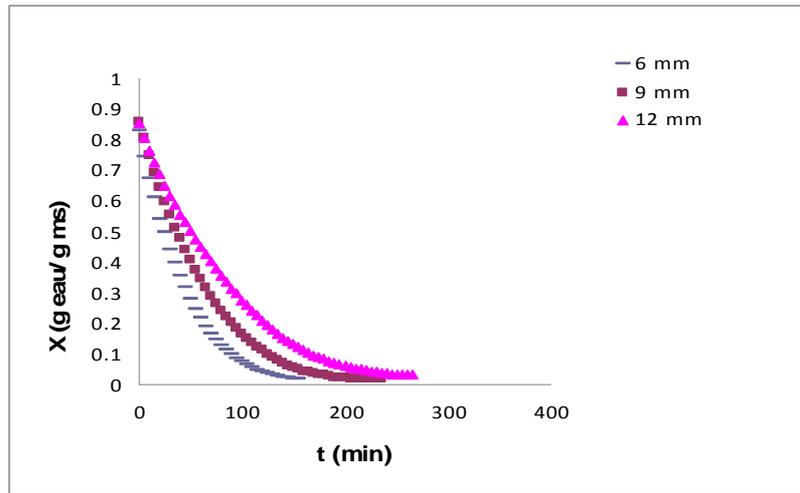


Figure 4.11: Influence de l'épaisseur de la couche sur l'évolution de la teneur en eau du grignon d'olive en fonction du temps ( $T_a = 70^\circ\text{C}$  ;  $V_a = 1 \text{ ms}^{-1}$ )

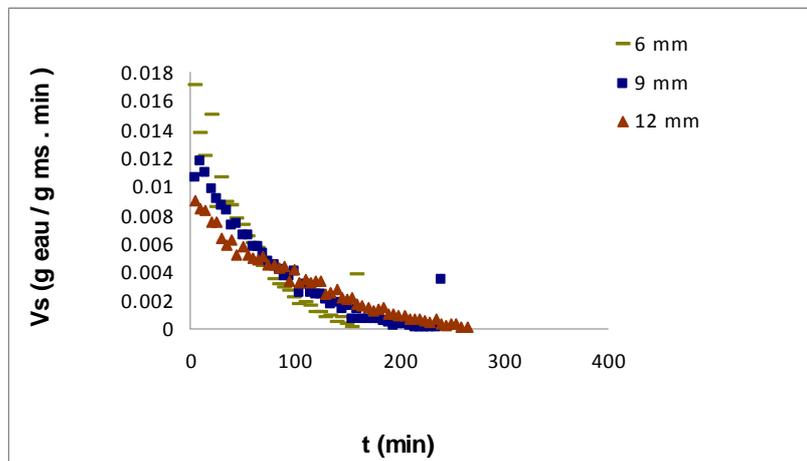


Figure 4.12: Influence de l'épaisseur sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction du temps ( $T = 70^\circ\text{C}$  ;  $V_a = 1 \text{ m.s}^{-1}$ )

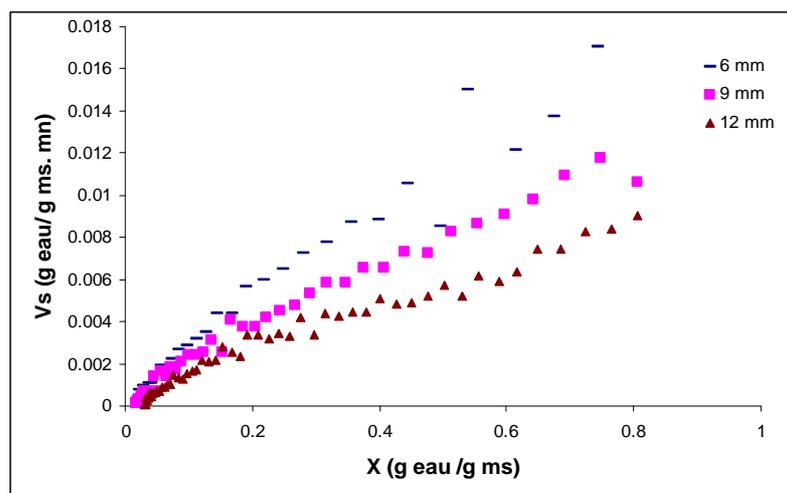


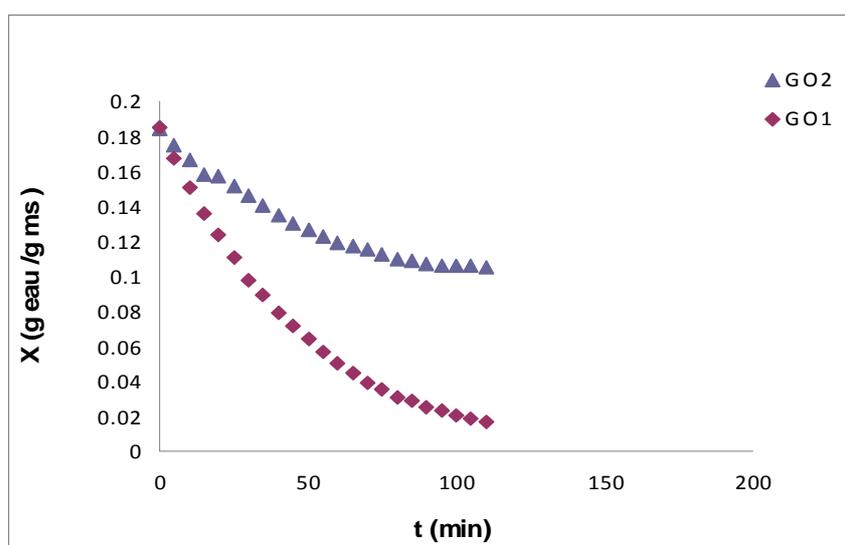
Figure 4.13: Influence de l'épaisseur sur l'évolution de la vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau ( $T_a = 70^\circ\text{C}$  ;  $V_a = 1 \text{ m s}^{-1}$ )

## 2°/ Granulométrie du grignon

Les expériences consistent à sécher deux échantillons de grignon d'olive GO1 et GO2 ayant une granulométrie différente dans les mêmes conditions opératoires ( $T_a=70^\circ\text{C}$ ,  $V_a = 1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ ;  $e = 9 \text{ mm}$ ).

Cependant ces deux échantillons possèdent une teneur en eau initiale différente (voir tableau 4.1). Afin de palier à ce problème de différence d'humidité initiale des deux échantillons GO1 et GO2, nous avons abaissé l'humidité de GO1 au même niveau que celle du GO2. Ceci en supposant que la granulométrie pourrait à elle seule influencer le processus de séchage.

Les courbes de séchage obtenues des deux grignons sont représentées par la figure 4.14 où nous pouvons constater en premier que les deux courbes ont une allure décroissante dans le temps. D'autre part nous notons que le temps de séchage du grignon GO2 est plus important que celui du grignon GO1, ce qui se traduit par une vitesse de séchage plus grande pour le GO1 (figures 4.15 et 4.16). Ce résultat s'explique par le fait que ce dernier comporte une proportion plus élevée de particules de faible dimension d'après l'analyse de la granulométrie. Ces particules présentent par conséquent une surface de contact plus grande avec l'air asséchant et donc un débit d'eau évaporé plus important réduisant ainsi le temps de séchage. Nous déduisons de cela que la granulométrie a aussi un impact non négligeable sur la cinétique de séchage du grignon d'olive.



**Figure 4.14: Influence de la granulométrie de l'échantillon sur l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps de séchage du grignon ( $T_a=70^\circ\text{C}$  ;  $V_a=1\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  ;  $e = 9 \text{ mm}$ )**

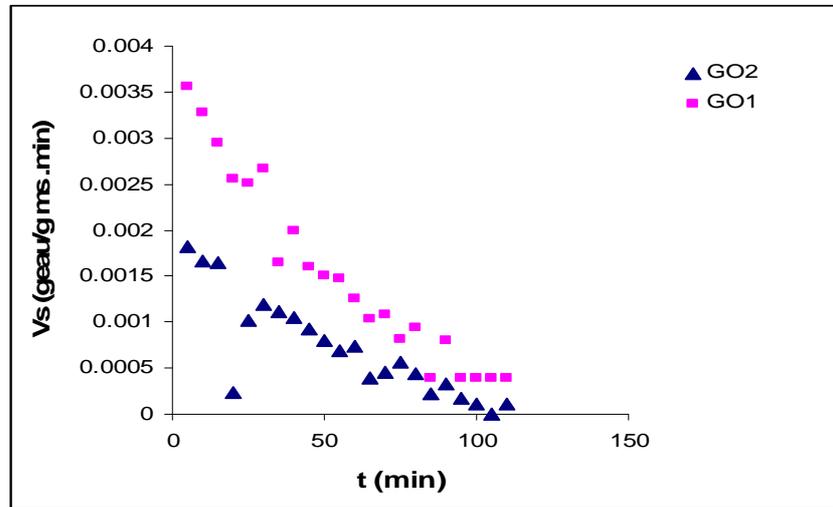


Figure 4.15: Influence de la granulométrie sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction du temps ( $T_a=70^{\circ}\text{C}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$  ;  $e=6\text{mm}$ )

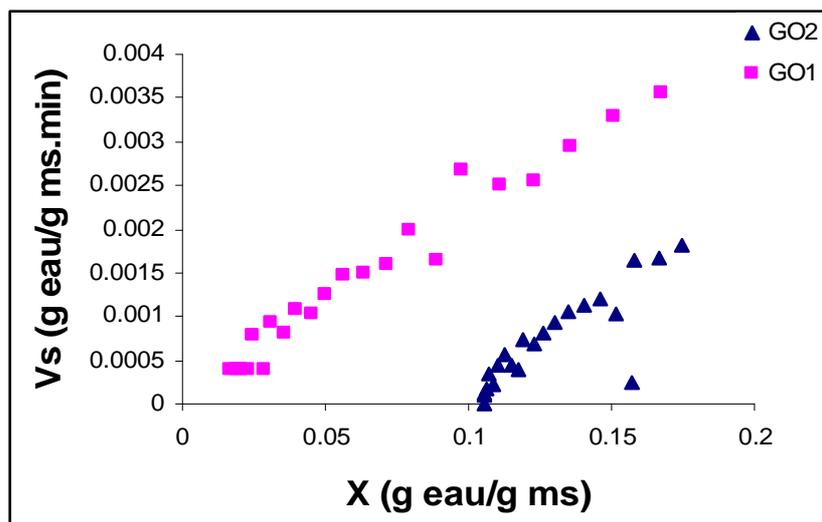


Figure 4.16: Influence de la granulométrie sur l'évolution de la vitesse de séchage du grignon en fonction de la teneur ( $T_a=70^{\circ}\text{C}$  ;  $V_a=1\text{m.s}^{-1}$  ;  $e=6\text{mm}$ )

### IV.3 COEFFICIENT DE DIFFUSION ET ENERGIE D'ACTIVATION

Dans cette partie nous allons examiner l'impact des paramètres étudiés (température, vitesse de l'air de séchage, épaisseur de la couche et granulométrie de l'échantillon) sur le coefficient de diffusion et l'énergie d'activation du processus de séchage du grignon d'olive.

#### IV.3.1 Influence des paramètres de l'air de séchage et de grignon sur le coefficient de diffusion

Les valeurs du coefficient de diffusion ( $D_e$ ) sont calculées à partir de la pente des courbes  $\ln X^*=f(t)$  [équation 3.10].

##### IV.3.1.1 Température de l'air de séchage

La figure 4.17 présente les courbes  $\ln X^*=f(t)$  pour différentes températures de l'air et pour une vitesse de l'air et épaisseur de la couche du grignon fixées respectivement à  $1 \text{ m.s}^{-1}$  et  $9 \text{ mm}$ . Les valeurs du coefficient  $D_e$  sont données dans la figure 4.18. Elles varient de  $1.43 \cdot 10^{-9}$  à  $3.95 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  dans le domaine expérimental étudié. Ces valeurs s'insèrent dans la gamme des valeurs généralement obtenues soit  $10^{-12}$  à  $10^{-8} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  pour des produits biologiques comme l'ont mentionné de nombreux auteurs [31 ; 36 ; 37 ; 83 ; 91].

Nous pouvons aussi relever de la figure 4.8 que le coefficient de diffusion massique augmente avec l'accroissement de la température de l'air asséchant. En effet, la valeur de  $D_e$  double quand la température passe de  $60$  à  $90 \text{ }^\circ\text{C}$  pour l'expérience réalisé avec l'échantillon d'épaisseur de  $9 \text{ mm}$ . Cette dépendance de  $D_e$  avec la température a été aussi relevé par d'autres auteurs [31 ; 83 ; 85 ; 91 ; 119; 120 ; 121].

Nous signalons que l'augmentation de la diffusivité ne se fait pas dans la même proportion pour chaque élévation de la température de  $10^\circ\text{C}$ , c'est-à-dire de  $60$  à  $70^\circ\text{C}$ , de  $70$  à  $80^\circ\text{C}$  et de  $80$  à  $90^\circ\text{C}$ .

Le tracé de la courbe  $D_e=f(T_a)$ , dans les conditions de séchage citées ci-dessus, montre l'existence d'une relation linéaire entre la diffusivité et la température de l'air du séchage du grignon d'olive dont le coefficient de détermination est de  $0.999$  (figure 4.19). Ce constat a été observé par Hassini et al. (2005) [83] lors du séchage de la pomme de terre, la carotte et la pomme.

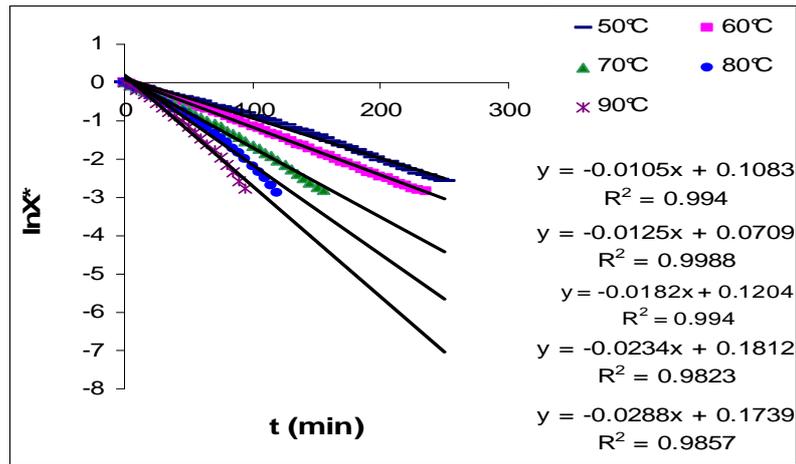


Figure 4.17 :  $\ln X^*=f(t)$  pour différentes températures de l'air de séchage du grignon d'olive ( $e = 9 \text{ mm}$  ;  $V_a = 1 \text{ m s}^{-1}$ )

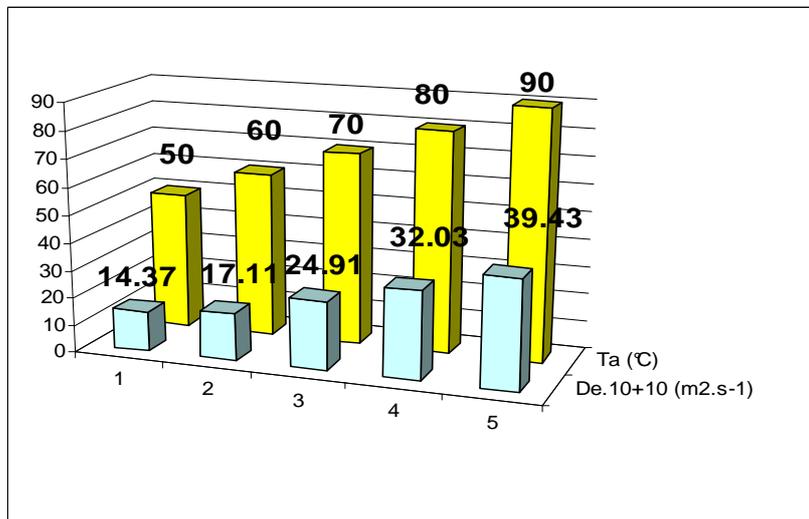


Figure 4.18 : Valeurs de la diffusivité massique correspondantes aux différentes températures de l'air de séchage du grignon d'olive ( $e = 9 \text{ mm}$  ;  $V_a = 1 \text{ m .s}^{-1}$ )

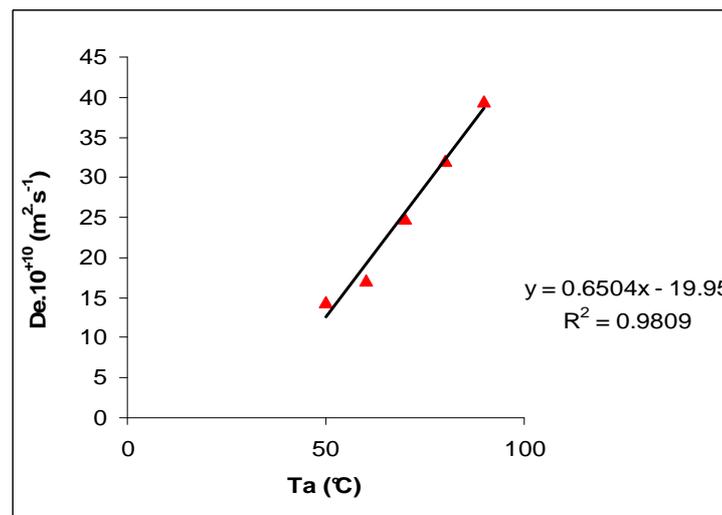


Figure 4.19: Evolution de  $D_e$  en fonction de la température de l'air de séchage ( $e = 9 \text{ mm}$  ;  $V_a = 1 \text{ m .s}^{-1}$ )

#### IV.3.1.2 Vitesse de l'air de séchage

Pour étudier l'impact de la vitesse de l'air sur le processus de séchage, les essais sont réalisés sur une couche de grignon d'olive d'épaisseur de 9 mm dont la température de l'air est de 70 °C avec une vitesse variable : 1.0, 1.4 et 1.8 m s<sup>-1</sup>.

La figure 4.20 présente les courbes de la fonction  $\ln X^* = f(t)$ . Les valeurs du coefficient  $D_e$  déduites de la pente de ces courbes sont données dans la figure 4.21.

Les résultats obtenus montrent que le coefficient de diffusion varie de  $2.49 \cdot 10^{-9}$  à  $3.43 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  et augmente avec l'accroissement de la vitesse de l'air de séchage du grignon d'olive. Dans les conditions expérimentales examinées, une augmentation de 40% de la vitesse de l'air de séchage accroît de 13% environ la diffusivité effective. Cette augmentation est approximativement deux fois plus grande pour un accroissement de la vitesse de l'air de 80%.

L'évolution du coefficient de diffusion en fonction de la vitesse de l'air, illustrée par la figure 4.22, montre l'existence d'une relation linéaire dont le coefficient de détermination est élevé (0.964).

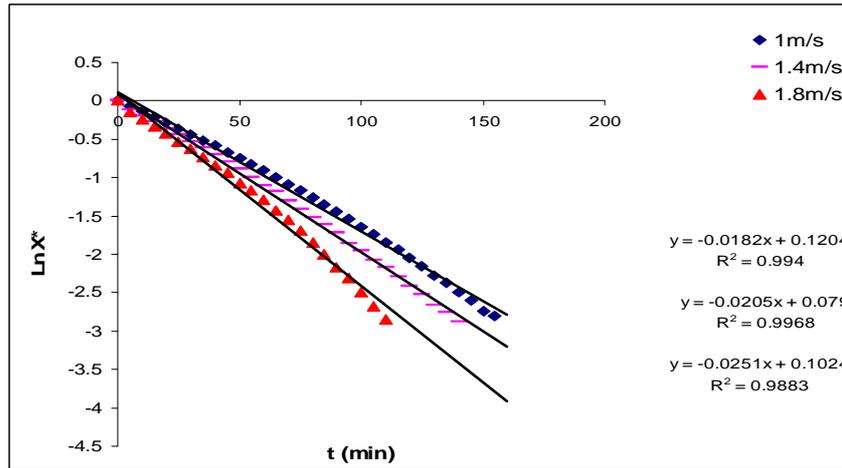


Figure 4.20 :  $\ln X^*=f(t)$  pour différentes vitesse de l'air de séchage du grignon ( $e = 9 \text{ mm}$  ;  $T_a=70^\circ\text{C}$ )

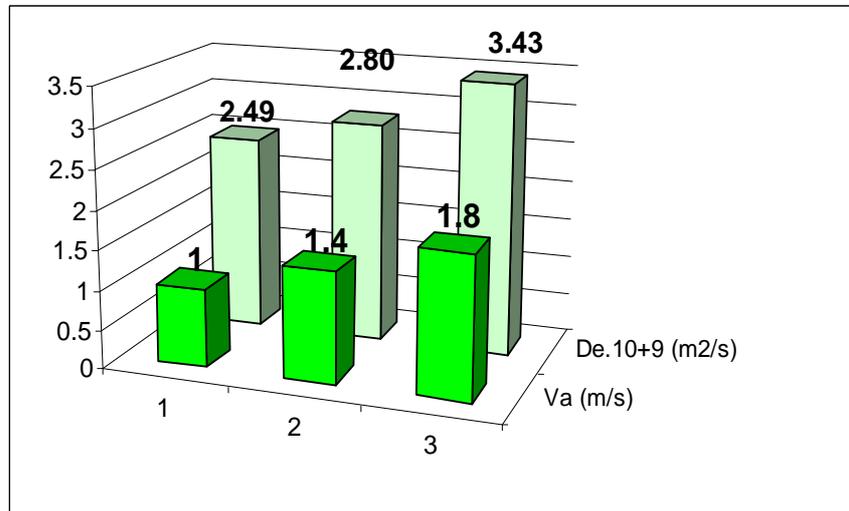


Figure 4.21 : Les valeurs du coefficient de diffusion pour différentes vitesses de l'air de séchage du grignon ( $e = 9 \text{ mm}$  ;  $T_a = 70^\circ\text{C}$ )

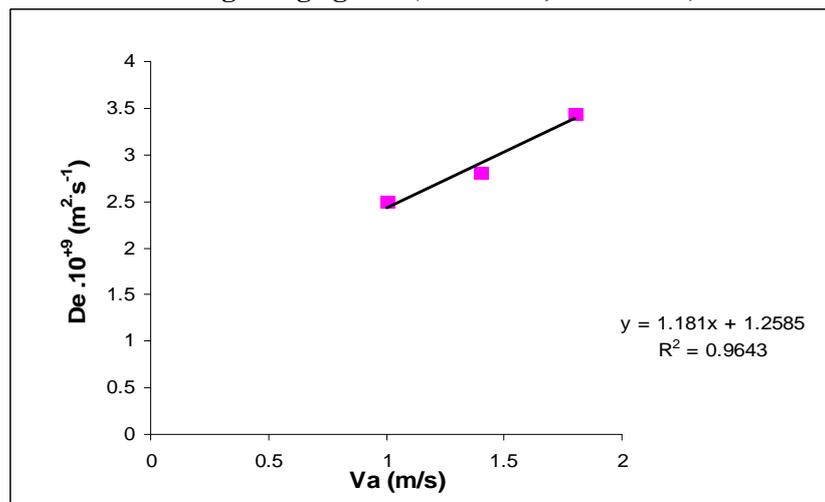


Figure 4.22 : Evolution de  $D_e$  en fonction de la vitesse de l'air de séchage du grignon

### IV.3.1.3 Epaisseur de la couche de grignon d'olive

A partir des courbes  $\ln X^*=f(t)$  présentées par la figure 4.23, nous avons calculé les valeurs du coefficient de diffusion.

Les valeurs du coefficient de diffusion obtenu varient de  $1.50 \cdot 10^{-9}$  à  $3.26 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$  comme le montre la figure 4.24. Cette figure nous permet aussi de constater que  $D_e$  augmente avec l'accroissement de l'épaisseur de la couche du grignon d'olive séché.

En effet une augmentation de 50% de l'épaisseur correspond à une augmentation du coefficient d'environ de 65% et pour une augmentation de 100% de cette épaisseur elle est de 116 %.

La figure 4.25 illustrant les courbes  $D_e=f(e)$  montre que l'augmentation de  $D_e$  en fonction de l'épaisseur se fait de façon linéaire avec un coefficient de détermination de 0,9951.

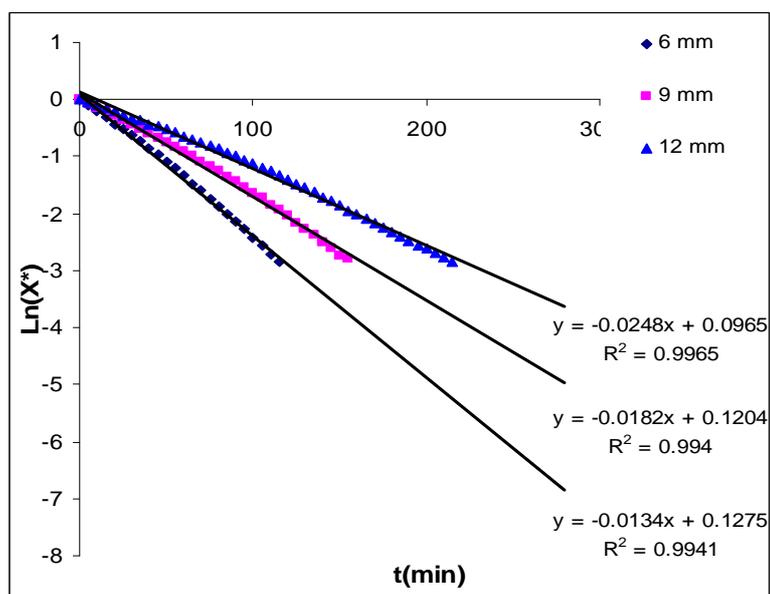


Figure 4.23 :  $\ln X^*=f(t)$  pour différentes épaisseurs de la couche de grignon ( $V_a = 1\text{m.s}^{-1}$ ;  $T_a = 70^\circ\text{C}$ )

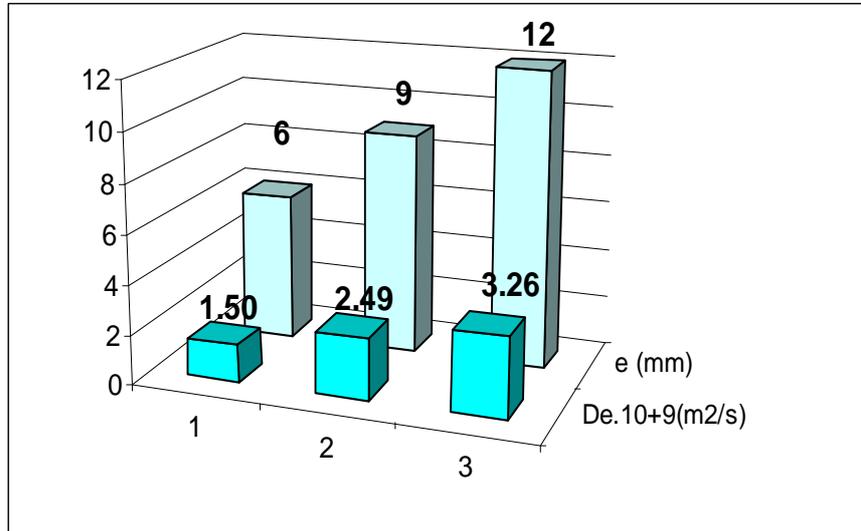


Figure 4 .24: Valeurs du coefficient de diffusion en fonction de l'épaisseur de la couche de grignon ( $V_a = 1 \text{ m s}^{-1}$  ;  $T_a = 70 \text{ }^\circ\text{C}$ )

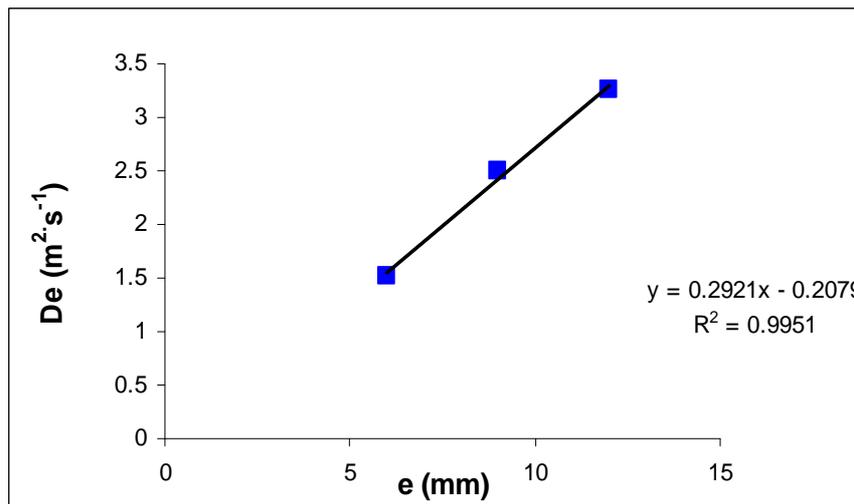
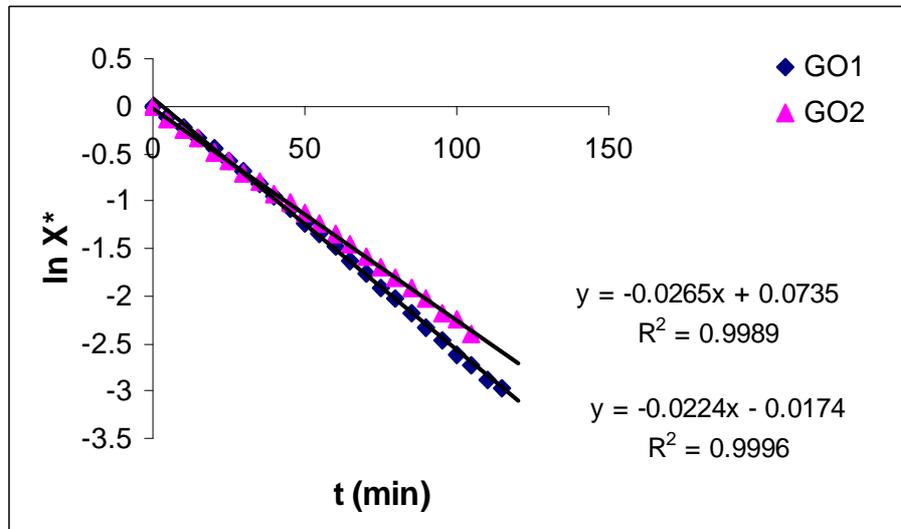


Figure 4.25: Evolution de la diffusivité massique en fonction de l'épaisseur de la couche de grignon d'olive ( $V_a = 1 \text{ m s}^{-1}$  ;  $T = 70 \text{ }^\circ\text{C}$ )

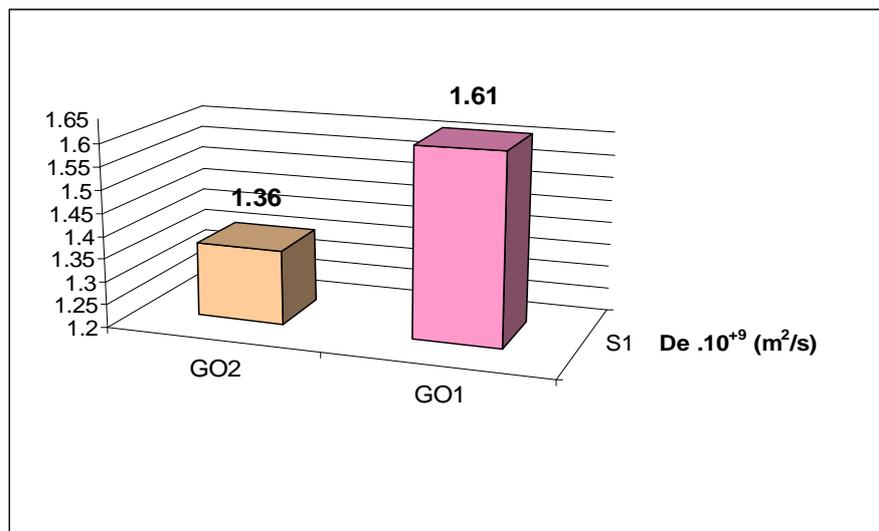
**IV. 3.1.4 Granulométrie de grignon d’olive**

Les valeurs de  $D_e$  calculées à partir des pentes des droites la figure 4.26 sont données par la figure 4.27. Cette figure nous permet de constater que le coefficient de diffusion massique du GO1 est supérieur de 15% environ par rapport à celle du GO2.

Ceci s’expliquerait par le fait que ce dernier renferme une proportion plus élevée de particules à gros diamètre donc une surface de contact avec l’air chaud plus faible. A contrario le grignon GO1 est surtout composé de particules de moyen et faible diamètre donc une surface plus grande d’où une diffusivité plus élevée.



**Figure 4.26 :  $\ln X^*=f(t)$  pour différentes granulométries de grignon ( $V_a=1 \text{ m s}^{-1}$  ;  $e=6\text{mm}$  ;  $T_a=70 \text{ }^\circ\text{C}$ )**



**Figure 4.27 : Valeurs du  $D_e$  pour différentes granulométrie de grignon ( $V_a=1\text{m.s}^{-1}$  ;  $e=6\text{mm}$  ;  $T_a=70 \text{ }^\circ\text{C}$ )**

D'après le tableau 4.3, on remarque que pour différentes coédérations opératoires de séchage du grignon les valeurs de  $D_e$  obtenues s'intègrent dans la gamme des valeurs obtenues pour les produits biologiques ( $10^{-8}$  à  $10^{-12}$   $m^2.s^{-1}$ ).

On y remarque aussi que dans tous les cas étudiés le coefficient de diffusion augmente avec l'accroissement de la température, de la vitesse de l'air asséchant et de l'épaisseur de la couche de grignon.

D'après les auteurs Cranck (1975) [123] et Agreba et al (1990) [122], ceci nous permettrait de confirmer le choix d'une diffusion Fickienne.

**Tableau 4.3: Valeurs du coefficient de diffusion pour différentes épaisseurs, températures, et vitesses de l'air**

$V_a$ ( $m.s^{-1}$ )	1		
$T_a$ ( $^{\circ}C$ )	$D_e$ ( $m^2.s^{-1}$ ). $10^{+9}$		
	6	9	12
60	1.23534	1.71153	2.06905
70	1.50919	2.49199	3.2618
80	1.85606	3.20398	4.21112
90	2.72019	3.94336	6.10978
$e$ (mm)	9		
$T_a$ ( $^{\circ}C$ )	$D_e$ ( $m^2.s^{-1}$ ). $10^{+9}$		
	1	1,4	1.8
60	1.71153	1.77999	1.91691
70	2.49199	2.80691	3.14921
80	3.20398	3.47783	3.61475
90	3.94336	4.50475	5.4632

### IV.3.2 Influence des paramètres sur l'énergie d'activation

L'énergie d'activation  $E_a$  est calculée à partir de la pente du graphe  $\ln D_e = f(1/T)$  selon l'équation 3.12.

#### IV.3.2.1 Epaisseur de la couche de grignon d'olive

Les valeurs de  $E_a$  sont calculées à partir des pentes de la figure 4.28. Les expériences sont réalisées avec une vitesse d'air de  $1\text{ m s}^{-1}$  pour différentes températures et épaisseurs de la couche de grignon.

Les valeurs obtenues représentées par la figure 4.29 montrent que  $E_a$  varie de 25 à 35  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Ces valeurs sont en bon accord avec celles données dans la littérature pour le séchage d'autres matières végétales [84 ; 124; 125 ; 126 ; 127].

D'après ces résultats l'énergie d'activation augmente sensiblement avec l'épaisseur de la couche du grignon d'olive. Dans l'intervalle d'épaisseur considéré, cette augmentation est de 8% lorsque l'épaisseur passe de 6 à 9 mm (50% d'augmentation), et de 37% lorsque l'épaisseur passe de 6 à 12 mm (100% d'augmentation).

D'après la figure 4.30, l'évolution de  $E_a$  en fonction de l'épaisseur de la couche du grignon d'olive suit une loi linéaire vu que le coefficient de détermination est élevé (0.9006). Cela signifie que plus l'épaisseur est grande plus l'énergie nécessaire à la diffusion de l'eau dans le produit est importante.

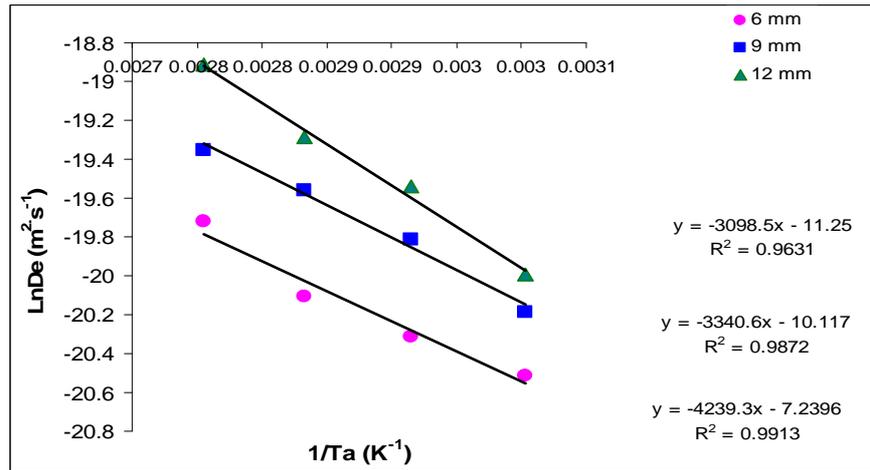


Figure 4.28: LnDe = f(1/T) pour différentes épaisseurs de la couche de grignon d'olive

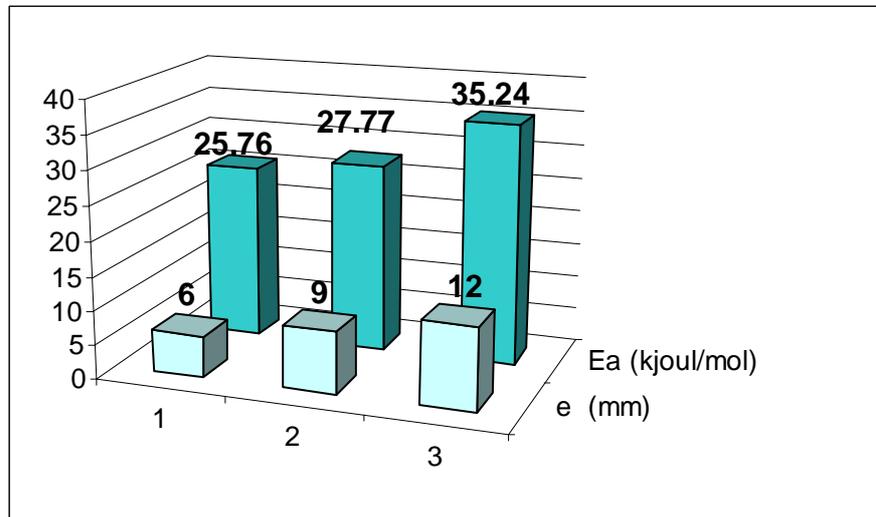


Figure 4.29: Valeurs de l'énergie d'activation pour différentes épaisseurs de la couche de grignon d'olive

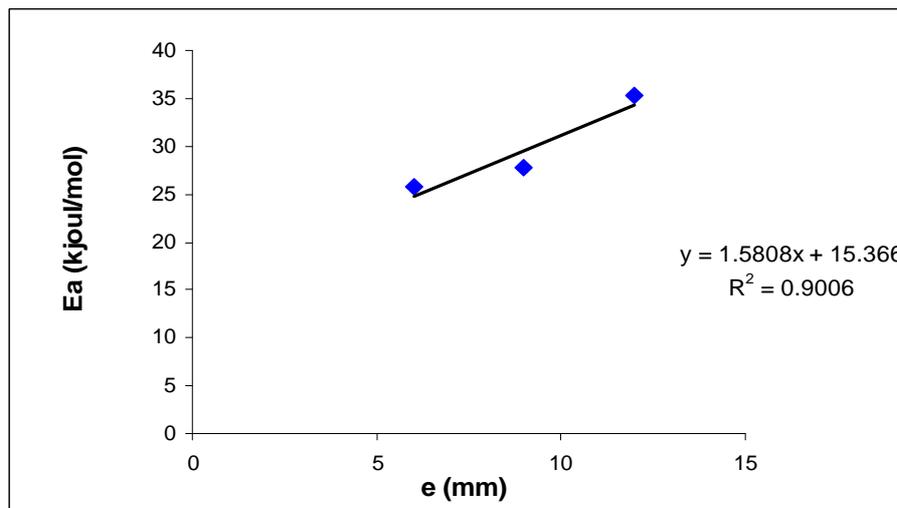


Figure 4.30 : Evolution de l'énergie d'activation en fonction de l'épaisseur de la couche de grignon d'olive

### IV.3.2.2 Vitesse de l'air de séchage

La figure 4.32 présente les valeurs de l'énergie, pour différentes vitesses de l'air de séchage (1.0 ; 1.4 et 1.8 m.s<sup>-1</sup>), calculées à partir de la pente des droites de la figure 4.31. Les valeurs de  $E_a$  varient de 27 à 33 kJoul.mol<sup>-1</sup> ce qui indique l'impact positif de ce paramètre sur  $E_a$ . En effet plus la vitesse est grande plus l'énergie est grande. Elle s'élève environ de 9% pour une augmentation de la vitesse de l'air d'environ 40% et de 18.8% pour une augmentation d'environ 80%. Cela explique que plus la vitesse de l'air est élevée plus l'énergie nécessaire à la diffusion de l'eau est importante.

Selon la figure 4.33 l'énergie d'activation évolue linéairement avec la vitesse de l'air de séchage du grignon, dont le coefficient de détermination est de 0.9991.

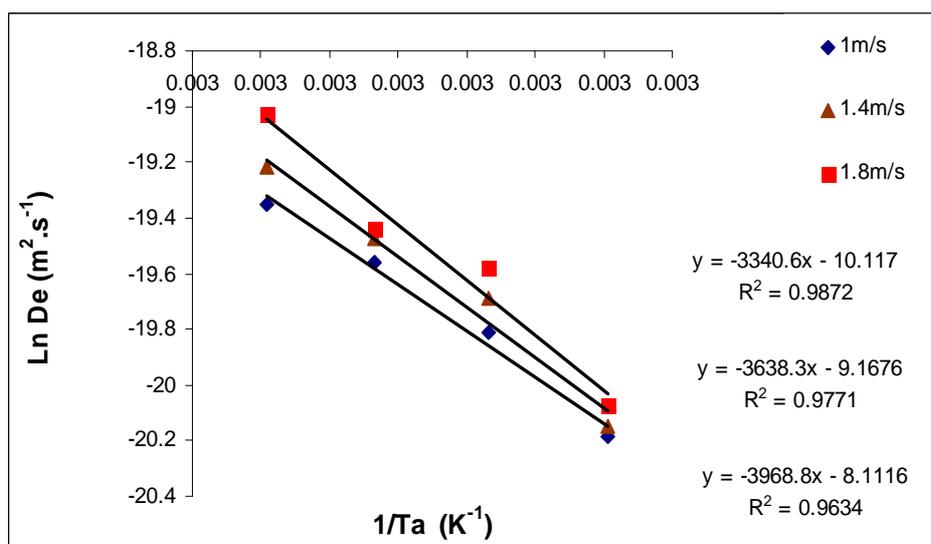


Figure 4.31: Courbes  $\ln De = f(1/T)$  pour différentes vitesses de l'air de séchage

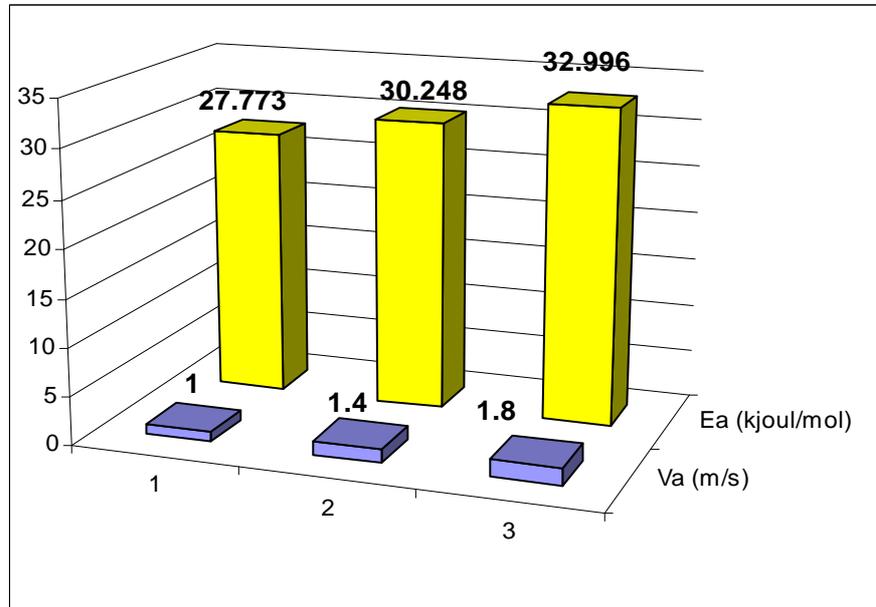


Figure 4.32 : Valeurs de l'énergie d'activation pour différentes vitesses de l'air de séchage du grignon

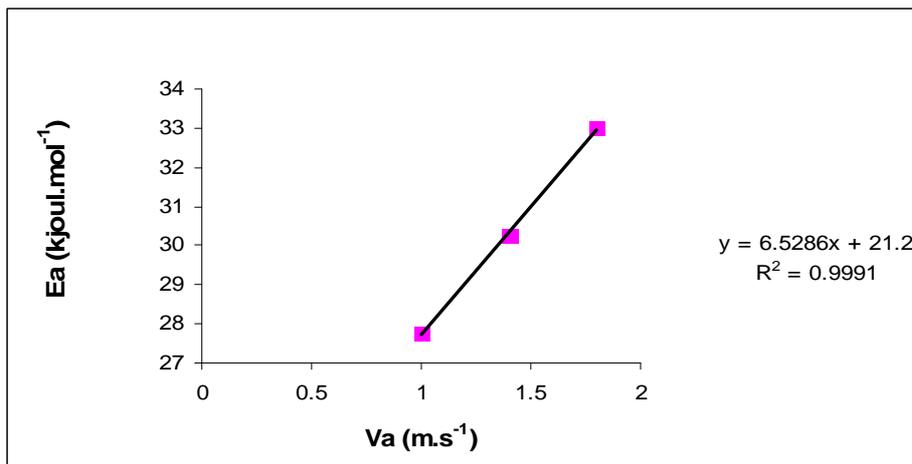


Figure 4.33 : Evolution de l'énergie d'activation en fonction de la vitesse de l'air de séchage du grignon

IV. 3.2.3 Granulométrie du grignon d'olive

La figure 4.35 donne les valeurs de Ea, calculées à partir de la figure 4.34, des deux échantillons de grignon séchés dans les mêmes conditions opératoires.

L'énergie d'activation pour GO2 est supérieure de 12,8 % à celle du GO1, ce qui indique que le séchage de l'échantillon de faible granulométrie nécessite moins d'énergie.

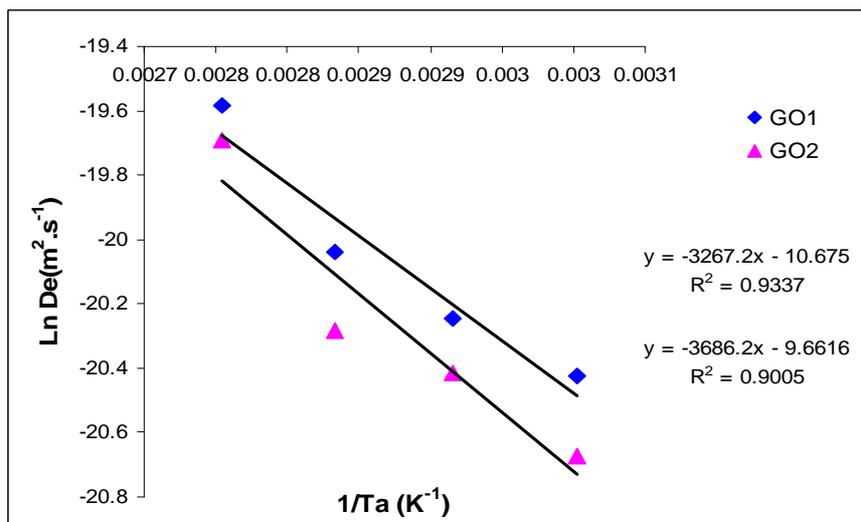


Figure 4.34: Courbes de ln De =f(1/T)

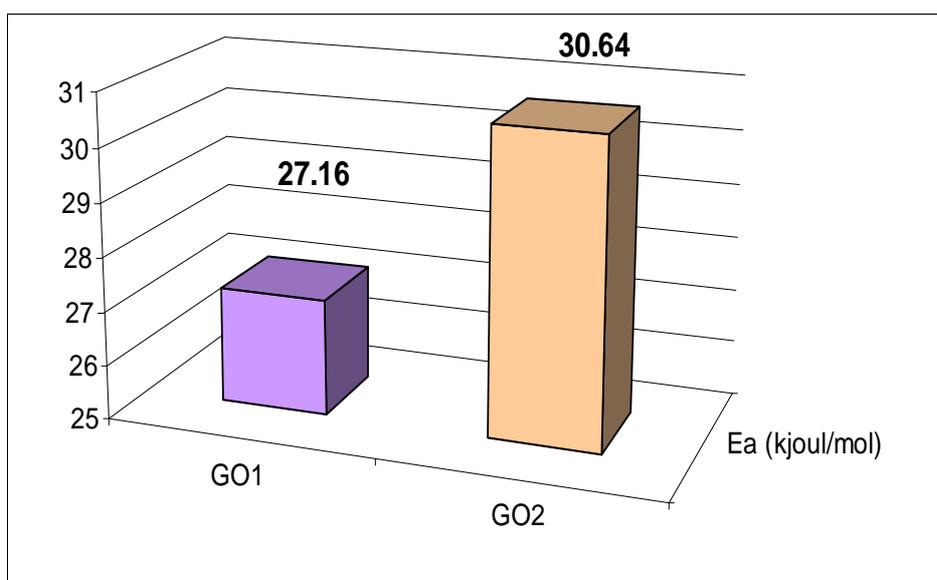


Figure 4.35 : Valeurs de l'énergie d'activation pour différentes granulométries de grignon séché ( Va = 1m s<sup>-1</sup>, e = 6 mm )

Le tableau 4.4 nous permet de comparer nos valeurs de l'énergie d'activation calculées pour le séchage du grignon d'olive avec ceux obtenues pour le séchage d'autres produits biologiques. Nous pouvons dire que nos résultats s'insèrent dans la gamme des résultats déjà publiés.

**Tableau 4.4: Comparaison des valeurs de l'énergie d'activation du grignon avec ceux de la littérature**

<b>Produit</b>	<b>Ea (kjoul.mol<sup>-1</sup>)</b>	<b>Références</b>
Grignon d'olive	25 à 33	Notre étude
Menthe ronde	62.96	Doymaz [84]
Menthe verte	82.93	Park <i>et al.</i> [126]
Poivre rouge	42.8	Kaymak-Ertekin [125]
Pois vert	24	Simal <i>et al.</i> [127]
Menthe	84.796	A. Aghfir [124]

#### IV.4 DETERMINATION DE LA COURBE CARACTERISTIQUE DE SECHAGE DU GRIGNON D'OLIVE

Pour tracer la courbe caractéristique de séchage nous avons porté sur le même graphe les teneurs en eau réduites en abscisse et en ordonné les valeurs correspondante de la vitesse normée de séchage  $V_s^*$ . Pour ce faire nous avons utilisé les résultats obtenues lors du séchage du grignon d'olive GO1 dans les conditions expérimentales suivantes :

- température de l'air asséchant,  $T_a = 60 ; 70 ; 80$  et  $90^\circ\text{C}$ .
- épaisseur de la couche de l'échantillon,  $e = 6, 9$  et  $12$  mm,
- vitesse de l'air asséchant,  $V_a = 1.0$  et  $1.8$  m.s<sup>-1</sup>,

La figure 4.36 donne la courbe caractéristique de séchage (C.C.S) pour différentes conditions aérothermiques de l'air et du produit. Cette courbe caractéristique est obtenue à partir de lissage de tous les points expérimentaux. L'équation de cette courbe est une fonction polynômiale de degré 5 et qui est exprimé par la relation (4.17). La valeur assez élevée du coefficient de détermination (0.899) indique un bon regroupement de tous les essais autour de la courbe dite courbe caractéristique.

D'après la littérature la courbe caractéristique du séchage de nombreux végétaux est de type polynomial.

$$V_s^* = -7,05X^{*5} + 15,42X^{*4} - 10,46X^{*3} + 1,652X^{*2} + 1,437X^* + 0,001 \quad (4.1)$$

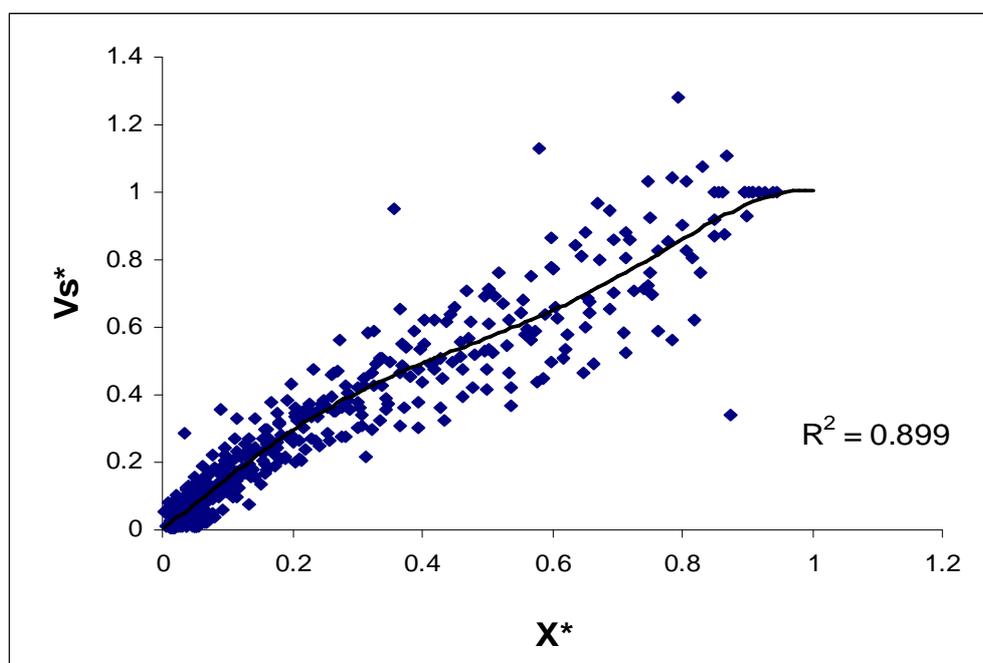


Figure 4.36 : Courbe caractéristique de séchage du séchage du grignon d'olive

## IV.5 MODELISATION STATISTIQUE

La recherche du modèle mathématique de la cinétique de séchage du grignon, s'est faite sur la base des données expérimentales obtenues dans les conditions opératoires de séchage suivantes :

- température de l'air asséchant,  $T_a = 60 ; 70 ; 80 \text{ et } 90 \text{ }^\circ\text{C}$ ,
- épaisseur de la couche de l'échantillon,  $e = 6 ; 9 \text{ et } 12 \text{ mm}$ ,
- vitesse de l'air,  $V_a = 1\text{m.s}^{-1}$ .

Les valeurs des coefficients des différents modèles accompagnées des valeurs des paramètres statistiques utilisés sont consignées en annexe 1 ; 2 ; 3 et 4. Les différents modèles sont comparés en s'appuyant sur les valeurs du coefficient de détermination ( $r^2$ ), du ki-carré réduit ( $\chi^2$ ) et de la racine carré de l'erreur quadratique moyenne (RMSE).

Dans les conditions expérimentales examinées, les valeurs du coefficient de détermination, du ki-carré réduit et de la racine carré de l'erreur quadratique moyenne varient respectivement, de 0.99692 à 0.99993 ;  $6.65 \cdot 10^{-6}$  à  $2.62 \cdot 10^{-4}$  et 0.0023206 à 0.016333. Les valeurs élevées de  $r^2$  et les faibles valeurs de  $\chi^2$  et RMSE indiquent un bon ajustement de ces modèles aux résultats expérimentaux.

Parmi ces modèles, le modèle de Midilli donne des valeurs du coefficient de détermination les plus élevées (supérieures à 0.99900) pour les différentes températures et épaisseurs de l'échantillon. La valeur de  $r^2$  la plus élevée (0.99993) et les valeurs de  $\chi^2$  et RMSE les plus faibles respectivement  $6.65 \cdot 10^{-6}$  et  $2.3206 \cdot 10^{-3}$  sont obtenues à la température de  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Le modèle de Midilli est donc le modèle qui décrit le mieux le comportement du séchage du grignon d'olive dans un séchoir de type tunnel. Il est suivi à cette température par les modèles de Page et Page modifié où les valeurs de  $r^2$ ,  $\chi^2$  et RMSE sont respectivement 0.99990, 0.0000088 et 0.002814.

A titre d'illustration de la bonne qualité de cette identification, nous avons présenté d'une part des courbes  $X^* = f(t)$  déterminés par le modèle de Midilli et celles obtenues expérimentalement (figures 4.37 et 4.38). D'autre part des courbes représentant les valeurs de la teneur en eau réduite  $X^*$  prédite par le modèle de Midilli en fonction de celles déterminées expérimentalement (figures 39 et 40). Les résultats montrent qu'il y a un bon accord entre la théorie et l'expérience. Nous notons que d'autres essais de comparaison ont donné le même résultat.

Les valeurs de la constante  $k$  du modèle de Midilli varient de  $7.24 \cdot 10^{-3}$  à  $24.77 \cdot 10^{-3}$  d'après la figure 4.41. Selon cette même figure nous remarquons d'une part, que  $k$

augmente avec l'accroissement de la température de l'air pour différentes épaisseurs de la couche de grignon séchée. D'autre part cette constante diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche pour différentes températures.

Les figures 4.42 et 4.43, nous permettent de constater que l'évolution de la constante k en fonction de la température et l'épaisseur de la couche, se fait selon une relation linéaire. Les coefficients de détermination varient de 0.8224 à 0.9956.

**Tableau : Les équations de Midilli pour différentes conditions de séchage du grignon**

		e=06mm			Modèle de Midilli
T(°C)	k	n	a	b	$X^*=a \exp(-k t^n)+bt$
60	0.01191	1.069	0.9882	-0.0003195	$X^*=0.9882\exp(-0.01191 t^{1.069})-0.0003195t$
70	0.01684	1.057	0.9934	-0.000229	$X^*=0.9934\exp(-0.01684 t^{1.057})-0.000229t$
80	0.01989	1.086	1.002	-6.423e-005	$X^*=1.002 \exp(-0.01989 t^{1.086})-6.423E-005t$
90	0.02477	1.109	0.9961	-0.0004325	$X^*=0.9961 \exp(-0.02477 t^{1.109})-0.0004325t$
		e=09mm			
T(°C)	k	n	a	b	
60	0.007698	1.082	0.9886	-2.923E-005	$X^*=0.9886\exp(-0.007698 t^{1.082})-2.923E-005t$
70	0.01166	1.057	0.9981	-0.0002372	$X^*=0.9981\exp(-0.01166 t^{1.057})-0.0002372t$
80	0.01271	1.1036	0.9934	-0.00002923	$X^*=0.9934\exp(-0.01271 t)-0.00002923t$
90	0.013747	1.1163	1.001	-0.00051	$X^*=1.001\exp(-0.013747 t^{1.1163})-0.00051t$
		e=12mm			
T(°C)	k	n	a	b	
60	0.007243	1.034	0.9926	2.186e-005	$X^*=0.9926\exp(-0.007243 t^{1.034})+2.186e-005t$
70	0.007546	1.075	0.9873	-0.0001837	$X^*=0.9873\exp(-0.007546 t^{1.075})-0.0001837t$
80	0.0087918	1.125	0.9899	-0.000417	$X^*=0.9899 \exp(-0.0087918 t^{1.125})-0.000417t$
90	0.0155531	1.046	0.99243	-0.000593	$X^*=0.99243\exp(-0.0155531 t^{1.046})-0.000593t$

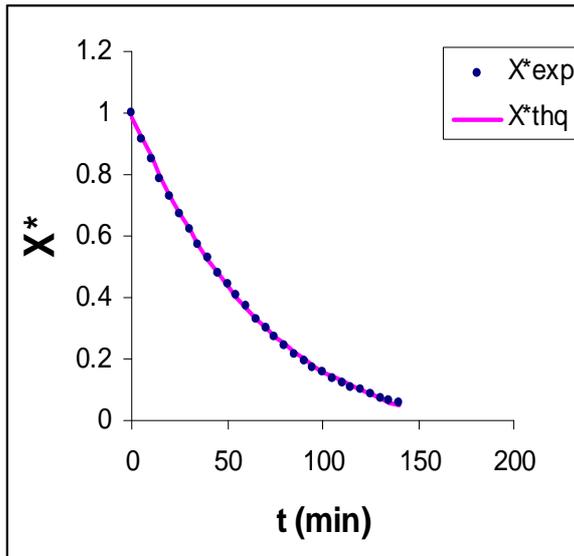


Figure 4.37 : Courbes expérimentales et théoriques de  $X^* = f(t)$  selon modèle Midili (e : 6 mm ;  $V_a$  :  $1\text{m.s}^{-1}$  ;  $T_a$  :  $60^\circ\text{C}$ )

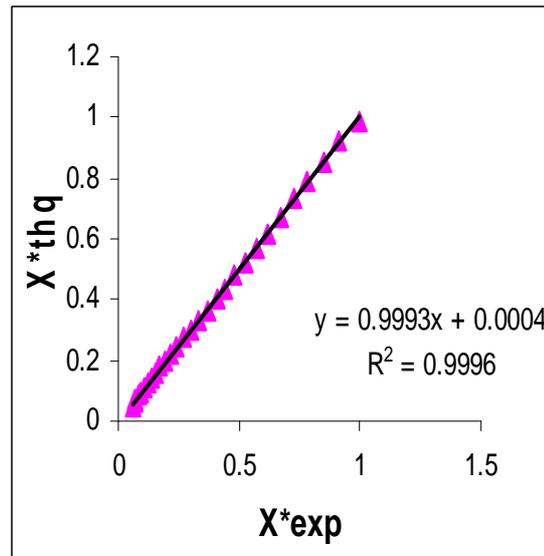


Figure 4.39 : Valeurs de  $X^*$  théoriques selon le modèle Midili en fonction des valeurs expérimentales (e : 6 mm ;  $V_a$  :  $1\text{m.s}^{-1}$  ;  $T_a$  :  $60^\circ\text{C}$ )

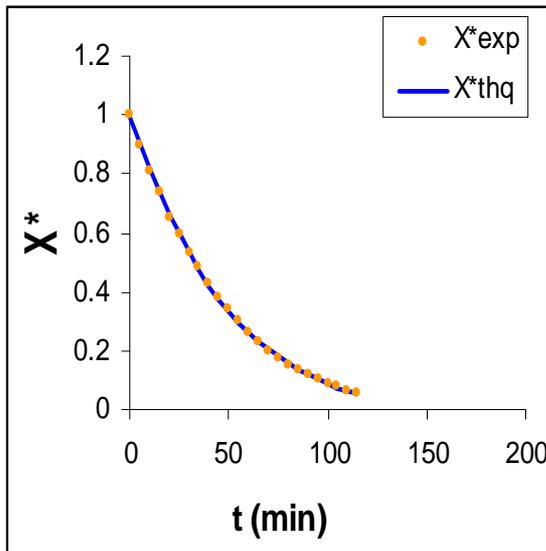


Figure 4.38 : Courbes expérimentales et théoriques de  $X^* = f(t)$  selon modèle Midili (e : 6 mm ;  $V_a$  :  $1\text{m.s}^{-1}$  ;  $T_a$  :  $70^\circ\text{C}$ )

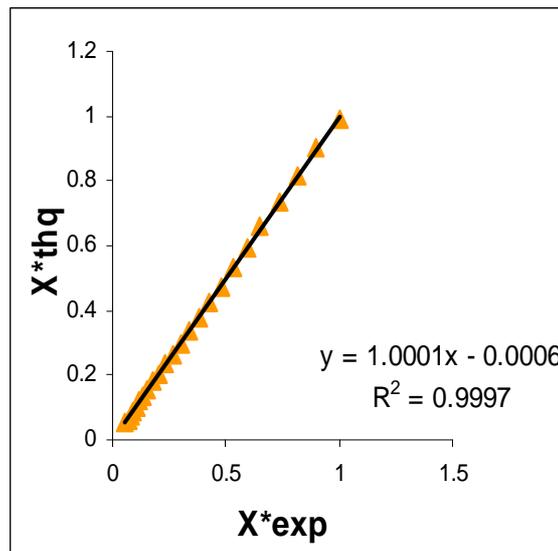


Figure 4.40 : Valeurs de  $X^*$  théoriques selon le modèle Midili en fonction des valeurs expérimentales (e : 6 mm ;  $V_a$  :  $1\text{m.s}^{-1}$  ;  $T_a$  :  $70^\circ\text{C}$ )

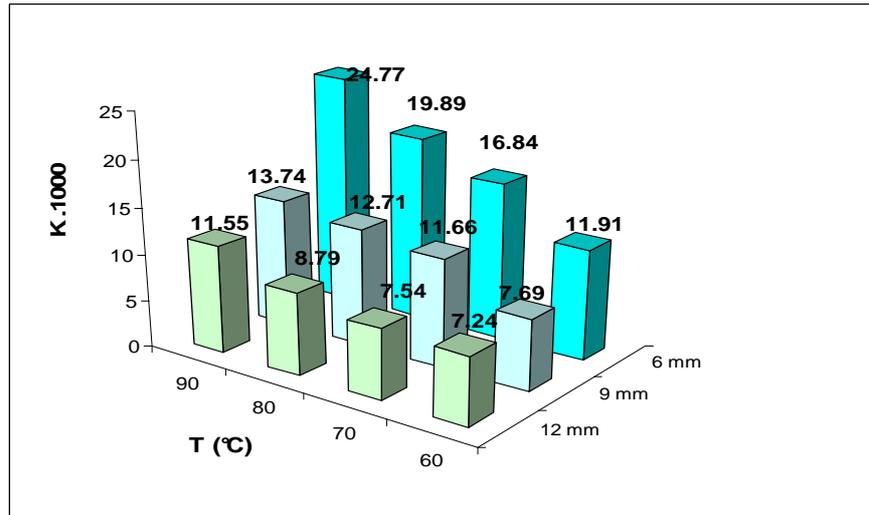


Figure 4.41: Valeurs de k en fonction de la température de l’air et de l’épaisseur de la couche de grignon d’olive

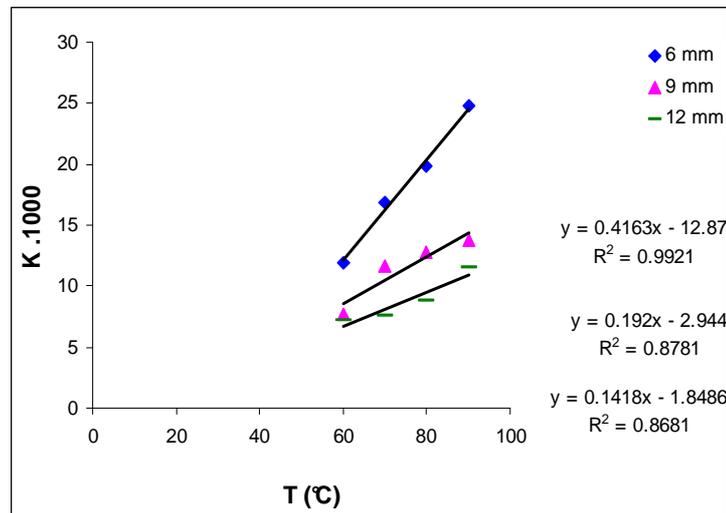


Figure 4.42 : Influence de la température de l’air de séchage sur k

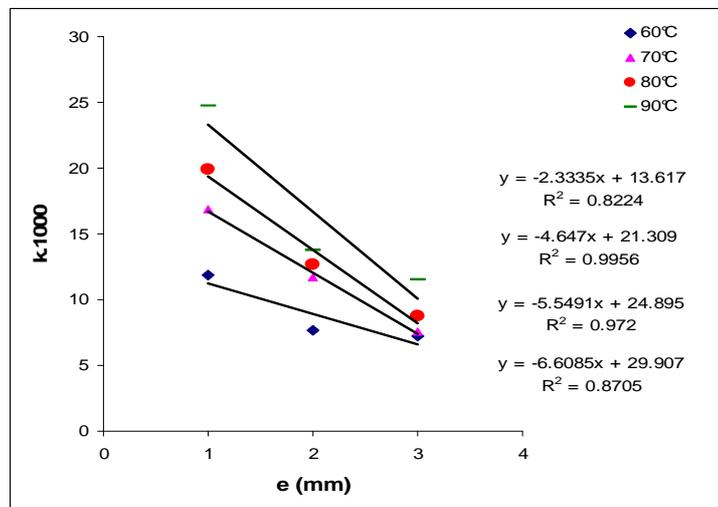


Figure 4.43 : Influence de l’épaisseur de la couche du grignon sur k

Conclusion générale

## Conclusion Générale

Ce travail présente une étude du séchage par convection de couches minces du grignon d'olive dans un séchoir de type tunnel. L'allure générale des courbes cinétiques montre l'absence de la période de mise en température et de la période à allure constante. Le séchage du grignon se déroule dans la période à allure décroissante.

Les résultats de l'étude paramétrique ont montré que le séchage du grignon est influencé par l'épaisseur de la couche et par les conditions aérothermiques de l'air. La vitesse de séchage diminue avec l'épaisseur de l'échantillon, elle augmente avec la température et la vitesse de l'air asséchant.

Dans les conditions expérimentales examinées, les valeurs calculées du coefficient de diffusion et l'énergie d'activation sont comparables à ceux des autres produits biologiques. Ces deux paramètres sont influencés par la température de séchage, la vitesse de l'air asséchant et l'épaisseur de l'échantillon. D'après ces constatations on peut dire que le processus de transfert de l'eau du produit est régi surtout par le mécanisme de la diffusion.

La courbe caractéristique de séchage pour différentes conditions aérothermiques de l'air et du produit a été obtenue à partir de lissage de tous les points expérimentaux. L'équation de cette courbe est une fonction polynômiale de degré 5. La valeur assez élevée du coefficient de détermination indique un bon regroupement

Neuf modèles mathématiques de séchage en couches minces ont été testés pour décrire les courbes cinétiques de séchage du grignon d'olive. Parmi ces modèles, le modèle de Midilli-Kucuk apparaît comme celui qui décrit d'une manière satisfaisante la cinétique de séchage par convection en régime continu du grignon d'olive dans les conditions opératoires données. La constante  $k$  de ce modèle évolue en fonction de la température et l'épaisseur de la couche selon une relation linéaire avec des coefficients de détermination relativement élevés.

La courbe caractéristique de séchage et les modèle mathématiques ont permis de représenter la cinétique de séchage sans nécessité d'hypothèses sur la nature des mécanismes internes du produit pendant le séchage. Ces outils sont intéressants pour fixer les différents paramètres de séchage d'un produit ou pour la conception d'un séchoir. Cependant ils ne sont valables que dans le domaine dans lequel le séchage a été réalisé.

Cette étude nous a permis aussi de constater que la prévision de la cinétique de séchage ne peut être effectuée sans l'expérimentation.

Nous espérons que notre travail soit une bonne contribution dans le cadre d'un processus de valorisation du grignon d'olive en Algérie, minimisant la pollution engendré par celui-ci.

# Références bibliographiques

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. **Di Giovacchino, L.** (1989). Systèmes de mise en œuvre des olives : séparation de l'huile des moûts. *Olivae*, 6(26).
2. **Nefzaoui, A.** (1985). Valorisation des lignocelluloses dans l'alimentation des ruminants par des traitements aux alcalis. Application aux grignons d'olive. Thèse de Doctorat d'Etat, Université Catholique de Louvain.
3. **Nefzaoui, A.** (1987). Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits, séminaire sur l'économie de l'olivier. *Science et Technique, Olivae* n° 19.
4. **Mahbouli, A.** (1974). L'économie dans le bassin méditerranéen » Office national de l'huile Tunis .CIHEAM option méditerranéennes N°24.
5. **FAO.** (2005). Statistiques de la FAO pour l'oléiculture en 2005 .Monastir, Tunisie, Décembre 1981. 111-113.
6. **COI<sup>2</sup>**: Conseil Oléicole International ( 2006): Dénomination et définitions des huiles d'olive ; statistiques pour l'huile d'olive et les olives de table.
7. **Chimi, H.** (2006). Information de marche dans le secteur des produits de base .info. comm ; CNUCED.
8. **Touzani, A .** (2004). Importance économique de l'huile de grignon d'olive dans le monde . Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Volume 11, Numéro 3, 185-8
9. **COI<sup>1</sup>**: Conseil Oléicole International (2003) :T15/NCn°3/Rev.15Dec 2003.
10. **Daguenet, M.**(1985). Les séchoirs solaires : théorie et pratique ». Publication UNESCO Paris France.
11. **COI<sup>3</sup>**: Conseil Oléicole International (2006).T.33-/Doc. n° 4. Guide de gestion de la qualité de l'industrie d'extraction de l'huile de grignons d'olive.
12. **Argenson. et al.** (1999). *L'olivier*, 7, 169,183.
13. **AISSAM, H.** (2003). Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase. Thèse de Doctorat ;UFR : Biologie cellulaire et moléculaire appliquée à l'environnement et à la santé Spécialité : Microbiologie de L'Environnement.
14. **Francesco, G.L.** (1993). Evaluations économiques sur l'innovation technologique. Les problèmes de l'environnement dans le secteur oléicole en Italie. *Olivae*, 47, 15-20.
15. **Lawrence, K. Wang ; Yung-Tse Hung ; Howard ;L,Constantine;Yapijajakis .**(2006). Waste treatment in the food processing industry. Edition: CR.Press.
16. **Ranalli1, G., G. Alfano, M. Bahammi, C. Belli1, G. Lustrato.** (2003). Gestion des sous-produit de la filière oléicole au MAROC.
17. **Nefzaoui A.**(1991). Valorisation des sous-produits de l'olivier »LABORATOIRE DE NUTRITION animale INRA de Tunisie Option Méditerranéennes - Série Séminaires – n° 16 - 1991: 101-108

## Références bibliographiques

18. **Benyahia, N., Zein, K.** (2003). Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Contribution spéciale de Sustainable Business Associates à SESEC II, 2-7.
19. **Benhayoun, G ; et Lazzert, Y.** (2007). L'olivier en méditerranée : du symbole à l'économie. »pp 10 - 30- 31-32. Edition : l'HARMATTAN.
20. **Ranalli, A.** (1991). L'effluent des huiles d'olives : propositions en vue de son utilisation et son épuration. Références aux normes italiennes en la matière. *Olivae*. 39, 18-34.
21. **Fiestas Ros de Ursenos J.A.** (1981) : Différentes utilisations des margines : Actes séminaire international sur la valorisation des sous-produits de l'olivier. FAO-UNDP. Tunisie, pp 93-110.
22. **Roger, P. ; Alazard D., I. Gaime-Perraud, J-L Garcia, M. Labat et S. Roussos,** (1999). L'environnement: une priorité pour l'agriculture; traiter et recycler les déchets. Salon International de l'Agriculture 1-6. 13 pp.
23. **Cadillon, M., Lacassin, J.** La valorisation agronomique des margines. Edition : SCPid ,1-8.
24. **El Alami, B.** (2000). Contribution à l'étude de l'activité anti-oxydante de la fraction phénolique des margines. Mémoire de 3ème cycle, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, Rabat, Maroc. 93 .
25. **Friaâ, A., Mensi, R. et Kallel, A.,** (1986). In : International Symposium on Olive By Products Valoriati on ceds. FAO Madrid). Sevilla (SpainM), pp.2 63-273.
26. **Montedero G., Anichini F., Fantazzo P.** (1980). Composés phénoliques de l'huile d'olive, leur influence sur la technologie d'extraction, sur la résistance à l'oxydation et sur les caractéristiques organoleptiques de l'huile. *Bulletin liaison Groupe Polyphénols*. 9, 39, 55.
27. **Sansoucy, R. ; Alibès, X ; Martilotti, F; Nefzaoui, A ; et Zoipopoulos, P.**(1983). Etude FAO n°43 (Division de la Production et de la Santé Animale).
28. **Nefzaoui, A., Hellings, Ph ;et Vanbelle, M.**(1983). Ensiling olive pulp with ammonia. Effects on voluntary intake and digestibility measured among sheep». In : 34th Annual Meeting of the EAAP Study Commission. Madrid. 118.
29. **Ismail-Alaoui, M ; et Morin, A.**(1998). L'utilisation maximale de l'olive ou comment transformer un problème écologique en débouché économique. Colloque sur les produits naturels par le CRDI et université de Québec et d'Ottawa.
30. **Van Brakel, J.** (1980). Mass transfer in convectif drying, *Advance in drying* 1. Hemisphere Publishing Corporation, 217-268.
31. **Zogzas, N.P., Maroulis, Z.B., Marinos-Kouris, D.**(1996). Moisture diffusivity data compilation in foodstuffs. *Drying Technology*, 14 (10), 2225-2253.
32. **Balatsouras, G ; Komaitis, M ; Aggelis G. Anagnostopoulou G. ; Tsalkakis, G.** (1991) Contribution à la valorisation des grignons d'olive. Enrichissement en matière protéique d'un grignon d'olive dénoyauté par voie microbiologique.
33. **Marisot, A. Tournier J.P.** (1986). Répercussions agronomique de l'épandage d'effluents et déchets de moulins à huile d'olive. *Agronomie*. 6, 235-241.

## Références bibliographiques

34. **Brousse, G., Loussert, R.** (1978). L'olivier, techniques agricoles et production méditerranéenne» Ed. G.P, maison neuve de Larose Paris. 378 à 386.
35. **Ahouannou, C. et Jannot Y., Lips, B., and Lallemand, A.** (2000). Caractérisation et modélisation du séchage de trois produits tropicaux : manioc, gingembre et gombo. Science des aliments, 413-432.
36. **Vasseu, J.** (2009). Séchage : principes et calcul d'appareils Convectif par air chaud (partie 1). Edition : Techniques de l'Ingénieur, traité Agroalimentaire J2451.
37. **Bonazzi, C ; et Bimbenet, J.-J.** (2003) Séchage des produits alimentaires principes .Edition :© Techniques de l'Ingénieur, traité Agroalimentaire F 3 000.
38. **Bonazzi, C ; et Bimbenet J.-J.** (2003). Séchage des produits alimentaires- Appareils et application. Edition: Techniques de l'ingénieur. -F30002 . Vol. Agroalimentaire.
39. **Vachet, F.** (1993). Séchage dans l'industrie chimique. Ed. Techniques de l'Ingénieur, traité Génie des procédés , J 2 483.
40. **Arlabosse P.** (1984). Séchage industriel-Aspects pratiques. Edition: Techniques de l'Ingénieur, J 2455.
41. **Peczalski ,R. et Laurent, M.** Transfert dans les aliments solides- Outils simplifiés de calcul. Vol. Agroalimentaire .Ed. Technique de l'ingénieur. F2005.
42. **Besson, A ; et Bauer, W.** (2000). Cours: Sciences alimentaires 1-Les traitements thermiques // Procédés thermiques de conservation. Edition Lausanne, 43-49.
43. **Mujumdar, A.S ; et Devehastin, S.** (2000). Fundamental Principles of drying - practical guide to industrial drying-. ISBN 974-85913-9-5.
44. **Al Haddad, M.** (2007). Contribution théorique et modélisation des phénomènes instantanés dans les opérations d'autovaporisation et de déshydratation. Thèse pour obtenir le grade de docteur de l'université de la ROCHELLE.
45. **Kribi, S. (2005)** . Décomposition des matières organiques et stabilisation des métaux lourds dans les sédiments de dragage. Thèse de Docteur de l'institut des sciences appliqués Lyon France
46. **Charreau, A ; and R, Cavallé.** (1991). Séchage. Edition Techniques de l'ingénieur J 2480-2483.
47. **Nadeau J.P. et Puiggali J.R.** (1995). Séchage : des processus physiques aux procédées industrielles. Tec&Doc Lavoisier, Paris.
48. **Chemkhi .(2008)** . séchage d'un milieu déformable non saturé : modélisation du coulage hydromécanique. Thèse de doctorat.
49. **Debasti, F.** (2008). Modélisation de l'évaporation en milieu poreux : développement de modèles fondamentaux et appliqués. thèse de docteur en sciences appliqués université Bruxelles.
50. **Ealre, R.L. et Earle, M.D.** (2004). Drying - Unit operations in food processing. Pergamon Commonwealth and International Library, - Web édition. - ISBN 0-08-025536-1.

51. **Chen, X.D., S.X.Q, Lin ; and Chen, G.** (2002). On the ratio of heat to mass transfer coefficient for water evaporation and its impact upon drying modeling. *International Journal of Heat and for Mass Transfer* 45, 4369-4372.
52. **Ruiz Lopez I.I. et al.** (2004). Moisture and temperature evolution during food drying effect of variable proper .*J. Food Eng.* 63, 117-124.
53. **Fick, A.** (1855) .Ueber Diffusion». *Annal en Physik*, 170, pp. 59 - 86.
54. **Fontana, A.J; et al.** (1999). Thermal properties of selected foods using dualneedle heat-pulse sensor [Conférence] ASAE. - Toronto, Ontario .
55. **Richardson, P.** (2001).Thermal technologies in food processing. [Livre]. - [s.l.] :Woodhead publishing and CRC Press, p 178-208. - ISBN 1-8493-1216-7.
56. **Saravacos, G.D. ;et al** (1996). Engineering properties in food processing simulation [Revue] // *Computers Chem. Engng.* , 20, 461-466.
57. **Sjoholm, I ; et al.** (1995). Apple shrinkage upon drying. *Journal of Food Engineering* 25,123-130.
58. **Talla, A ; et al.** (2004). Shrinkage and density evolution during drying of tropical fruits: application to banana. *Journal of Food Engineering*, 64, 103-109.
59. **Lim, L.C. et al.** (2004). Derivation of new drying model from theoretical diffusion controlled drying period .14th International Drying Symposium. - Sao Paulo .Vol. A. - 430-435.
60. **Maroulis, Z.B ; et al.** (1995). Heat and mass transfer modeling in air drying of foods *Journal of Food Engineering*, 26,113-130
61. **Mayor, L; et al.** (2004). Modelling shrinkage during convective drying of food materials a review .*Revue of Food Eng.* 61 373-386.
62. **Krisher, O.&Kroll, K.** (1963). *Technique de séchage. 2e édition de die Wissenschaftlichen Grundlagen der Trocknungstecnik*, Springer Verlag. Traduite par CETIAT, Orsay.
63. **Vanderschuren, J.** (2000). Les principes fondamentaux du séchage. *Les techniques de l'Industrie Minérale* 8:9-31.
64. **Lewis, W. K .** (1921). The rate of drying of solid, *Ind. Eng. Chem.* 13, 5, 427-432.
65. **Hamed.** (1985). Séchage d'un matériau poreux humide par convection forcée d'air chaud : couplage entre les équations de transfert dans le matériau et celle de la couche limite .Application au séchage solaire du bois .Thèse de doctorat, université de perpignan.
66. **Kouhila, M., & al.** (1998). Etude expérimentale du séchage convectif de la menthe dans un séchoir modulaire polyvalent à chauffage partiellement solaire . *Rev. Enrg. Ren. Physique énergétique*, 1-5.
67. **Peczalski, R. and M. Laurent (2000).** Transferts dans les aliments solides-**Modèles physiques et mathématiques.** Ed.Techniques de l'Ingénieur, traité Agroalimentaire. F 2 000
68. **Newman, A.B.** (1931). The drying of porous solids diffusion calculation.*Trans.Amer. Inst. Chem. Engng.* 27, 310-333.

69. **Sherwood, T. K.** (1929). the drying of solid. *Ind. Eng. Chem.* 21, 1, pp12-16.
70. **Ceaglske, N.H; and O.A. Hougen.** (1937). The drying of granular solids. *Trans. Am. Inst Chem. Eng.* 29 (7), 283-312.
71. **Henry, P.S.H. (1939)**. Diffusion in absorbing media. *Proceeding of the Royal Society Mathematical and Physical Sciences.* 171A:215-241
72. **Harmathy, T.Z.** (1969). Simultaneous moisture and heat transfer in porous systems with particular reference to drying. *Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals*, 8 (1), 92-103.
73. **King, C.J.** (1968). Rates of moisture sorption and desorption in porous, dried foodstuffs». *Food technology* 22,165-171.
74. **Van Meel, D.A.** (1958). Adiabatic convection batch drying with recirculation of air». *Chemistry Engineering Science*, 9, 36-44.
75. **Midilli, A; and Kucuk, H.**(2003) Mathematical Modelling of Thin Layer Drying of Pistachio by Using Solar Energy. *Energy Conversion and Management*, 44 ( 7), pp. 1111 - 1122,.
76. **Moyne, C.** (1985). Etablissement des courbes de séchage - Courbes Caractéristique exploitation» *Compte rendu des premières journées scientifiques A. F. S. I. A.*
77. **Moyne, C ; and Puiggali, J. R.** (1991). Séchage : bilan et perspective .*Rev. Gén. Therm. Fr.* n°356-357.
78. **Ait Mohamed, L., Kouhila, M., Jamali, A ., Lahsasni, S., Kechaou, N ; and Mahrouz, M.** (2005). Single Layer Solar Drying Behaviour of Citrus aurantium Leaves under Forced Convection, *Energy Conversion and Management*, 46, 9-10. 1473 – 1483.
79. **Doymaz, I.**, (2007). The kinetics of forced convective air-drying of pumpkin slices. *Journal food. Engng.*79, 243 – 248.
80. **Van Brakel, J.** (1980). Mass transfer in convectif drying, *Advance in drying 1.* Hemisphere Publishing Corporation, 217-268.
81. **Norme Française Homologue NF V 03-921.** (1967). Détermination de la teneur en eau.
82. **Norme Française Homologue NF V03 – 924.** (1976). Détermination de l'extrait à l'hexane.
83. **Hassini L., Azzouz S., Belghith, A.** (2005). Identification du coefficient de diffusion massique a l'aide des cinétiques de séchages par une procédure numérique .*Laboratoire d'énergétique et des transferts thermiques et massiques, faculté des sciences de Tunis, département de physique, le belvédère 1060, Tunis, Tunisie. Récents progrès en génie des procédés, numéro 92 - ISBN 2-910239-66-7, Edition SFGP, Paris.*
84. **Doymaz, I.** (2006). Thin- Layer Drying Behaviour of Mint Leaves (*Mentha Spicata L.*) .*Journal of Food Engineering*, 74, pp. 370 – 375.
85. **Doymaz, I., and Pala, M.**(2003).The Thin-Layer Drying Characteristics of Corn. . *Journal of Food Engineering*,, 60, 2, pp 125-130.

86. **Iglesias, H.A ;Chirife, J** .(1982) .Handbook of food isotherms water sorption parameters for food and food components. Academic Press, New-York.
87. **Toğrul ,I.T., Pehlivan, D** .(2002).Modelling of drying kinetics of single apricot. Journal of Food Engineering, vol.58, 23-32.
88. **Tutuncu, A. M., and Labuza, T. P** .(1996). Effect of geometry on the effective moisture transfer diffusion coefficient. Journal of Food Engineering, 30, 433–447.
89. **Lomauro, C. J., Bakshi, A. S., & Labuza, T. P** .(1985). Moisture transfer properties of dry and semi moist foods. Journal of Food Science, 50, 397- 400.
90. **Benhamou, A; Idlimam, A ; A. Lamharrar, Benyoucef, B. et Kouhila, M** .(2008).Diffusivité hydrique et cinétique de séchage solaire en convection forcée des feuilles de marjolaine .Revue des Energies Renouvelables, 11, 1, 75 – 85.
91. **Fahloul, D., Benmadi, F. et Boudraa, S** .(2009). Estimation de la diffusivité massique et cinétique de séchage sous vide de la pomme de terre (variété Spunà). Revue des Energies Renouvelables, 12, 4 655 – 665.
92. **DA-WEN SUN WOODS J.L.**(1992), the selection of isotherm equations for wheat based on the fitting of available data. J. Stored. Prod. Res., 30, 27-43.
93. **Ertekin, C; and Yaldiz, O** .(2004 ).Drying of Eggplant and Selection of a Suitable Thin Layer Drying Model. Journal of Food Engineering, 63, 3, pp. 349 – 359.
94. **Idlimam, A., Kane C.S.E; and Kouhila, M** .(2007). Single Layer Drying Behaviour of Grenade Peel in a Forced Convective Solar Dryer. Revue des Energies Renouvelables, 10, 2, 191 - 203.
95. **Lahsasni, S., Kouhila, M ., Mahrouz, M., Idlimam, A ; and Jamali A** .(2004). Thin Layer Convective Solar Drying and Mathematical Modeling of Prickly Pear Peel (*Opuntia ficus indica*). Revue des Energies Renouvelables, 29, 2, pp. 211 -224.
96. **Midilli, A., Kucuk, H; and Yapar Z** .(2002) .A New Model for Single Layer Drying. Drying Technology, Vol. 20, N°7, 1503 - 1513.
97. **Diamante, L.M; Munro PA** .(1993) .Mathematical modelling of the thin layer solar drying of sweet potato slices. Solar Energy;51, 271–6.
98. **Madamba, P. S;Driscoll, R. H., & Buckle, K. A** .(1996). The thin layer drying characteristics of garlic slices. Journal of Food Engineering, 29, 75–97.
99. **Ramesh, M. N., Wolf, W., Tevini, D., and Jung, G** .(2001). Influence of processing parameters on the drying spice paprika. Journal of Food Engineering, 49, 63–72.
100. **Thakor, N. J ., Sokhansanj, S ., Sosulski, F. W., and Yannacopoulos,S** .(1999). Mass and dimensional changes of single canola kernels during drying. Journal of Food Engineering, 40, 153–160.

101. **Akpinar, E. K.** (2006) Mathematical modelling of thin layer drying process under open sun of some aromatic plants. *Journal of Food Engineering*, 77, 864–870.
102. **Doymaz, I.** (2004). Drying kinetics of white mulberry .*Journal of Food Engineering* 61 , 341–346.
103. **Yaldiz O., Ertekin C., Ibrahim Uzun H.** (2001). Mathematical modeling of thin layer solar drying of sultanagrapes.*Energy*. 26 .457–465.
104. **Belghit , M ; Kouhila et B. C. Boutaleb.** (1999). Approche Expérimentale de la Cinétique de Séchage de la Verveine (*Lippia Citriodora*). *Revue des Energies Renouvelable*, 2, 87-97.
105. **Bimbenet, J-J ; Duquenoy, A ; et Trystram G.** (2002). *Génie des Procédés Alimentaires*. Edition Dunod, Paris.
106. **Cheftel ,J.C., Cheftel, H;and Besancon ,P.** (1980). *Introduction à la biochimie et la technologie des aliments* .Edition Technologie et Documentation, Paris.
107. **Idlimam, A., Lamharrar,A ; Kane C.S.E. , Akkad S. , et Kouhila M.** (2008). Valorisation de trois plantes médicinales par séchage solaire convectif en couches minces. *Revue des Energies Renouvelables SMSTS'08 Alger* 151 – 156
108. **Jannot, Y.** (2006). *Du séchage des produits alimentaires tropicaux à la caractérisation thermo physique des solides*. Exposé général pour obtenir le diplôme d'habilitation à diriger des Recherches, université BORDEAUX.
109. **Maskan, M., & Gogus, F.** (1998). Sorption isotherms and drying characteristics of mulberry (*Morus Alba*). *Journal of Food Engineering*, 37, 437–449.
110. **Desmorieux, H; et Moyne, C.** (1992). Analysis of dryers performance for tropical foodstuffs using the characteristic Drying Curve concept. in *Drying 92*Elsevier, Amsterdam, 834-843.
111. **Rapusas R .S. Driscoll R.H.,** (1995) .the thin-layer drying characteristics of white onion slices. *Drying Technol.*, 13.1905-1928.
112. **Boudhrioua, N., Mihoubi, D; Kechaou, N.** (2007). Modalisation unidirectionnelle de séchage solaire convectif de certaines plantes aromatiques et médicinales .13èmes Journées Internationales de Thermique. Albi, France du 28 au 30 Août 2007.
113. **Voilley et C. Moyne,** *Le Séchage*. Les Cahiers de l'ENSBANA, Université de Dijon, France, 149 – 170.
114. **Kouhila, M ., Belghit, A ., Bennis, A.** (2000). Modélisation numérique des transferts thermiques et massiques lors du séchage convectif du liège. *Revue des Energies Renouvelables*, 3, 105-115.
115. **Freire F, Figueiredo A, Ferrao P.** (2001). Modelling high temperature thin layer drying kinetics of olive bagasse. *Journal of Agriculture Engineering Research* 78 (4):397–406.
116. **Vijayaraj B., Saravanan R., Renganarayanan y and S.** (2007).Studies on thin layer drying of bagasse. *Int.J.Energy.Res.* 2007; 31:422–437.

117. **Belhamidi**, (1993). Approche expérimentale de la cinétique de séchage des produits agroalimentaires, Application aux peaux d'orange et à la pulpe de betterave. *Revue générale thermique*, 380, 444-453.
118. **El-Hisse M.** (1987). Modélisation, identification et simulation d'un séchoir solaire agroalimentaire. Thèse de Doctorat, Université de Perpignan France, 125p.
119. **Azzouz, S., Guizani, A., Jomaa, W., Belghith, A.**(2002). Moisture diffusivity and drying kinetic equation of convective drying of grapes. *Journal of Food Engineering*, 55, 323-330.
120. **Kechaou, N.** (2000). Etude théorique et expérimentale du processus de séchage de produits agroalimentaires. Thèse d'état ès-Science physique, Faculté des Sciences de Tunis.
121. **Sun, J., Hu, X., Zhao, G., Wu, J., Wang, Z., Chen, F., Liao, X.** (2007). Characteristics of thin-layer infrared drying of apple pomace with and without hot air pre-drying. *Food Sci Technol Int*, 13, 91-97.
122. **Aregba, W., Jomaa, W. et Puiggalu, J.R.** (1990). Une approche du séchage des matériaux fortement déformables. *Revue physique Appliqué*. 25, 1161-1175.
123. **Crank, J.** (1975). *The Mathematics of Diffusion* .2nd Ed. Oxford, Oxford University Press, p 414.
124. **Aghfir, A., Akkad, S., Rhazi, M., Kane C.S.E. et Kouhila M.** (2008). Détermination du coefficient de diffusion et de l'énergie d'activation de la menthe lors d'un séchage conductif en régime continu. *Revue des Energies Renouvelables* .11 ,3. 385 – 394.
125. **Kaymak-Ertekin F.** (2002) .Drying and Rehydrating Kinetics of Green and Red Peppers«, *Journal of Food Science*, Vol. 67, N°1, 168 - 175.
126. **Park, K.J; Z, Vohnik ova and Brod ,F.P.R.** (2002) .Evaluation of Drying Parameters and Desorption Isotherms of Garden Mint Leaves (*Mentha Crispa*. L). *Journal of Food Engineering*, 51, 193 – 199.
127. **Simal, S., Mulet, A ., Tarrazo, J ;and Rosello C.** (1996 ). Drying Models for Green Peas. *Food Chemistry*, Vol. 55, N°2, 121 - 128.

# Annexes

Annexe 1 : Valeurs des coefficients de détermination et des paramètres statistiques

N° Modèle	e (mm)	6			9			12		
	T°C	r <sup>2</sup>	$\chi^2$	RMSE	r <sup>2</sup>	$\chi^2$	RMSE	r <sup>2</sup>	$\chi^2$	RMSE
1	60	0.99381	0.000507	0.022161	0.99792	0.000158	0.01170141	0.99977	1.613E-05	0.003987
	70	0.99676	0.000268	0.0160557	0.99528	0.000406	0.019841	0.99187	0.000676	0.025721
	80	0.99692	0.000267	0.016333	0.99189	0.000687	0.025696	0.98639	0.001174	0.033700
	90	0.99249	0.000717	0.025814	0.98818	0.001059	0.0317535	0.99214	0.000660	0.025160
2	60	0.99512	0.000414	0.020015	0.99852	0.000114	0.01000799	0.99978	1.5707E-05	0.003906
	70	0.99748	0.000217	0.01416809	0.99677	0.000269	0.015930	0.99383	0.000522	0.022338
	80	0.99820	0.000164	0.012189	0.99362	0.000562	0.02278487	0.99002	0.000892	0.028858
	90	0.99428	0.000592	0.02253	0.99209	0.000745	0.0259766	0.99356	0.000565	0.022772
3	60	0.99866	0.000113	0.010302	0.99964	2.774E-05	0.00505305	0.99981	1.3718E-05	0.003651
	70	0.99934	0.000056	0.0072349	0.99935	5.4313E-05	0.00714971	0.99827	0.000142	0.011671
	80	0.99990	0.000008	0.002814	0.99839	0.000142	0.01145981	0.99776	0.000200	0.013684
	90	0.99929	0.000073	0.007934	0.99886	0.000107	0.00984452	0.99785	0.000188	0.013157
4	60	0.99866	0.000113	0.01030145	0.99964	0.000114	0.0050539	0.99981	1.3521E-05	0.003651
	70	0.99934	5.6706E-05	0.00723492	0.99935	0.000142	0.0071497	0.99827	0.000142	0.011671
	80	0.99990	0.00001	0.00281425	0.99839	0.000107	0.0114598	0.99776	0.000208	0.013918
	90	0.99929	7.3953E-05	0.00796166	0.99886	0.000114	0.0098446	0.99785	0.000188	0.013157
5	60	0.99957	3.9593E-05	0.00587235	0.99528	2.0976E-05	0.00415603	0.99785	0.000142	0.013818
	70	0.99970	2.9629E-05	0.00489191	0.99189	0.000010	0.003012	0.999220	6.7516E-05	0.007834
	80	0.99993	6.6522E-06	0.00232058	0.98818	0.000048	0.006427	0.99945	5.3019E-05	0.006778
	90	0.99983	0.000022	0.003921	0.99976	2.5647E-05	0.00455649	0.99968	3.1059E-05	0.005087
6	60	0.99512	0.000445	0.01969	0.99852	0.000119	0.01000766	0.99978	1.6175E-05	0.003906
	70	0.99747	0.000237	0.014170	0.99677	0.000287	0.01592964	0.99308	0.000599	0.023353
	80	0.9982	0.000183	0.01218876	0.99362	0.000613	0.02278976	0.99002	0.000960	0.0288586
	90	0.99428	0.000711	0.022535	0.99209	0.000833	0.02597712	0.99356	0.000622	0.022773
7	60	0.99512	0.000481	0.019690	0.99852	0.000124	0.01001	0.99978	1.6673E-05	0.003906
	70	0.99748	0.000260	0.0141681	0.99677	0.000308	0.01593	0.99383	0.000563	0.022056
	80	0.9982	0.000207	0.01218876	0.99362	0.000858	0.02569	0.99002	0.001041	0.028858
	90	0.99428	0.000888	0.02253435	0.99209	0.000944	0.02598	0.99356	0.000691	0.022772
8	60	0.99776	0.00019	0.013332	0.99369	0.000490	0.01912898	0.98742	0.000896	0.029524
	70	0.99532	0.000403	0.01929117	0.99711	0.000241	0.0150686	0.99858	0.000117	0.010569
	80	0.99522	0.000436	0.019867	0.99871	0.000113	0.01025331	0.99965	3.1244E-05	0.005400
	90	0.99901	0.000102	0.00935582	0.99	6.383E-05	0.00759942	0.99797	0.000178	0.012773
9	60	0.99919	7.1527E-05	0.00803774	0.99980	1.5749E-05	0.00347727	0.99982	1.3271E-05	0.003565
	70	0.99964	3.2145E-05	0.00533255	0.99964	3.0699E-05	0.00529059	0.99882	9.952E-05	0.009629
	80	0.99987	1.2351E-05	0.00325375	0.99894	9.7283E-05	0.00927674	0.99817	0.000169	0.012339
	90	0.99957	4.8052E-05	0.00614452	0.99901	9.8081E-05	0.00916892	0.99846	0.000141	0.011128

## Annexe 2 : Valeurs des constantes des modèles calculés (e=6mm)

N° du Modèle	T(°C)	Valeurs des constantes des modèles
1	60	k=0.0174077
	70	k=0.02223
	80	k=0.0276794
	90	k=0.038432
2	60	k=0.017966 ; a= 1.0311367
	70	k= 0.022758; a= 1.0233228
	80	k= 0.0285574; a= 1.0310786
	90	k= 0.0397961; a= 1.0348736
3	60	k=0.0102064 ; n=1.1275896
	70	k=0.0154318 ; n=1.0922081
	80	k=0.0189955 ; n=1.100898
	90	k=0.0221056 ; n=1.1634834
4	60	k=0.017145 ; n=1.12766
	70	k= 0.021946; n=1.09226;
	80	k= 0.027315; n=1.0094;
	90	k= 0.0377674; n=1.1635243
5	60	k= 0.01191; n=1.096 ; a=0.986832; b=-0.000232
	70	k=0.01684 ; n=1.057; a=0.992249; b=-0.000166
	80	k=0.01989 ; n=1.086; a=1.001833; b=-7.69E-05
	90	k=0.02477 ; n=1.109; a=0.996039; b=-0.00052
6	60	k= 0.0179646 ; k <sub>1</sub> =0.0179693 ; a=0.515582 ; b=0.515582
	70	k=0.0227521; k <sub>1</sub> = 0.022715; a=0.511484 ; b=0.5114841
	80	k=0.0285574; k <sub>1</sub> = 0.0285573; a= 0.5155383; b=0.5155395
	90	k=0.0398012; k <sub>1</sub> = 0.0397421; a= 0.5172825; b=0.5172827
7	60	k= 0.0179654; k <sub>1</sub> =0.0179654 ; k <sub>2</sub> = 0.017965; a=0.343704 ; b= 0.343704; c=0.343704
	70	k=0.0227582; k <sub>1</sub> =0.0227582; k <sub>2</sub> = 0.022758 ;a=0.3411075;b=0.3411075;c= 0.3411075
	80	k= 0.0285585; k <sub>1</sub> = 0.0285567; k <sub>2</sub> = 0.028557;a=0.3436925;b=0.3436925;c=0.3436925
	90	k=0.039796; k <sub>1</sub> = 0.039796; k <sub>2</sub> = 0.039796; a= 0.3449576;b=0.3449576;c= 0.3449577
8	60	a= -0.013376; b= 4.795E-05
	70	a= -0.016967; b= 4.795E-05
	80	a= -0.021182; b= 0.0001201
	90	a= -0.029526; b= 0.0002331
9	60	k=0.0269424; a=-66.66023 ; b=0.9926933
	70	k=0.0325881; a=-31.93698 ; b=0.9871502
	80	k=0.0605958; a=-0.407154 ; b= 0.5524736
	90	k=0.0623305; a=-65.59864 ; b= 0.9916399

## Annexe 3 : Valeurs des constantes des modèles calculés (e=9mm)

N°Modèle	T (°C)	Valeurs des constantes des modèles
1	60	k=0.011490
	70	k=0.0158468
	80	k=0.020201
	90	k=0.0234837
2	60	k= 0.0117521; a= 1.0222327
	70	k=0.0163955; a= 1.0334133
	80	k=0.0209403 ; a= 1.0354488
	90	k= 0.0247663; a= 1.0523342
3	60	k=0.0113682 ; n= 1.0724975
	70	k=0.015635; n=1.1147647
	80	k=0.0198734; n= 1.1512988
	90	k=0.0231104; n= 1.2005618
4	60	k=0.008224 ; n= 1.072317
	70	k=0.009705; n=1.11468737
	80	k=0.0109923 n= 1.1511278
	90	k=0.0108644; n= 1.2003505
5	60	k=0.007698 ; n= 1.082 ; a=0.9886; b=-0.00002923
	70	k=0.01166; n=1.057 ; a=0.9881; b=-0.0002372
	80	k=0.01271; n= 1.1036 ; a=0.9934 ; b=-0.00033
	90	k=0.013747; n= 1.11635; a=1.001; b=-0.00051
6	60	k <sub>1</sub> =0.0117519; k <sub>2</sub> =0.011752; a=0.5109412; b=0.51128
	70	k <sub>1</sub> =0.0163952 ; k <sub>2</sub> =0.0163955; a=0.5173139; b=0.51610
	80	k <sub>1</sub> =0.0209355; k <sub>2</sub> =0.0208597; a=0.5172179; b=0.51722
	90	k <sub>1</sub> =0.0247728 ; k <sub>2</sub> =0.0247577; a=0.5259815; b=0.52598
7	60	k=0.0117521; k <sub>1</sub> =0.0117521; k <sub>2</sub> =0.0117528; a=0.3407129; c=;0.3407115
	70	k=0.0163854; k <sub>1</sub> = 0.0163842; k <sub>2</sub> =0.0164165; a=0.3444689; c=0.3444702
	80	k=0.0208939; k <sub>1</sub> =0.020923 ; k <sub>2</sub> =0.0209364; a=0.3450398; c=0.3450396
	90	k=0.0247666; k <sub>1</sub> =0.0247666 ; k <sub>2</sub> =0.0247659; a=0.3507783 ; c=0.3507783
8	60	a=-0.008744; b=2.038E-05
	70	a=-0.012222; b=4.02E-05
	80	a=-0.015531; b=6.454E-05
	90	a=-0.018051; b=8.664E-05
9		k= 0.0172455; a=-2.526862 ; b=0.88267
		k=0.0240384 ; a= -90.32056; b=0.99488
		k=0.0322325 ; a= -97.381; b=-0.99456
		k=0.0398527 ; a= -81.4277; ; b=-0.99252

## Annexe 4 : Valeurs des constantes des modèles calculés (e=12mm)

Modèle	T(°C)	Valeurs des constantes des modèles
1	60	k=0.0085141
	70	k=0.01209
	80	k=0.016701
	90	k=0.0211575
2	60	k= 0.008538; a=1.00272793
	70	k= 0.01258; a=1.038878
	80	k=0.017595 ; a=1.05176
	90	k=0.021850 ; a=1.0313319
3	60	k=0.0081088; n= 1.009918
	70	k=0.0062012; n= 1.1468782
	80	k=0.0070314; n= 1.205859
	90	k=0.0121375; n= 1.1399933
4	60	k= 0.0085008; n= 1.0099365
	70	k=0.0118914; n=1.1470667
	80	k=0.0163891 ; n=1.205999
	90	k=0.0208638 ; n= 1.1401404
5	60	k=0.007243 ; n=1.034 ; a= 0.9926; b=0.00002186
	70	k=0.007546 ; n=1.075 ; a=0.9873 ; b=-0.0001837
	80	k=0.0087918 ; n=1.125 ; a=0.9899 ; b=-0.000417
	90	k=0.0155531 ; n=1.046 ; a=0.99243 ; b=-0.000593
6	60	k <sub>1</sub> = 0.0085385 ; k <sub>2</sub> =0.0085378; a=0.4992083; b=0.503498
	70	k <sub>1</sub> =0.012283; k <sub>2</sub> =0.0122663 ; a=0.5198773; b=0.5198774
	80	k <sub>1</sub> =0.0175953; k <sub>2</sub> =0.0175953 ; a=0.5181979 ; b=0.5335628
	90	k <sub>1</sub> =0.0218636; k <sub>2</sub> =0.0217947 ; a=0.5154742 ; b=0.5154743
7	60	k <sub>0</sub> =0.0085389 ; k <sub>2</sub> =0.0085373; k <sub>3</sub> =0.0085384; a=0.3279156; b=0.3284655; c=0.3463293;
	70	k <sub>0</sub> =0.0125708; k <sub>2</sub> =0.0125847 ; k <sub>3</sub> =0.0125658; a=0.3461143; b=0.3461143; c=0.3461116;
	80	k <sub>0</sub> =0.0175919; k <sub>2</sub> =0.0175954 ; k <sub>3</sub> =0.0176088; a=0.3506316 ; b=0.3506314; c=0.3506315;
	90	k <sub>0</sub> =0.0218505; k <sub>2</sub> =0.0218505 ; k <sub>3</sub> =0.0218505; a=0.3437775 ; b=0.3437775; c=0.3437774;
8	60	a=-0.006516; b=1.141E-05
	70	a=-0.009288; b=2.307E-05
	80	a=-0.012728; b=4.273E-05
	90	a=-0.016304; b=7.129E-05
9	60	k= ; a=-0.023965 ; b=0.3710566
	70	k= ; a=-53.02173 ; b=0.9902053
	80	k= ; a=-104.5763; b=0.9941415
	90	k= ; a=-130.0918 ; b=0.9960705