

M0011/94B

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GENIE - CHIMIQUE

الدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
المكتبة - BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

THESE DE MAGISTER

Présentée par

Farida FERNANE
Ingénieur d'état U.S.T.H.B

THEME

ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA
GRANULOMETRIE DES CORPS SOLIDES
SUR LEUR SOLUBILITE

Proposé par
M. BOURKIZA

Dirigé par
N. BENNANI

Soutenue publiquement le 06/07/94 devant le jury
composé de:

C.E. CHITOUR	Professeur E.N.P	Président
R. DERRICHE	Chargée de cours E.N.P	Examinateur
F. MOHELLBI	Chargée de cours E.N.P	Examinateur
F. BENTAHAR	Maître de conférences U.S.T.H.B	Examinateur
N. BENNANI	Chargée de cours E.N.P	Rapporteur
R. BOUSSENADJI	C.A.C.QU.E	Invité

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

A la mémoire du défunt
Mohammed Bourkiza

ملخص : هذا العمل يحتوي على :

- دراسة لتأثير عامل أبعاد بعض الأجسام الصلبة النقية

على انحلاليتها .

- تحديد البعد المثالي لجسيمات البن المطحون التي تعطي

مردودًا مثاليًا أثناء عملية تحضير نقيع البن .

- دراسة نظرية لتقنيات تحضير البن الذائب (البن الفوري)

Résumé :

L'influence de la granulométrie des corps solides purs sur leur solubilité est étudiée pour deux électrolytes NaCl et KCl dans l'eau et un non électrolyte naphthalène dans le benzène.

La granulométrie optimale de la mouture de café pour l'extraction par infusion du café - boisson est déterminée pour six types de café.

Enfin, une étude bibliographique sur la technologie de fabrication du café soluble est réalisée.

Abstract :

The influence of pure solids size on solubility is studied for two electrolyte NaCl and KCl in water and for naphthalene in benzene.

The optimum size of ground coffee particles was evaluated for coffee in the case of extraction of brew coffee by infusion .

In the last part the technology of soluble coffee was described.

Mots clés : café, café - boisson, café soluble, extraction, granulométrie et solubilité.

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au département Génie - Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique.

Je rends hommage à la mémoire de Mohammed Bourkiza, Ph D, qui a proposé et initié ce thème. Que son âme repose en paix.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Mademoiselle N.Bennani, Chargée de cours à l'E.N.P, pour avoir accepté de continuer ce travail. Je la remercie pour ses encouragements et ses critiques qui m'ont permis de persévérer et de présenter ce mémoire.

Je remercie vivement Monsieur C.E.Chitour, Professeur à l'E.N.P, pour l'honneur qu'il me fait en présidant ce Jury.

Je tiens à remercier les membres du Jury qui ont voulu accepté de juger ce travail :

Que Mesdames R.Derriche et F.Mohellbi, Chargées de cours à l'E.N.P, trouvent ici l'expression de mes remerciements pour leur précieuse collaboration et leurs conseils judicieux.

Que Madame F.Bentahar, Maître de conférence à l'U.S.T.H.B, soit vivement remerciée pour sa disponibilité, son esprit critique et sa bienveillance.

Que Monsieur R.Boussenadji, Docteur en chimie analytique et chercheur au sein du Centre Algérien du contrôle de la qualité et de l'emballage C.A.C.Q.U.E, soit assuré de ma respectueuse reconnaissance.

Mes remerciements vont également à Monsieur K.Amara, conservateur en chef de la bibliothèque de l'E.N.P ainsi que tout le personnel travailleur au sein de cette bibliothèque. Ma plus vive reconnaissance va à Monsieur N.Kecili, chef de la commission des oeuvres sociales de l'E.N.P, à Mademoiselle J.Arrar chef du département Génie de l'environnement et Mademoiselle L.Toumi pour son aide morale et pratique.

Je remercie aussi tous mes collègues de la promotion à l'E.N.P et à l'U.S.T.H.B pour leur aide et sympathie.

Enfin, je remercie tous ceux qui de près ou de loin ont collaboré à la réalisation de ce travail.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
<u>PREMIERE PARTIE</u> : Etude de l'influence de la granulométrie des solides purs sur leur solubilité	3
<u>CHAPITRE PREMIER</u> : Etude bibliographique.....	4
<u>CHAPITRE DEUXIEME</u> : Etude expérimentale.....	11
<u>DEUXIEME PARTIE</u> : Détermination de la granulométrie optimale de mouture de café pour l'infusion.....	32
<u>CHAPITRE PREMIER</u> : Généralités sur l'extraction solide - liquide.....	33
<u>CHAPITRE DEUXIEME</u> : Etude bibliographique sur l'extraction ménagère du café - boisson.....	38
<u>CHAPITRE TROISIEME</u> : Etude expérimentale.....	48
<u>TROISIEME PARTIE</u> : Etude bibliographique de la technologie de fabrication du café soluble.....	70
CONCLUSION.....	92
ANNEXES.....	
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	

Liste des symboles et abréviation

Lettres latines

- A : Aire de la section droite de l'extracteur (m^2).
- A_s : Aire du pic de caféine des solutions standards (mm^2).
- A_c : Aire du pic de caféine contenu dans chaque type de café (mm^2).
- a : Aire interfaciale spécifique par unité de volume (m^2/m^3).
- B : Surface de la plaque congelée (m^2).
- B_i : Nombre adimensionnel de Biot.
- b : Perméabilité de la couche séchée ($Kg/Pa.m.s$).
- C : Concentration du soluté dans la phase liquide continue (Kg/m^3).
- C' : Concentration du soluté dans la phase liquide continue à l'équilibre (Kg/m^3).
- c : Concentration en sel (g de sel/100 cm^3 d'eau).
- c_s : Concentration équivalente en sel ($ég/l$).
- c_c : Concentration en caféine des solutions standards (g/l).
- c_c : Concentration en caféine dans chaque type de café (g/l).
- D : Diffusivité effective du soluté à l'intérieur du solide (m^2/s).
- D_v : Diffusivité de la vapeur d'eau dans l'air (m^2/s).
- d_{eq} : Diamètre équivalent (μm).
- d_i : Diamètre de la i^{me} fraction granulométrique (μm).
- d_j : Diamètre de la j^{me} particule (μm).
- E.S : Extrait Sec (g de matière sèche/litre de café boisson).
- e : Epaisseur de la plaque congelée (m).
- H : Quantité de chaleur transférée (J/s).
- h_c : Coefficient de transfert de chaleur à travers le film gazeux ($J/m^2.^{\circ}C.s$).
- I : Force ionique.
- K : Constante d'équilibre.
- K_l : Coefficient de transfert de matière dans le film liquide (m/s).
- K_s : Conductivité thermique de la couche séchée ($J/m.^{\circ}C.s$).
- K_g : Coefficient de transfert de matière gazeux de la vapeur d'eau à travers l'air ($Kg/m^2.Pa.s$ ou m/s).
- K_w : Conductivité spécifique de l'eau (mS/cm).
- K_{el} : Conductivité spécifique de l'électrolyte (mS/cm).

- K_{oo} : Coefficient global de transfert de matière (m/s).
 K_{ps} : Produit de solubilité.
 K_s : Conductivité spécifique de la solution (mS/cm).
 L : Longueur du lit de percolation (m).
 l_s : Epaisseur de la couche séchée (m).
 M : Masse molaire (g/mole).
 m : Masse du marc de café (raffinat) après séchage (g).
 Nu : Nombre adimensionnel de Nusselt.
 n_p : Nombre de particules ayant un diamètre d_p .
 P_a : Pression de vapeur d'eau dans la masse d'air (Pa).
 Pr : Nombre adimensionnel de Prandtl.
 P_s : Pression de vapeur d'eau à la surface de la goutte (Pa).
 p_i : Pression partielle de la glace (Pa).
 p_w : Pression partielle de l'eau à la surface de la plaque séchée (Pa).
 q : Rapport mouture/eau (g de mouture/g d'eau).
 R : Constante des gaz parfaits (J/mole.K).
 Re : Nombre adimensionnel de Reynolds.
 S et S_r : Solubilités respectives des grosses et fines particules ayant un rayon r (unité de soluté/100 unités de solvant).
 Sc : Nombre adimensionnel de Schmidt.
 Sh : Nombre adimensionnel de Sherwood.
 s : Surface de la goutte (m²).
 T : Température absolue (K), de solubilité (°C) ou d'extraction (°C).
 T_a et T_s : Températures de l'air respectivement dans la masse d'air et à la surface de la goutte (°C).
 T_f : Température de fusion (K).
 T_i : Température de la glace à l'intérieur de la plaque (°C).
 T'_s : Température à la surface de la plaque séchée (°C).
 $T.E_1$, $T.E_2$: Taux Extrait du premier et du second étage d'extraction (g de matière sèche/g de mouture).
 $T.E_t$: Taux Extrait total (g de matière sèche/g de mouture).
 t : Temps de contact (mn).
 t_s : Temps nécessaire pour le séchage par lyophilisation (h).
 V : Volume du filtrat (ml).
 W : Quantité d'eau transférée de la goutte vers la masse d'air lors du séchage par pulvérisation (Kg).

- W' : Masse d'eau contenue dans la plaque congelée (Kg).
 x : Fraction molaire en soluté.
 Y : Vitesse de sublimation (Kg/h).
 y_1 et y_2 : Contenu initial et final en eau (Kg d'eau/Kg de solide).
 z : Distance variable avec la longueur L du lit de percolation (m).
 ΔH_f : Enthalpie molaire de fusion (J/mole).
 ΔH_s : Chaleur latente de sublimation (J/Kg).

Lettres grecques

- δ : Diamètre de la goutte supposée sphérique (m).
 ϵ : Porosité du lit de percolation.
 σ : Tension superficielle (dynes/cm).
 ϕ : Débit volumique de l'extrait (m³/s).
 ρ : Masse volumique (Kg/m³).
 Ω : Conductivité équivalente (mS.cm².ég⁻¹).
 ω : Concentration du soluté dans la phase solide (Kg/m³).

INTRODUCTION

INTRODUCTION

La solubilité est la base d'innombrables procédés employés en laboratoire et dans l'industrie pour préparer, séparer et purifier les produits chimiques. C'est aussi le facteur régissant de nombreux phénomènes géologiques et autres phénomènes naturels.

Notre travail est une contribution à la compréhension des phénomènes d'équilibre dans les solutions aqueuses. Il se veut la suite directe des travaux d'Ostwald et Freundlich qui ont prouvé l'existence d'une influence de la dimension microscopique (inférieure à $1 \mu\text{m}$) des solides sur leur solubilité, essentiellement pour des sels peu solubles.

En premier lieu, nous avons essayé d'établir une relation entre la dimension et la solubilité de solides purs tels que les chlorures de sodium et de potassium dans l'eau distillée à 25°C et le naphthalène dans le benzène, pour une granulométrie supérieure à $1\mu\text{m}$ (entre 50 et $2000 \mu\text{m}$).

L'approche de cette étude s'est faite à l'aide de mesures conductimétriques, ainsi que l'utilisation d'une méthode dite "synthétique" de mesure de la température de solubilité.

Nous nous sommes préoccupés, dans la seconde partie, d'étudier l'effet de la granulométrie de la mouture de café sur la solubilité des constituants solides solubles lors de l'extraction du café boisson par infusion.

Après un choix des paramètres d'extraction, température, temps et rapport mouture/eau, nous nous proposons de déterminer la granulométrie optimale d'extraction.

Cette étude, nous a conduit à présenter, en dernier lieu, une recherche bibliographique sur la technologie de fabrication du café soluble. C'est un procédé basé sur des opérations du génie - chimique, dépendantes de la granulométrie, telles que :

-Extraction par percolation.

-Séchage par pulvérisation ou par lyophilisation.

PREMIERE PARTIE

**ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE DES
SOLIDES PURS SUR LEUR SOLUBILITE**

PREMIERE PARTIE : Etude de l'influence de la granulométrie des solides purs sur leur solubilité

INTRODUCTION 3

CHAPITRE PREMIER : Etude bibliographique

I Définitions et généralités 4

- I.1 Définition de la solubilité S 4
- I.2 Catégories de solides purs 4
- I.3 Equilibre de solubilité et loi d'action de masse . 4
- I.4 Notion du produit de solubilité 5

II Facteurs influençant la solubilité des solides purs . . 6

- II.1 Influence de la température 6
- II.2 Influence de la dimension des particules solides 8

III Solubilité idéale et écarts à l'idéalité 10

CHAPITRE DEUXIEME : Etude expérimentale

I Electrolytes forts NaCl et KCl dans l'eau à 25°C 11

- I.1 Etudes préliminaires 11
 - I.1.1 Caractérisation des sels NaCl et KCl . . . 11
 - I.1.2 Caractérisation de l'eau 11
- I.2 Mode opératoire 12
 - I.2.1 Etablissement d'une courbe d'étalonnage . . 13
 - I.2.2 Choix de la vitesse d'agitation 15
 - I.2.3 Choix du temps de dissolution 18
 - I.2.4 Evaluation de l'influence de la granulométrie des particules de NaCl et KCl sur leur solubilité à 25°C 19

II Non électrolyte Naphtalène dans le benzène 25

- II.1 Etudes préliminaires 25
- II.2 Mode opératoire 26
- II.3 Résultats et discussion 26

III Conclusion 31

INTRODUCTION

La solubilité d'un solide pur dans un solvant est déterminée par la nature de ce solide, celle du solvant et par les conditions de température et de pression [1].

Depuis 1889, beaucoup de chercheurs se sont penchés sur l'étude de l'influence de la dimension des solides sur leur solubilité. Un grand nombre d'entre eux ont prouvé expérimentalement l'existence d'une telle influence [2].

En premier lieu, sont présentées les notions générales sur la solubilité des corps purs. Elles sont suivies d'une étude expérimentale sur l'influence de la granulométrie des solides purs sur leur solubilité pour deux électrolytes très solubles; les chlorures de sodium et de potassium dans l'eau distillée à 25° C, et un non électrolyte naphthalène dans le benzène.

CHAPITRE PREMIER : Etude bibliographique

I Définitions et généralités

I.1 Définition de la solubilité S

La solubilité S d'un soluté est la concentration de ce soluté qui est caractéristique de l'état d'équilibre entre le soluté et sa solution. Généralement, elle est exprimée par la quantité de soluté saturant 100 unités de solvant [1].

I.2 Catégories de solides purs

Les solides purs peuvent être subdivisés en deux grandes catégories [3]:

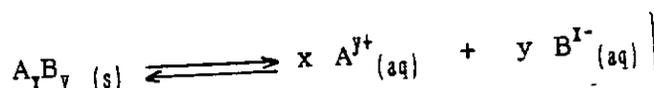
- Les solides ioniques encore appelés électrolytes.
- Les solides moléculaires encore appelés non électrolytes.

Les premiers sont formés d'un assemblage d'ions chargés positivement et d'autres chargés négativement. Ils se dissolvent plus facilement dans les solvants ayant une grande constante diélectrique que dans ceux à faible constante diélectrique.

Les seconds peuvent être à caractère polaire ou apolaire. Les polaires contiennent un ou plusieurs groupes polaires et sont solubles dans les solvants polaires tels que l'eau et le méthanol. Par contre les apolaires tels que le naphthalène et l'anthracène, sont solubles dans les solvants apolaires tels que le benzène et le toluène [3].

I.3 Equilibre de solubilité et loi d'action de masse

Pour un électrolyte solide de formule $A_x B_y$, l'équilibre de solubilité dans l'eau est [4]:



$A^{y+}_{(aq)}$ et $B^{I-}_{(aq)}$ sont les ions hydratés.

On peut alors, appliquer la loi d'action de masse à cet équilibre [4]:

$$K = \frac{[A^{y+}]^I \cdot [B^{I-}]^J}{[A_I B_{y(s)}]} \quad (1)$$

I.4 Notion de produit de solubilité

Dans le cas d'un électrolyte solide faible (tel qu'un sel peu soluble), le terme $[A_I B_{y(s)}]$ de l'équation (1) est à peu près constant, alors cette équation devient :

$$K \cdot [A_I B_{y(s)}] = [A^{y+}]^I \cdot [B^{I-}]^J = K_{ps} \quad (2)$$

K_{ps} est appelé "produit de solubilité" de l'électrolyte faible $A_I B_y$.

La relation qui lie la solubilité au produit de solubilité de cet électrolyte faible est [4]:

$$S = \sqrt{(x+y) \frac{K_{ps}}{x^I \cdot y^J}} \quad (3)$$

Nous remarquons donc que la solubilité telle qu'elle vient d'être définie (équation 3) ne s'applique qu'aux électrolytes peu solubles.

Cependant les sels sont dits très solubles lorsque S est de l'ordre de 10^{-1} mole/l et peu solubles si elle est de l'ordre de 10^{-4} mole/l [4].

II Facteurs influençant la solubilité des solides purs

Les facteurs qui influencent la solubilité des solides purs sont: la température, la pression, la nature du solvant et du solide, le pH, l'ion commun, la complexation, la dimension des particules solides..etc.

Les paramètres déterminants de notre étude sont : la température et la dimension des solides.

II.1 Influence de la température

Dans la majorité des cas, la solubilité des solides croît avec la température. Cette variation est souvent représentée par une courbe de solubilité, pour un solvant et un soluté donné [2].

Nous représentons sur les figures 1 et 2 les courbes de solubilité respectives du naphthalène dans le benzène [5] et des chlorures de sodium et de potassium dans l'eau [6].

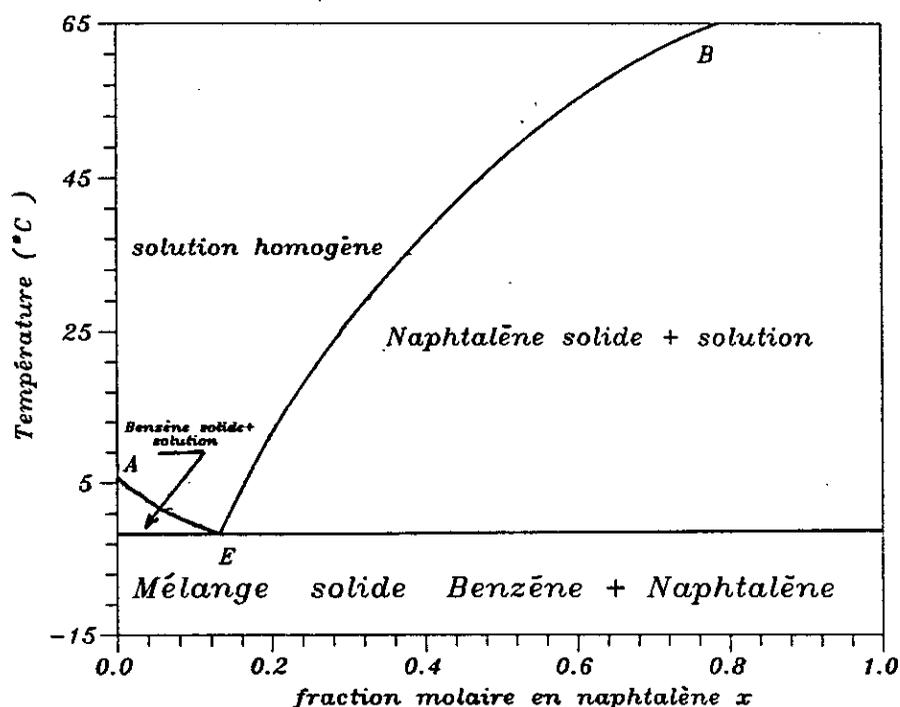


Figure 1 -Diagramme de phase pour le système naphthalène-benzène.

Sur la figure 1, la courbe de solubilité du naphthalène dans le benzène est représentée par la portion EB.

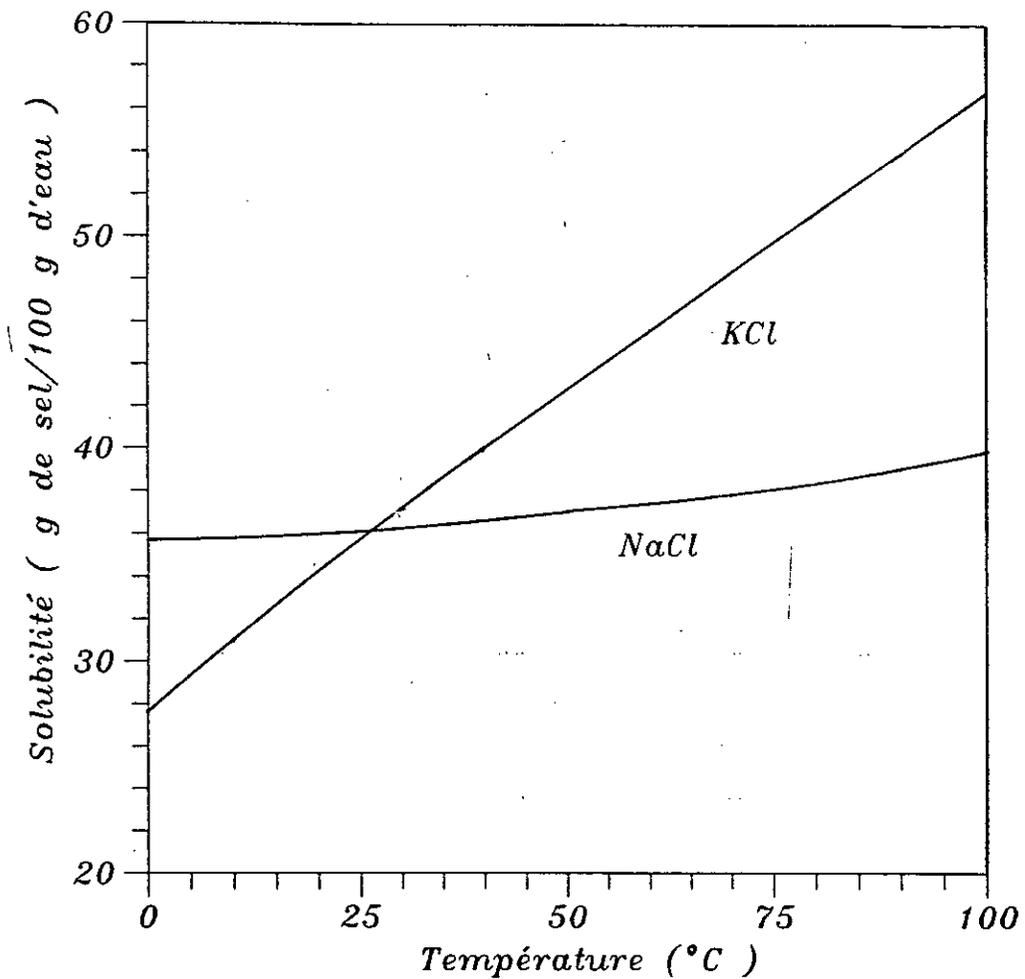


Figure 2 - Courbes de solubilité respectives de NaCl et KCl dans l'eau.

En pratique, l'influence de la température sur la solubilité dépend du signe de l'énergie de dissolution du solide. Quand la dissolution est endothermique, la solubilité des solides est généralement élevée aux hautes températures (équation de Van't Hoff) [2].

II.2 Influence de la dimension des particules solides

Il est évident que la tendance à libérer un soluté à partir de petites particules est plus grande qu'à partir de grosses particules [2],[7].

Un tel fait a été traité thermodynamiquement par Ostwald [8] et Freundlich [9], dans le cadre de l'étude de la solubilité des colloïdes et des précipités, afin d'établir une équation reliant la dimension de leurs particules, supposées sphériques, à leur solubilité.

La relation établie est connue actuellement par l'équation d'Ostwald-Freudlich [2]:

$$\frac{R \cdot T}{M} \ln \frac{S_r}{S} = \frac{2 \cdot \sigma}{\rho \cdot r} \quad (4)$$

R: Constante des gaz parfaits (J/mole.K).

T: Température absolue (K).

S et S_r : Solubilités respectives des grosses particules solides et des particules ayant un petit rayon r.

M, σ et ρ sont respectivement la masse molaire (g/mole), la tension superficielle (dynes/cm) et la masse volumique (g/cm³) du soluté contenu dans les particules.

Des travaux expérimentaux ont validé l'équation (4), tout en l'améliorant, en lui introduisant des facteurs correctionnels tels que la dissociation ionique des solides et les charges électriques qui se produisent à la surface des particules par adsorption [2].

Hulett [10], a confirmé expérimentalement que la solubilité du gypse (CaSO₄,2H₂O) et celle de BaSO₄ s'élevaient respectivement de 20% et de 80% en utilisant des substances solides finement divisées.

Dundon et Mack [11] ont évalué par mesures conductimétriques

l'augmentation de la solubilité en fonction de la réduction de la dimension des particules pour un grand nombre de substances solides. Ils ont ensuite utilisé l'équation (4) pour évaluer les tensions superficielles de ces substances. Leurs résultats de solubilité sont regroupés dans le tableau 1 [2].

Tableau 1 - Pourcentages d'accroissement de la solubilité, trouvés par Dundon et Mack [11], pour ces substances solides.

Substance	Diamètre de la particule (μm)	% d'accroissement de la solubilité
PbF_2	0.3	9
PbI_2	0.4	2
SrSO_4	0.3	25
Ag_2CrO_4	0.3	10
CaF_2	0.2 - 0.3	18
BaSO_4	0.1	80
$\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$	0.2 - 0.5	4.4 - 12

May et Kolthoff [12] ont prouvé expérimentalement que, plus un solide pur mis à se dissoudre dans une solution appropriée est frais, plus sa solubilité est élevée et ce pour un diamètre de particule donné. En effet, ils ont constaté que du chromate de plomb PbCrO_4 frais dissout dans une solution d'acide perchlorique 0.1M était de 70% plus soluble que du PbCrO_4 non frais, pour des particules de 0.17 μm de diamètre [2].

Cependant, il apparait que l'équation d'Ostwald-Freundlich n'est valable que pour des prévisions qualitatives de la variation de la solubilité des particules solides en fonction de

leur dimension et pour des particules infiniment petites (diamètre inférieur à $1\mu\text{m}$) [2].

III Solubilité idéale et écarts à l'idéalité

Considérons une solution saturée formée par dissolution d'un solide pur dans un solvant.

Si la solution est idéale, l'équation suivante sera valable [13]:

$$\log x = -\frac{\Delta H_f}{2,3.R} \cdot \left(\frac{T_f - T}{T \cdot T_f} \right) \quad (5)$$

x: Fraction molaire du soluté dans la solution.

ΔH_f : Chaleur molaire de fusion du solide (J/mole).

T_f : Température de fusion du solide (K).

Afin de mettre en évidence l'efficacité de l'équation (5), prenons l'exemple du naphthalène qui a une chaleur de fusion de 4.55 cal/mole et une température de fusion de 353 K.

L'équation (5) prévoit une solubilité, en terme de fraction molaire x, égale à 0.264 à 20°C.

Expérimentalement, les valeurs évaluées à 20°C dans le benzène [14], chlorobenzène et toluène [15] sont respectivement 0.260, 0.276 et 0.259.

Nous remarquons que ces valeurs sont sensiblement proches de la valeur prédite par l'équation (5).

Par contre, si nous considérons un autre solvant qui est polaire, comme l'acétone ou l'aniline, il y aurait un important écart à l'idéalité [2].

La représentation graphique de la solubilité idéale $\log x$ en fonction de $1/T$ donne une droite de pente $-\Delta H_f/(2,3 R)$ [2].

CHAPITRE DEUXIEME : Etude expérimentale

L'étude bibliographique a montré que les travaux réalisés sur l'influence de la dimension des solides purs sur leur solubilité concernaient, en majorité, les particules d'électrolytes peu solubles ayant un diamètre inférieur à $1\mu\text{m}$.

Dans ce chapitre, nous oeuvrons à vérifier, pour des dimensions supérieures à $1\mu\text{m}$, l'existence d'une influence de la dimension pour deux électrolytes forts NaCl et KCl, et un non électrolyte naphthalène.

I Electrolytes forts NaCl et KCl dans l'eau distillée à 25° C

I.1 Etudes préliminaires

I.1.1 Caractérisation des sels NaCl et KCl

Nous disposons de sels anhydres de laboratoire de marque PROLABO (Rhône-Poulenc). La pureté est évaluée à 99% .

Le tamisage des deux sels a été réalisé à l'aide de cinq tamis AFNOR superposés d'ouvertures successives:

80 - 200 - 250 - 500 et 700 μm

Chaque fraction entre deux tamis successifs a été considérée pour évaluer sa solubilité dans l'eau à 25°C. Le diamètre équivalent de chaque fraction est pris égal à la moyenne de l'ouverture de deux tamis successifs. Les diamètres équivalents considérés sont donc:

140 - 225 - 375 et 600 μm

I.1.2 Caractérisation de l'eau

L'eau utilisée comme solvant est une eau distillée dont deux propriétés physico-chimiques ont été évaluées à 25°C et regroupées dans le tableau 2.

Tableau 2 – Propriétés de l'eau distillée évaluées à 25° C.

pH	Conductivité spécifique	Indice de réfraction
7	0.0022 mS/cm	1.333

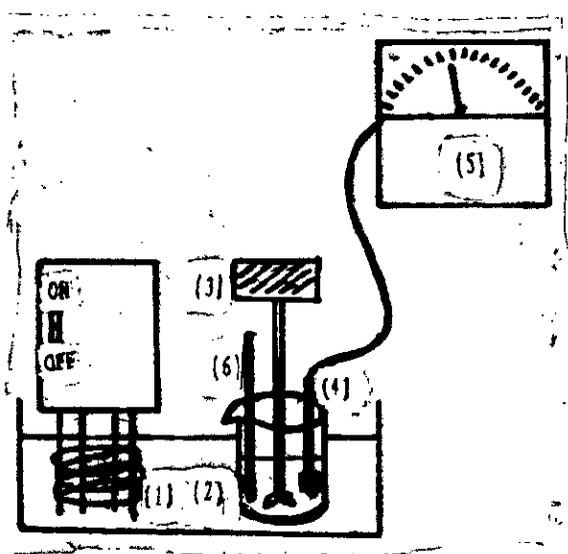
L'indice de réfraction a été évalué à l'aide d'un réfractomètre de type ATAGO 3T N° 53020.

La conductivité spécifique de l'eau K_s a été évaluée à l'aide d'un conductimètre de type TOA electronics Ltd modèle CM - 8ET muni d'une cellule de même type et de constante 1.015 cm^{-1} .

1.2 Mode opératoire

La méthode expérimentale adoptée consiste à suivre la variation de la conductivité spécifique K_s de la solution en fonction des ajouts successifs en sel, jusqu'à saturation.

Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure 3.



- (1)-Bain thermostaté à 25° C.
- (2)-Bécher de 250 ml contenant 100 cm^3 d'eau distillée.
- (3)-Agitateur mécanique.
- (4)-Cellule conductimétrique de constante 1.015 cm^{-1} .
- (5)-Conductimètre.
- (6)-Thermomètre.

Figure 3 – Schéma du dispositif expérimental utilisé pour évaluer la solubilité de NaCl et KCl dans l'eau à 25° C.

La conductivité spécifique de l'électrolyte $K_{\text{él}}$ est déterminée à l'aide de la formule suivante :

$$K_{\text{él}} = K_s - K_e \quad (6)$$

K_s est la conductivité spécifique de la solution d'électrolyte (mS/cm).

K_e est la conductivité spécifique de l'eau (mS/cm).

I.2.1 Etablissement d'une courbe d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage donnant la variation de la conductivité spécifique de l'électrolyte $K_{\text{él}}$ en fonction de la concentration équivalente c_e des solutions d'électrolytes a été établie.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, nous préparons, au fur et à mesure, des solutions de différentes concentrations molaires en électrolyte. Nous thermostatons les solutions à 25°C puis nous relevons la conductivité spécifique K_s de chaque solution et nous déterminons ainsi celle de l'électrolyte $K_{\text{él}}$.

Les résultats des conductivités spécifiques $K_{\text{él}}$ sont regroupés dans le tableau 3 et représentés sur la figure 4.

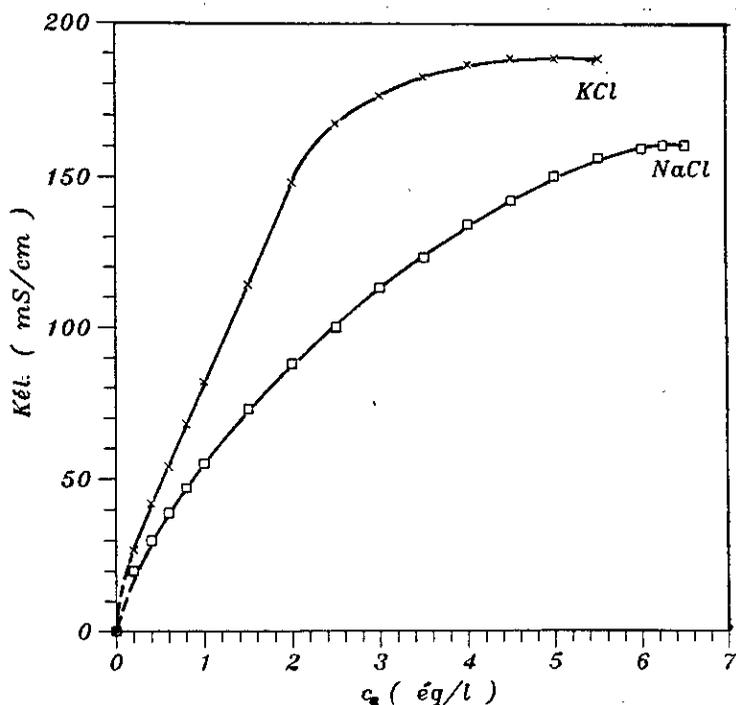


Figure 4-Courbes d'étalonnage: Variation de $K_{\text{él}}$ en fonction de c_e .

I.2.2 Choix de la vitesse d'agitation

La variation de la conductivité spécifique K_{Cl} en fonction du temps, et pour différentes vitesses d'agitation a été déterminée pour l'électrolyte KCl. Etant donné que les mobilités ioniques des ions Na^+ et K^+ sont proches [16], nous pouvons supposer que NaCl présentera les mêmes variations.

Cette variation a été suivie pour les fines ($140 \mu\text{m}$) et grosses ($600 \mu\text{m}$) particules de KCl et pour une concentration de 30 grammes de sel dans 100 cm^3 d'eau et à 25°C .

Les résultats sont regroupés dans les tableaux 4 et 5 et représentés par les figures 5 et 6.

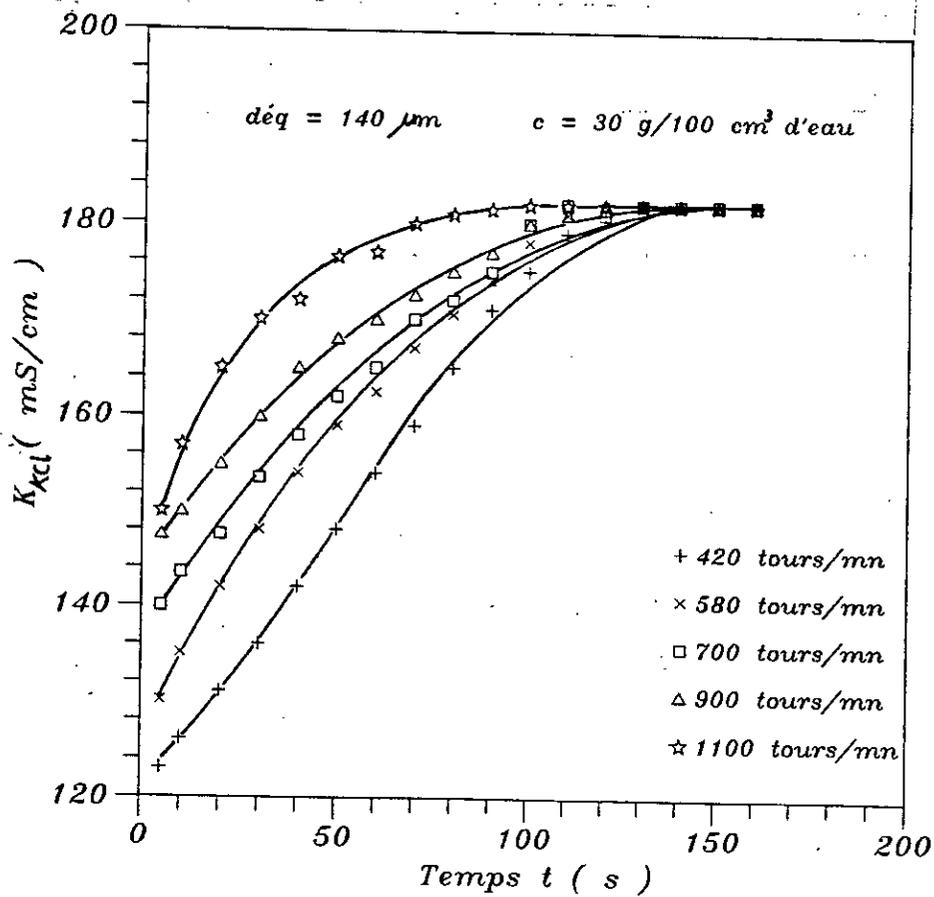


Figure 5 - Variation de K_{KCl} ($d_{\text{eq}} = 140 \mu\text{m}$) en fonction du temps, pour différentes vitesses d'agitation.

Tableau 5 - Valeurs des conductivités spécifiques K (en mS/cm) des particules de KCl de diamètre équivalent égal à 600 μm , pour les différentes vitesses d'agitation (tours/mn).

t (s)	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150	160
420	116	120	126	131	135	142	150	153	158	163	168	174	178	180	180	181	182
560	130	132	140	148	152	157	161	165	169	174	179	181	181	182	182	182	182
700	137	140	144	150	155	160	161	168	169	172	179	181	182	182	182	182	182
900	145	148	152.5	158	160	165	167	169.5	172	177	179	180	182	182	182	182	182
1100	150	154	160	166	170	173	174	177	178	179.5	180	182	182	182	182	182	182

Tableau 6 - Valeurs des conductivités spécifiques K (en mS/cm) des particules de KCl de diamètre équivalent à 600 μm , pour les différentes concentrations c (g de sel/100 cm^3 d'eau).

c \ t(s)	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150	160
5	50	54	58	60	69	74	75	75	75	—	—	—	—	—	—	—	—
10	64	68	77	84	90	96	100	105	110	110	110	110	110	—	—	—	—
15	83	86	95	104	111	118	124	129	133	136	138	138	138	138	—	—	—
20	92	98	108	116	122	132	140	146	146	150	153	154	155	155	156	155	155
25	109	114	124	132	140	146	150	154	154	160	161	163	164	164	164	164	164
30	130	133	140	146	152	157	161	165	169	174	178	181	181	182	182	182	182
35	140	144	149	154	161	166	169	173	176	180	181	182	184	186	186	186	186

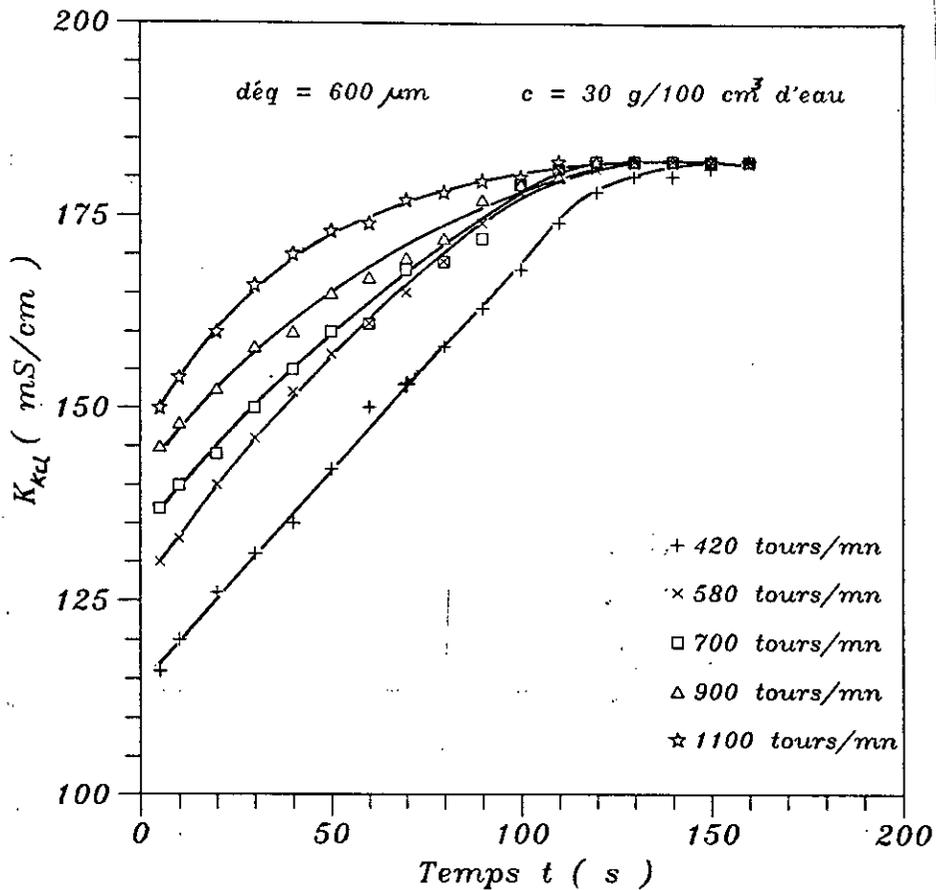


Figure 6 - Variation de K_{KCl} ($d_{eq} = 600 \mu m$) en fonction du temps, pour différentes vitesses d'agitation.

Les figures 5 et 6 montrent que quelque soit la vitesse d'agitation utilisée, l'équilibre de dissolution est atteint à une durée bien définie. Par commodité de lecture sur le conductimètre (éviter les fluctuations excessives), il est préférable de travailler avec les faibles vitesses d'agitation.

Nous maintiendrons une vitesse d'agitation de 420 tours/mn, pour la suite de nos travaux.

1.2.3 Choix du temps de dissolution

Le temps de dissolution est directement lié à l'équilibre de dissolution. Nous l'avons évalué pour différentes concentrations en particules de KCl de diamètre équivalent égal à $600 \mu\text{m}$.

Les résultats sont regroupés dans le tableau 6 et représentés sur la figure 7.

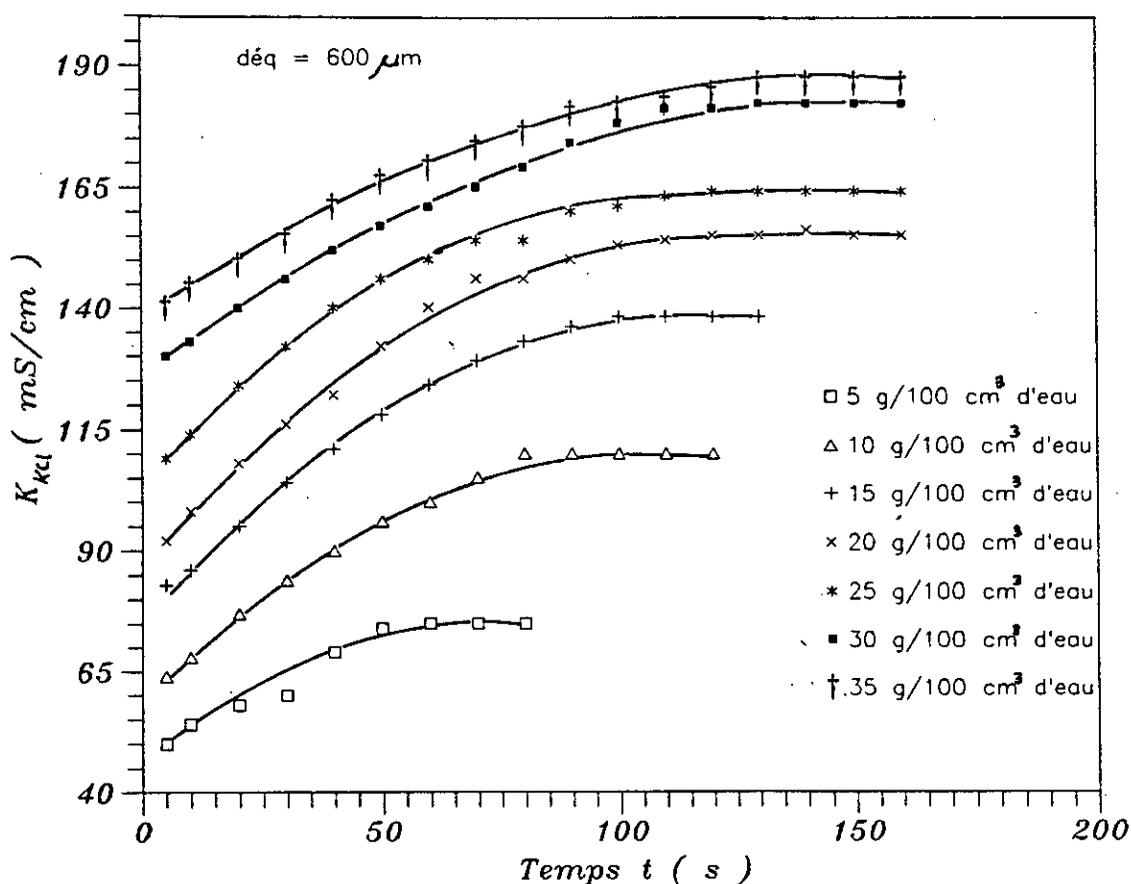


Figure 7 - Variation de K_{KCl} en fonction du temps pour différentes concentrations en sels c.

La figure 7 montre que, pour des concentrations en sel inférieures à 20 grammes dans 100 cm^3 d'eau, une durée de deux

minutes est largement suffisante pour atteindre la dissolution totale. Par contre, pour des concentrations supérieures ou égales à 20 grammes dans 100 cm³ d'eau, il faut un temps de dissolution de trois minutes.

I.2.4 Evaluation de l'influence de la granulométrie des particules de NaCl et KCl sur leur solubilité à 25°C

Avec une vitesse d'agitation de 420 tours/mn et les deux temps de dissolution de 2 et 3 minutes, nous suivons la variation de la conductivité spécifique de chaque électrolyte en fonction des ajouts successifs en sel jusqu'à saturation.

Les résultats des mesures sont regroupés dans les tableaux 7 et 8 et représentés sur la figure 8.

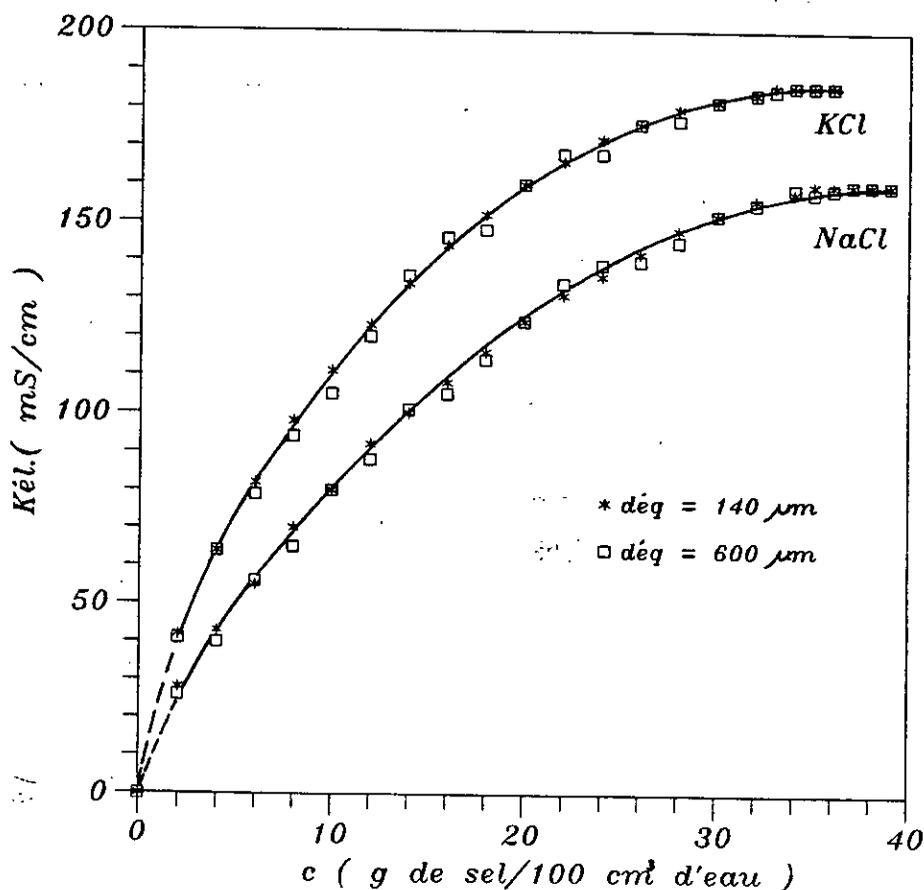


Figure 8 - Variation de K_{cl} en fonction de c .

Tableau 7 Valeurs des conductivités spécifiques K_{NaCl} et équivalentes Ω en fonction des différentes concentrations C et C_e .

$C_e/100$ m ² d'eau)	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30	32	34	35	36	37	38	39	
140 m	K	28	43	55	70	80	92	100	108	116	124	131	136	142	148	152	156	158	160	160	160	160	160
	C_e	0.37	0.70	1.00	1.45	1.75	2.15	2.45	2.80	3.15	3.50	3.87	4.10	4.50	4.90	5.15	5.50	5.75	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25
	Ω	74.66	61.43	55.00	48.27	45.71	42.79	40.81	38.57	36.82	35.43	33.80	33.17	31.55	30.20	20.51	28.36	27.48	25.60	25.60	25.60	25.60	25.60
	$\sqrt{C_e}$	0.61	0.83	1.00	1.20	1.32	1.46	1.56	1.67	1.77	1.87	1.97	2.02	2.12	2.21	2.27	2.34	2.39	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
225 m	K	28	42	57	70	78	90	99	109	114	123	130	138	141	148	151	156	157	159	160	160	160	160
	C_e	0.37	0.67	1.12	1.45	1.67	2.07	2.40	2.85	3.05	3.47	3.80	4.22	4.40	4.90	5.05	5.50	5.65	6.00	6.25	6.25	6.25	6.25
	Ω	74.66	62.22	50.66	48.27	46.56	43.37	41.25	38.24	37.37	35.39	34.21	32.66	32.04	30.20	29.90	28.36	27.78	26.30	25.60	25.60	25.60	25.60
	$\sqrt{C_e}$	0.61	0.82	1.06	1.20	1.29	1.44	1.55	1.68	1.74	1.86	1.95	2.05	2.09	2.21	2.25	2.34	2.37	2.45	2.50	2.50	2.50	2.50
375 m	K	27	43	55	69	79	91	98	107	116	121	133	135	140	147	152	156	158	160	159	160	160	160
	C_e	0.35	0.70	1.00	1.40	1.70	2.10	2.37	2.75	3.15	3.37	3.97	4.05	4.35	4.80	5.15	5.50	5.75	6.25	6.00	6.25	6.25	6.25
	Ω	77.14	61.43	55.00	49.28	46.47	43.33	41.26	38.91	36.82	35.85	33.46	33.35	32.18	30.62	29.51	28.36	27.48	25.60	25.60	25.60	25.60	25.60
	$\sqrt{C_e}$	0.59	0.83	1.00	1.18	1.30	1.45	1.54	1.66	1.77	1.84	1.99	2.01	2.08	2.19	2.27	2.34	2.39	2.50	2.45	2.50	2.50	2.50
600 m	K	26	40	56	65	80	88	101	105	140	124	134	139	140	145	152	155	159	158	159	160	160	160
	C_e	0.32	0.62	1.07	1.30	1.75	2.00	2.50	2.67	3.05	3.50	4.00	4.25	4.35	4.65	5.15	5.15	6.00	5.75	6.00	6.25	6.25	6.25
	Ω	80.00	64.00	52.09	50.00	45.71	44.00	40.40	39.25	37.37	35.43	33.50	32.70	32.18	31.18	29.51	28.44	26.50	27.48	26.50	25.60	25.60	25.60
	$\sqrt{C_e}$	0.57	0.79	1.03	1.14	1.32	1.41	1.58	1.63	1.74	1.87	2.00	2.06	2.08	2.15	2.27	2.33	2.45	2.39	2.45	2.50	2.50	2.50

Tableau 8. Valeurs des conductivités spécifiques K_{KCl} et équivalentes Ω en fonction des différentes concentrations C et C_0 .

C_0 (g/100 cm ³ d'eau)	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30	32	33	34	35	36	
140 μm	K	42	64	82	98	111	123	134	144	152	160	166	172	176	180	182	184	186	186	186	186
	C_0	0.42	0.72	1.00	1.25	1.45	1.62	1.80	1.97	2.12	2.30	2.47	2.77	3.00	3.30	3.50	3.70	4.00	4.00	4.00	4.00
	Ω	98.82	98.27	82.00	78.40	76.55	75.69	74.44	72.91	71.53	69.56	67.07	61.98	58.66	54.54	52.00	49.73	46.50	46.50	46.50	46.50
	$\sqrt{C_0}$	0.65	0.85	1.00	1.12	1.20	1.27	1.34	1.40	1.45	1.51	1.57	1.66	1.73	1.81	1.87	1.92	2.00	2.00	2.00	2.00
225 μm	K	41	65	81	97	110	121	133	144	151	159	165	172	175	179	181	183	184	185	186	186
	C_0	0.40	0.75	0.97	1.22	1.42	1.60	1.77	1.97	2.10	2.27	2.42	2.77	2.97	3.22	3.40	3.52	3.70	3.80	4.00	4.00
	Ω	102.5	86.66	83.07	79.18	77.19	75.62	74.93	72.91	71.90	69.89	68.04	61.98	58.82	55.50	53.23	51.92	49.73	48.68	46.50	46.50
	$\sqrt{C_0}$	0.63	0.86	0.98	1.10	1.19	1.26	1.33	1.40	1.45	1.51	1.55	1.66	1.72	1.79	1.84	1.88	1.92	1.95	2.00	2.00
375 μm	K	42	64	82	95	111	122	133	143	152	158	165	170	175	180	180	182	185	186	185	186
	C_0	0.42	0.72	1.00	1.20	1.45	1.60	1.77	1.95	2.12	2.25	2.50	2.67	2.97	3.30	3.30	3.50	3.80	4.00	3.80	4.00
	Ω	98.82	88.27	82.00	79.16	76.55	76.25	74.93	73.33	71.53	70.22	66.80	63.55	58.82	54.54	54.54	52.00	48.68	46.50	48.68	46.50
	$\sqrt{C_0}$	0.65	0.85	1.00	1.09	1.20	1.26	1.33	1.39	1.45	1.50	1.58	1.63	1.72	1.81	1.81	1.87	1.95	2.00	1.95	2.00
600 μm	K	41	64	79	94	105	120	136	146	148	160	168	168	176	177	182	184	185	186	186	186
	C_0	0.40	0.72	0.95	1.17	1.35	1.57	1.82	2.00	2.05	2.30	2.57	2.57	3.00	3.05	3.50	3.70	3.80	4.00	4.00	4.00
	Ω	102.5	88.27	83.15	80.00	77.77	76.19	74.52	73.00	72.19	69.56	65.24	65.24	58.66	58.03	52.00	49.73	48.68	46.50	46.50	46.50
	$\sqrt{C_0}$	0.63	0.85	0.97	1.08	1.16	1.25	1.35	1.41	1.43	1.51	1.60	1.60	1.73	1.74	1.87	1.92	1.95	2.00	2.00	2.00

22

Interprétation des résultats

La figure 8 montre qu'il n'y a pas d'influence remarquable de la dimension équivalente des particules des deux sels sur leur solubilité dans l'eau distillée à 25°C. Le seuil de saturation est le même pour les grosses (600 μm) et fines (140 μm) particules.

Ceci est mieux illustré en traçant la variation de la conductivité équivalente Ω en fonction de $\sqrt{c_e}$. Par définition, la conductivité équivalente Ω est donnée par la formule [16] :

$$\Omega = \frac{(10^{43} \cdot K_{\text{él}})}{c_e} \quad (7)$$

Ω : Conductivité équivalente ($\text{mS} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{éq}^{-1}$).

$K_{\text{él}}$: Conductivité spécifique de l'électrolyte (mS/cm).

c_e : Concentration équivalente (éq/l).

En se servant des courbes d'étalonnage (figure 3), nous déterminons la concentration équivalente exacte c_e pour chaque conductivité spécifique $K_{\text{él}}$.

Les résultats des calculs sont regroupés dans les tableaux 7 et 8 respectivement pour NaCl et KCl.

La variation de Ω en fonction de $\sqrt{c_e}$ a été corrélée par différentes équations:

Pour certains électrolytes, Kohlrausch a proposé la relation empirique suivante [17]:

$$\Omega = \Omega_0 - b' \sqrt{c_e} \quad (8)$$

b' est une constante.

Ω_0 est la conductivité équivalente limite.

Une équation semblable pour une solution diluée d'électrolytes forts a été déduite par Onsager de la théorie des solutions d'électrolytes de Debye et Hückel. L'équation quantitative de la conductivité pour des solutions très diluées (jusqu'à $10^{-3}N$), donnée par Onsager, est [16] :

$$\Omega = \Omega_0 - (B_1 \Omega_0 + B_2) \sqrt{I} \quad (9)$$

B_1 et B_2 sont des constantes dépendant de la nature du solvant et de la température.

I est la force ionique.

Pour un électrolyte uni-univalent dans l'eau à 25°C on a [17]:

$$I = (1/2) \cdot [c_e(1)^2 + c_e(1)^2] = c_e \quad (10)$$

Lorsqu'on augmente la concentration, on observe des déviations par rapport à l'équation d'Onsager. Seldlovsky a remarqué que la variation de Ω en fonction de $\sqrt{c_e}$ est de la forme [17]:

$$\Omega = \Omega_0 - (B_1 \cdot \Omega_0 + B_2) \sqrt{c_e} + b \cdot c_e (1 - B_1 \sqrt{c_e}) \quad (11)$$

L'équation (11) de Sheldlovsky est valable pour un certain nombre d'électrolytes forts jusqu'à une concentration de 0,1 N.

La variation de Ω en fonction de $\sqrt{c_e}$ pour les électrolytes KCl et NaCl est représentée sur la figure 9.

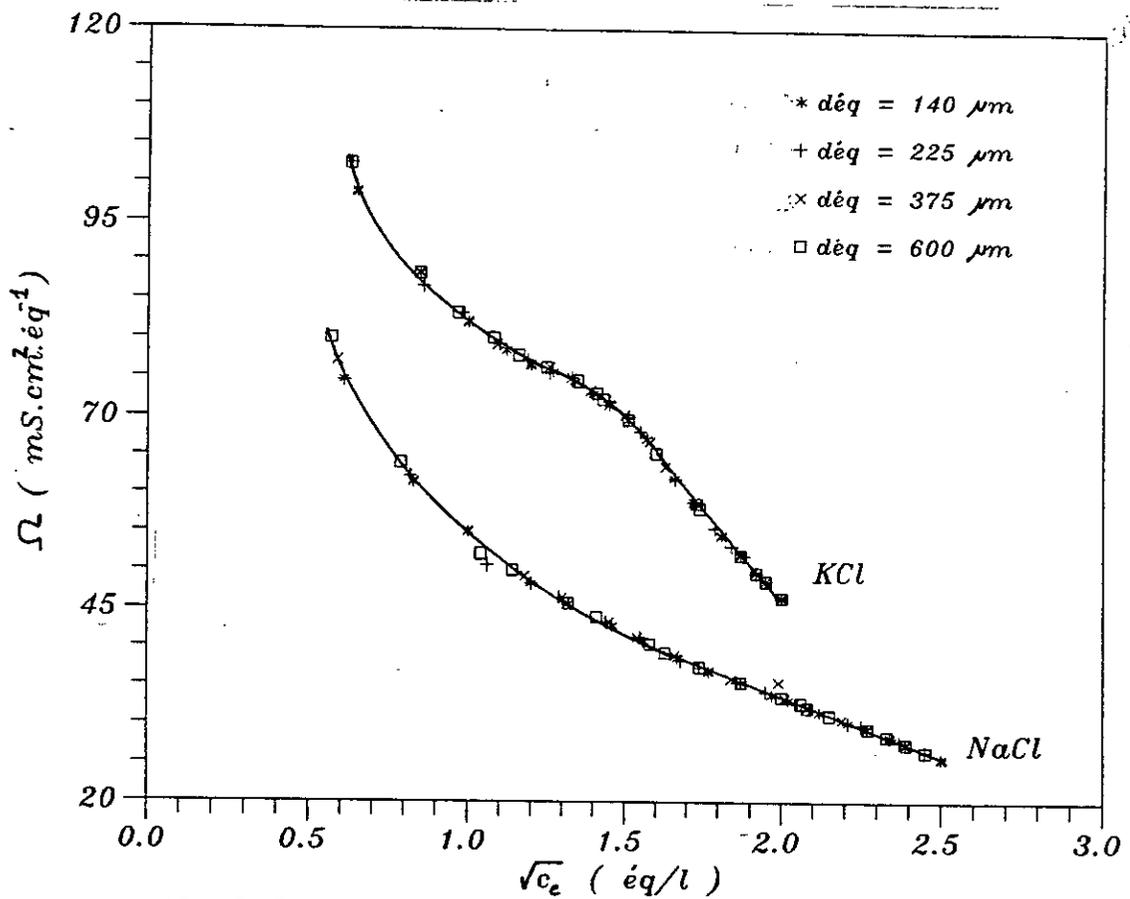


Figure 9 - Variation de Ω en fonction de $\sqrt{c_e}$ pour NaCl et KCl.

La figure 9 montre que quelque soit la dimension des particules de sel, la variation de Ω en fonction de $\sqrt{c_e}$ suit la même courbe.

Cependant, la figure 9 montre une droite décroissante pour une concentration au dessus de 2.25 N.

Les figures 8 et 9 ne peuvent confirmer une influence de la granulométrie des particules de KCl et NaCl sur leur solubilité dans l'eau à 25°C.

II Non électrolyte Naphtalène dans le benzène

Nous avons remarqué que les deux électrolytes NaCl et KCl ne présentaient pas une influence de la granulométrie de leurs particules sur leur solubilité. On se propose de réaliser la même étude pour un non électrolyte : naphtalène dans le benzène.

II.1 Etudes préliminaires

Le naphtalène utilisé est de marque PROLABO. Son point de fusion a été vérifié à l'aide d'un appareil de type Electrothermal special FUND UNESCO. Sa valeur est de 79.95°C (valeur moyenne entre 4 déterminations). La valeur théorique est de 80.22°C [18].

Le tamisage du naphtalène, préalablement broyé au mortier, a été réalisé à l'aide de six tamis AFNOR superposés de :

50 - 200 - 500 - 700 - 1400 et 2000 μm .

Nous avons retenu les fractions granulométriques dont la quantité recueillie était largement suffisante. A savoir les fractions entre 50 - 200 μm ; 500 - 700 μm et 1400 - 2000 μm .

Donc les diamètres équivalents considérés sont :

125 - 600 et 1700 μm .

Le benzène utilisé comme solvant est de marque PROLABO. Nous avons vérifié deux de ses propriétés afin de s'assurer de sa pureté.

Son indice de réfraction et sa densité évaluée par pycnométrie sont regroupés dans le tableau 9 et comparés aux données théoriques [18].

Tableau 9 — Valeurs expérimentales et théoriques de l'indice de réfraction et de la densité du benzène évaluées à 25°C.

Propriété	Indice de réfraction	Densité
Valeur expérimentale	1.5012	0.880
Valeur théorique	1.5011	0.879

II.2 Mode opératoire

Pour évaluer la solubilité du naphthalène dans le benzène, nous avons adopté la méthode dite "synthétique" [14]. Elle consiste à faire dissoudre dans un tube à essai obturé et trempé dans un bain d'eau chaude une quantité de naphthalène pesée à 0.1 mg près dans un volume donné de benzène.

La température de disparition de la dernière particule solide est notée T_1 et celle d'apparition du premier cristal après refroidissement à l'air libre de la solution naphthalène-benzène est T_2 .

La moyenne entre T_1 et T_2 est la température de solubilité notée T .

Nous procédons de la sorte avec les trois diamètres équivalents.

II.3 Résultats et discussion

Les résultats sont regroupés dans les tableaux 10, 11 et 12.

Tableau 10–Valeurs des températures T_1 , T_2 et T pour $d_{\text{éq}} = 125 \mu\text{m}$.

x	0.257	0.342	0.409	0.509	0.580	0.634	0.675	0.708
T_1 °C	55.0	63.0	59.0	67.0	61.0	71.0	65.0	69.0
T_2 °C	19.0	30.0	43.0	47.0	61.0	65.0	67.0	70.0
T °C	37.0	46.5	51.0	57.0	61.0	68.0	66.0	69.5

Tableau 11–Valeurs des températures T_1 , T_2 et T pour $d_{\text{éq}} = 600 \mu\text{m}$.

x	0.257	0.342	0.409	0.509	0.580	0.634	0.675	0.708
T_1 °C	76.0	65.0	72.0	72.0	72.0	73.0	72.0	71.0
T_2 °C	17.5	33.0	38.5	52.0	54.0	69.0	68.0	70.0
T °C	46.7	49.0	55.2	62.0	63.0	71.0	70.0	70.5

Tableau 12–Valeurs des températures T_1 , T_2 et T pour $d_{\text{éq}} = 1700 \mu\text{m}$.

x	0.257	0.342	0.409	0.509	0.580	0.634	0.675	0.708
T_1 °C	76.0	61.0	78.0	67.0	69.5	72.0	73.0	72.0
T_2 °C	17.0	29.0	34.0	50.0	50.5	55.5	61.0	64.0
T °C	46.5	45.0	56.0	58.5	60.0	63.7	67.0	68.0

En examinant les données des tableaux 10, 11 et 12, il nous semble incorrect de prendre la température T , qui est une moyenne entre deux valeurs très éloignées, comme une température de solubilité. La seule température à considérer est la température du

début de cristallisation T_2 qui vérifie approximativement les données théoriques de la courbe de solubilité du naphthalène dans le benzène (figure 1).

Les figures 10 et 11 confirment ces constatations.

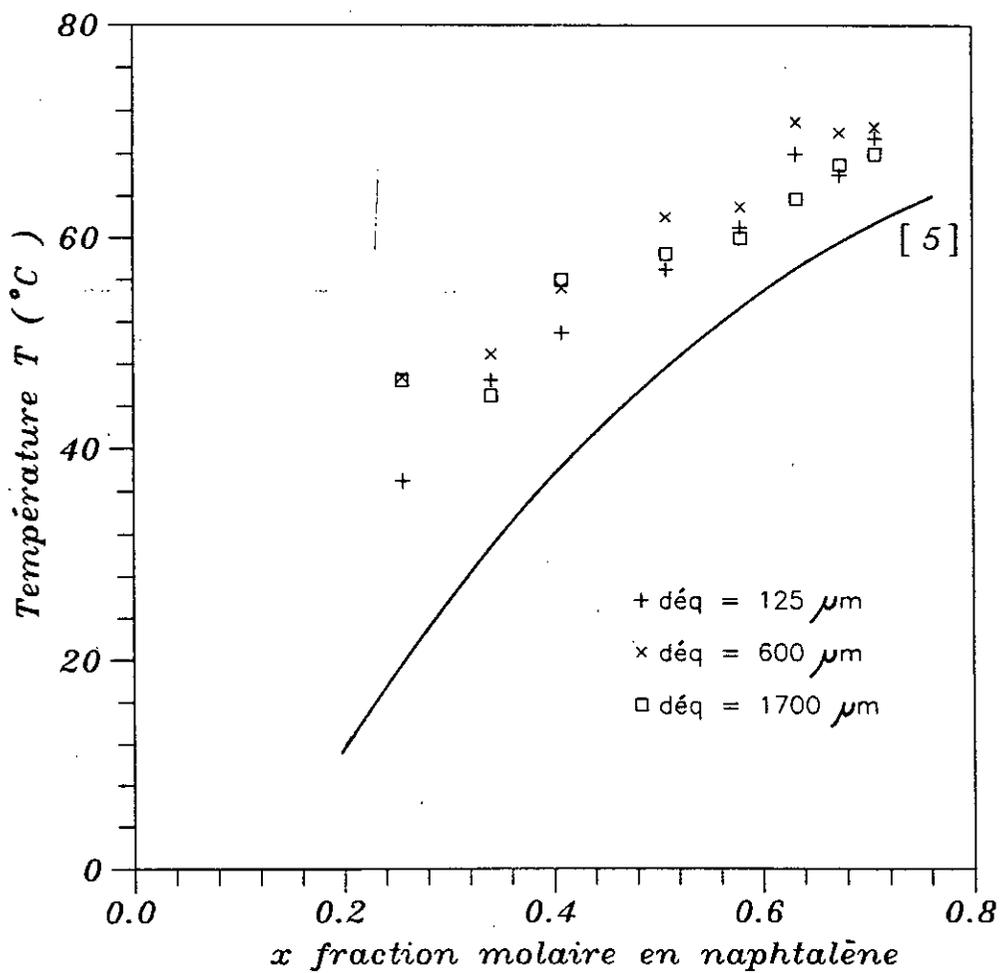


Figure 10 —Ecart des températures T par rapport à la courbe de solubilité.

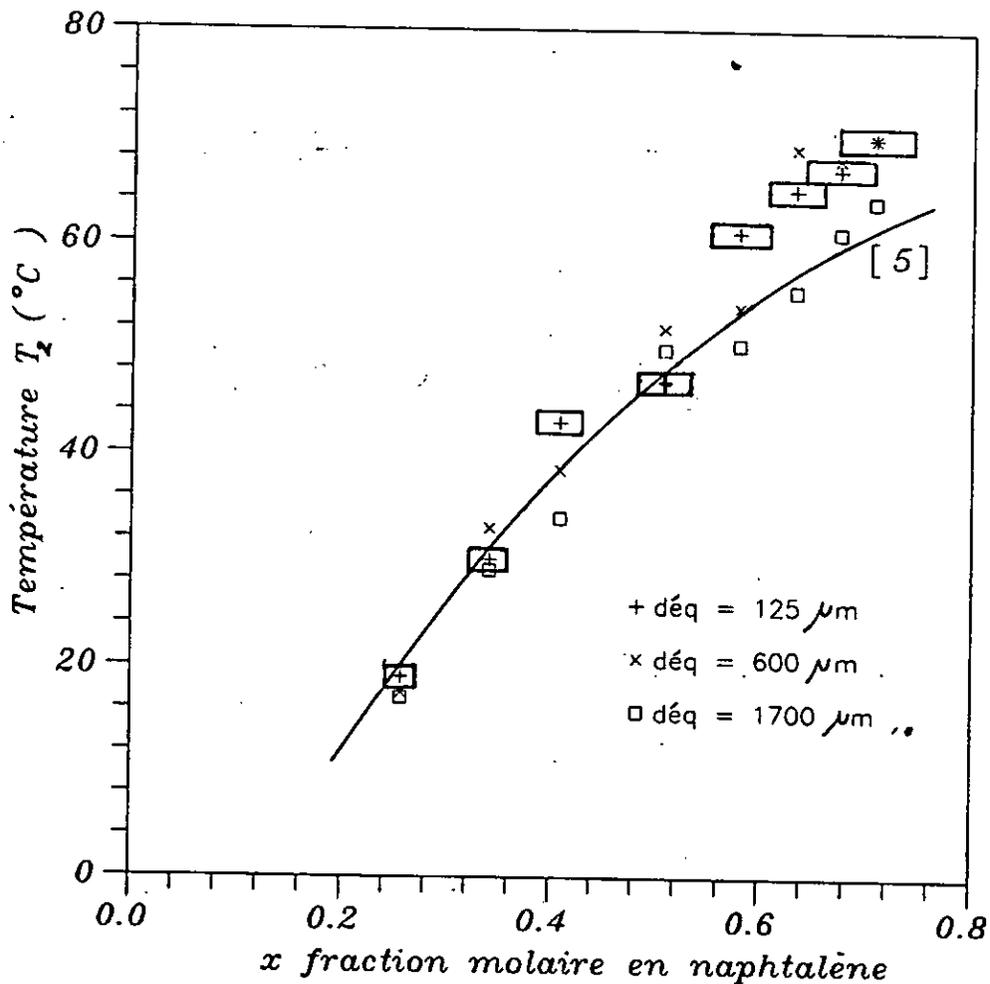


Figure 11 —Ecart des températures T_2 par rapport à la courbe de solubilité.

Les figures 10 et 11 montrent que les valeurs de la température T_2 sont plus proches des données théoriques que celles de la température T .

Les écarts entre les valeurs de la température T_2 des différents diamètres équivalents ne peuvent confirmer l'existence d'une influence de la granulométrie sur la solubilité du naphthalène dans le benzène. Cependant, ces écarts sont justifiés par les

La figure 12 montre de faibles écarts à l'idéalité [13] et aux travaux de Ward [14] et de Hildebrand [19].

III Conclusion

Les expériences réalisées sur les deux électrolytes NaCl et KCl et le non électrolyte naphthalène ne peuvent confirmer l'influence de la granulométrie des corps solides purs sur leur solubilité.

L'équation d'Ostwald-Freundlich a été établie théoriquement dans le cas particulier des solutions colloïdales et des précipités et vérifiée expérimentalement pour le cas des sels peu solubles.

Les sels NaCl et KCl étant des électrolytes forts, fortement dissociables dans l'eau, il apparait que cette équation ne leur est pas applicable.

DEUXIEME PARTIE

**DETERMINATION DE LA GRANULOMETRIE OPTIMALE DE LA
MOUTURE DE CAFE POUR L'INFUSION**

**DEUXIEME PARTIE : Détermination de la granulométrie optimale
de mouture de café**

INTRODUCTION 32

**CHAPITRE PREMIER : Généralités sur l'extraction solide -
liquide**

I Définition 33

II Méthodes d'extraction solide - liquide 33

 II.1 Lixiviation 33

 II.2 Percolation 34

 II.3 Décoction 34

 II.4 Infusion 34

 II.5 Macération 34

 II.6 Digestion 34

 II.7 Elution 34

**III Description du phénomène d'extraction solide -
liquide 34**

**IV Facteurs intervenant dans l'extraction solide -
liquide 35**

 IV.1 Etat du soluté dans le solide 35

 IV.2 Nature du solvant 36

 IV.3 Température T 36

 IV.4 Agitation du milieu 36

 IV.5 Temps de contact t 36

 IV.6 Taux charg/solvant q 36

 IV.7 Taux d'humidité 37

**CHAPITRE DEUXIEME : Etude bibliographique de l'extraction du
café boisson**

I Historique du café 38

II Botanique et écologie du café 38

III Technologie du café 40

 III.1 Torréfaction du café vert 40

 III.2 Broyage du café torréfié 42

 III Emballage 43

IV Extraction ménagère du café boisson 43

**V Influence des paramètres de l'extraction sur les
caractéristiques du café boisson 44**

 V.1 principales caractéristiques physico-chimiques du

café boisson	44
V.2 Influence des matières premières sur l'extraction du café boisson	45
V.3 Influence des conditions d'extraction	46
VI Etude microscopique d'un grain de café imbibé	46

CHAPITRE TROISIEME : Etude expérimentale

I Caractérisation des matières premières	48
I.1 L'eau	48
I.2 La mouture de café	48
I.2.1 Origine et préparation	48
I.2.2 Tamisage et vérification au microscope	48
I.2.3 Analyse granulométrique des types (4) et (5) . .	49
I.2.4 Evaluation du taux d'humidité des six moutures .	51
I.2.5 Evaluation de la teneur en caféine pour les six types	51
I.2.5.1 Extraction de la caféine	51
I.2.5.2 Résultats et discussion	53
II Etude du processus d'extraction	60
II.1 Mode opératoire	60
II.2 Choix des paramètres q, T et t	61
II.3 Détermination de la granulométrie optimale . . .	65
III. Conclusion	69

INTRODUCTION

La préparation d'une boisson de café répondant aux exigences des consommateurs suscite un intérêt de plus en plus important. L'évolution des techniques d'extraction et celles de préparation des cafés torréfiés et moulus (stockage, torréfaction, broyage et emballage) est le fruit d'études menées par différents organismes internationaux (C.B.I, SEB, Nestlé, I.R.C.C...).

L'extraction par de l'eau chaude , des composés solubles (solides et volatils) responsables du goût, de la couleur et de l'odeur du café dépend de la mouture (taille des particules), de la quantité, de la composition et de la température de l'eau ainsi que du temps d'extraction [20],[21].

Les expériences réalisées lors de la première partie n'ont pu mettre en évidence une quelconque relation entre la granulométrie et la solubilité des solides purs.

Etant donné que l'extraction solide liquide est basée sur les différences de solubilité entre les constituants du solide et le liquide extractant, cette seconde partie a pour objectif la détermination de la granulométrie optimale de mouture de café correspondante au seuil de saturation en constituants solides solubles du café dans le cas de l'extraction par infusion.

CHAPITRE PREMIER : Généralités sur l'extraction solide - liquide

I Définition

L'extraction solide - liquide est l'opération fondamentale ayant pour but d'extraire, de séparer ou de dissoudre, par immersion dans un liquide ou par arrosage par un liquide, un ou plusieurs composants solides ou liquides mélangés à un solide [22].

C'est une opération très ancienne utilisée pour extraire des plantes et de certains organes animaux des produits alimentaires, pharmaceutiques colorants ou odoriférants, en vue de la production de breuvages, drogues, teintures ou parfums [23].

De nombreux exemples d'extraction de produits naturels par l'eau, par les alcools ou par des solvants organiques peuvent être cités à titre indicatif [22]:

-Les extraits de café et de thé sont produits par traitement à l'eau bouillante.

-Le sucre est extrait à l'eau chaude des racines de betteraves.

-Les huiles alimentaires sont retirées des graines oléagineuses par pression puis extraction à l'hexane.

-La majorité des produits à activité pharmacodynamique, contenus dans les plantes médicinales sont extraits par l'eau, les alcools, les hydrocarbures ou les solvants chlorés.

II Méthodes d'extraction solide-liquide

Les opérations d'extraction solide-liquide regroupent plusieurs méthodes qui sont [22]:

II.1 La lixiviation ou lessivage

Elle s'applique essentiellement à l'hydrométallurgie: le solide finement divisé est mis en contact avec une liqueur

d'attaque chaude ou froide qui solubilise le soluté.

II.2 La percolation

Elle consiste à laisser couler un solvant généralement chaud sur un lit de solides finement divisés afin de dissoudre les composants solubles qui y sont contenus.

II.3 La décoction

C'est l'opération dans laquelle le solide est mis à bouillir dans un liquide en vue d'extraire les parties solubles. Le traitement du malt en brasserie utilise cette méthode.

II.4 L'infusion

C'est la mise en suspension d'un solide dans un liquide chaud proche de l'ébullition ou l'arrosage du solide par ce liquide afin de dissoudre les constituants utiles.

II.5 La macération

C'est la mise en contact plus ou moins prolongé à froid d'un solide dans un solvant en vue d'extraire les parties solubles.

II.6 La digestion

C'est une macération à chaud.

II.7 L'éluotion

Elle consiste à enlever un soluté fixe à la surface d'un solide par simple contact avec un solvant.

III Description du phénomène d'extraction solide - liquide

Le phénomène global "extraction solide - liquide" est constitué par une succession d'étapes clairement définies par Voilley et Simatos [24], Schwartzberg [25] et Dousse [26] :

Etat initial : Le corps solide finement divisé est mis en contact avec le solvant. Ce dernier va imbiber le support et dissoudre l'élément soluble à extraire.

Période de transfert : Instantanément, un transfert de masse s'instaurera de la solution contenue dans le solide (riche en soluté) vers la solution extérieure entourant le solide (pauvre en soluté).

Etat final : Dès lors que les concentrations à l'intérieur et à l'extérieur du solide sont identiques, un état d'équilibre est atteint.

Certains travaux font apparaître "l'évolution" des trois parties en présence: insoluble, soluble et solvant sur une représentation graphique intitulée diagramme ternaire [25],[27],[28],[29].

Pour obtenir l'état final souhaité, il est possible d'intervenir sur l'état initial et sur les conditions dans lesquelles est conduite l'étape de transfert. L'influence de ces conditions a été étudiée et des représentations théoriques du transfert par diffusion ont été élaborées [23].

IV Facteurs intervenant dans l'extraction solide - liquide

IV.1 Etat du soluté dans le solide.

Ce facteur a une importance primordiale du fait qu'il détermine le mécanisme de transfert de matière [22] :

.Si le soluté est dispersé uniformément dans le solide, les parties superficielles sont dissoutes en laissant un solide poreux, le solvant doit ensuite pénétrer cette couche extérieure avant d'atteindre le soluté situé en profondeur.

.Lorsque le soluté se trouve à une teneur importante dans le solide, la structure poreuse peut être déduite par dissolution du soluté avec production de fines particules rendant la dissolution ultérieure du soluté facile.

.Pour les matières végétales, le soluté est généralement

occlus dans des cellules d'où il est extrait par un mécanisme de dialyse ou de diffusion capillaire à travers les parois cellulaires.

Plus la matière est finement divisée, plus la surface d'échange est grande, et plus le parcours moyen du soluté est petit. La fragmentation fine s'impose lorsque le soluté est occlus dans un réseau d'inerte, tels certains composés minéraux, mais une grande finesse du solide peut devenir un inconvénient lors de la clarification des solutions [22].

IV.2 Nature du solvant

Le solvant doit être sélectif, non toxique, ininflammable et non explosif. Il doit posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée et une faible viscosité [22].

IV.3 Température T

L'élévation de la température permet généralement un accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté ainsi qu'une diminution de la viscosité de la solution [22].

IV.4 Agitation du milieu

L'agitation des particules dans le solvant permet le maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu. Elle a toujours un effet favorable sur l'opération d'extraction [22].

IV.5 Temps de contact t

Il est important de déterminer le temps de contact nécessaire à l'obtention d'un rendement satisfaisant pour l'optimisation de l'opération d'extraction [22].

IV.6 Taux charge/solvant g

C'est le rapport quantité de la charge sur la quantité de solvant. Il permet d'obtenir un rendement d'extraction adéquat en déterminant sa valeur optimale [22].

IV.7 Taux d'humidité

Lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité du soluté contenu dans le solide est inversement proportionnelle au taux d'humidité de ce dernier [22].

CHAPITRE DEUXIEME : Etude bibliographique de l'extraction du café boisson

I Historique du café

Le nom "café" dérive de la prononciation turque "Kahwa" du mot arabe "gahwa" qui signifie une infusion de haricot ou de fève [31].

L'origine du café est fort obscure. Razès, médecin musulman du IX^{ème} siècle, en fait mention et indique quelques unes de ses propriétés [32]. Il aurait été transporté de l'Abyssinie et du Soudan au XIV^{ème} siècle vers le Yemen. De là, sa culture s'est progressivement étendue aux indes, à l'île Bourbon puis au nouveau monde (Brésil, Guyane, Antilles...etc) [33].

Aujourd'hui, le café est de loin la plus précieuse des denrées vendues par les pays en voie de développement [34]. Il rapporte des recettes d'exportation évaluées à environ 10 ou 11 milliards de dollars aux producteurs de café du tiers monde notamment le Brésil, la Colombie et au moins trente deux pays d'Afrique, des Caraïbes et du Pacifique. On estime que la valeur des recettes provenant des exportations de café arrive en deuxième place après celles des exportations pétrolières du tiers monde [34].

II Botanique et écologie du café

Le café, périsperme du fruit du caféier, est une petite graine ovale présentant une face dorsale convexe et une face ventrale légèrement aplatie séparée en deux parties inégales par une fente longitudinale [30].

Le caféier appartient à la grande famille des Rubiacées. Il fleurit deux fois par an, mais il porte constamment des fleurs et des fruits, et la récolte est à peu près continue. Le fruit du caféier est une baie rouge de la grosseur d'une cerise bilobée. Elle entoure deux noyaux parcheminés accolés par leur face plane

et contenant chacun une graine de café. Cette graine porte extérieurement une péllicule fine (tégument argentin) [35].

On répartit aujourd'hui les cafés en plusieurs groupes géographiques [30]:

- Café des Antilles (Martinique, Haïti, Guadeloupe)
- Café de l'Amérique centrale (Mexique, Costa-Rica, Colombie, Venezuela).
- Café du Brésil (Rio, Santos, Sao-Paulo).
- Café d'Afrique (Libéria, Mozambique, Madagascar, Bourbon, Alexandrie, Moka).
- Café des indes anglaises (Malabar, Mysore, Ceylan).
- Café de l'Archipel indien (Java, Sumatra, Bornéo, Philippines).
- Café des îles de l'Océan Pacifique (Hawaï, Tahaïti).

L'appréciation commerciale repose sur la provenance, la grosseur, la forme, la couleur, l'âge, la régularité des grains et la présence ou l'absence de corps étrangers [30].

D'après la forme, on distingue [30]:

- Les cafés forme ronde (Bourbon, Moka).
- Les cafés forme ovale courte (Centre Amérique, Brésil).
- Les cafés forme allongée (Antilles).
- Les cafés forme pointue (Bourbon pointu).

Le café vert de bonne qualité est constitué par des grains lisses, secs et sonores, d'un volume uniforme. Leur longueur est de 8 à 14 mm, leur largeur de 6 à 8 mm, leur épaisseur est entre 3 et 4 mm et leur couleur varie entre le jaune paille et le vert foncé [30].

Les conditions écologiques favorables à la culture caféière correspondent aux caractéristiques essentielles des climats et des sols d'origine des deux grandes espèces Arabica et Robusta. A savoir un climat tropical tempéré par l'altitude et deux saisons contrastées pour le café Arabica, et un climat

subéquatorial humide et chaud pour le café Robusta [35].

III Technologie du café

Sur les lieux de production, les cerises de café sont préparées pour fournir une matière première stable et commercialisable : le café marchand ou le café vert, représenté par la graine sèche du cafeier libérée de ses enveloppes (peau et pulpe, parche, pellicule séminale), exemptée de défauts et débarrassée de toutes matières étrangères mélangées aux fruits lors de la récolte ou en cours de transport [35].

Les cerises de café sont traitées soit par voie humide, soit par voie sèche comme décrit sur la figure 13 [36].

Les cafés verts destinés à la consommation sont rarement vendus sous cette forme par les détaillants. Ils sont soumis à d'autres opérations comme la torréfaction et le broyage [33].

III.1 Torréfaction du café vert

Cette opération consiste à soumettre le café vert à une élévation importante de température (230 ou 240 °C). Elle est accompagnée de profondes modifications physico-chimiques qui peuvent se résumer en [23]:

-une perte de poids due à l'évaporation de l'eau contenue dans le café vert (perte de 15 à 25 %). Souvent les législations en vigueur n'admettent pas un taux de perte supérieur à 18 ou 20 % (Annexe 2).

-une augmentation du volume des grains. Ce phénomène est due à la dilatation des gaz entre 180 et 220 °C.

-une profonde affectation de la couleur des grains . Suivant la durée et l'intensité du traitement, la couleur brune obtenue peut varier d'une nuance cannelle au presque noir.

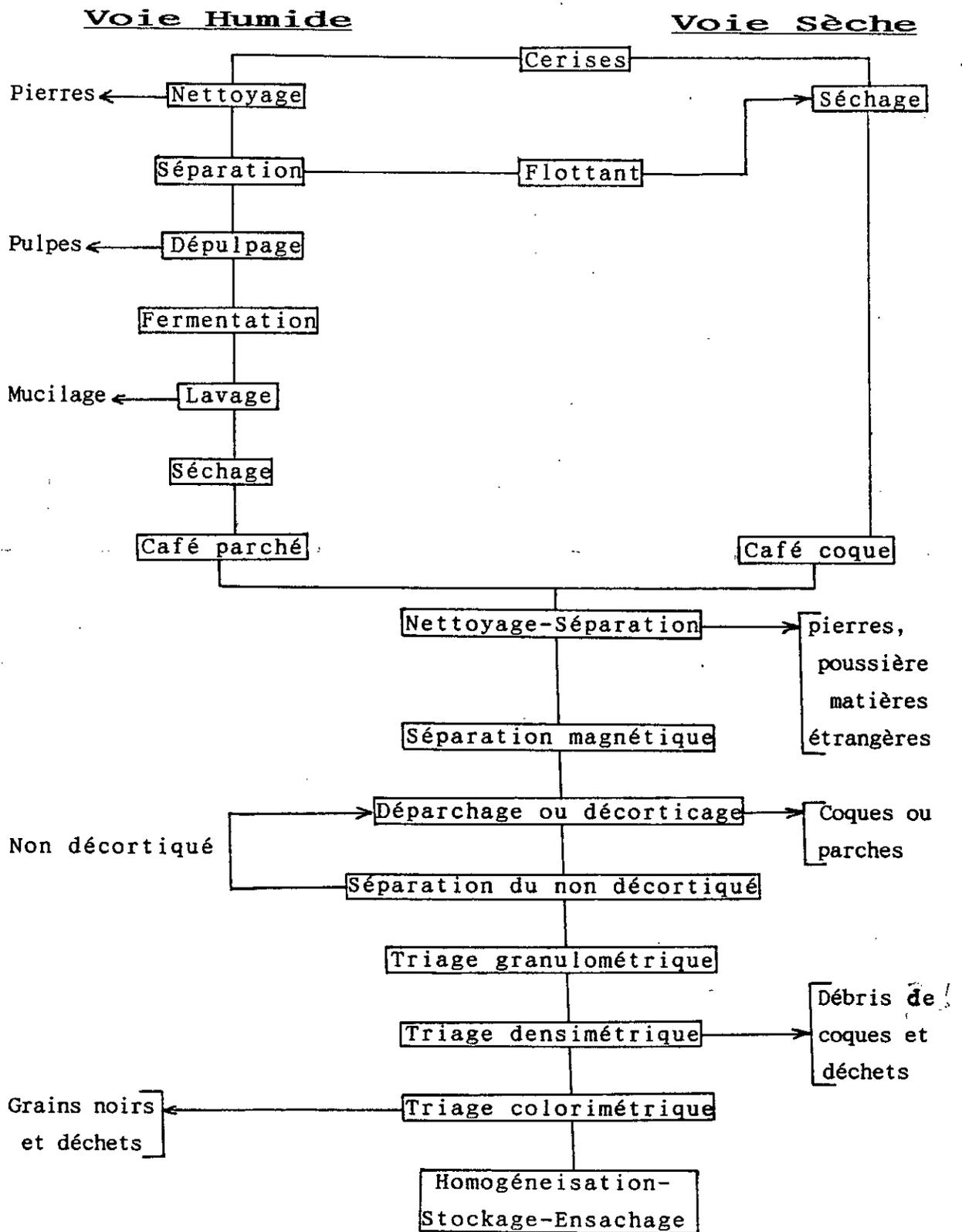


Figure 13 - Schéma du procédé de traitement des cerises de café [36].

-une transformation de la texture du grain, après torréfaction, en un réseau poreux assez friable.

Par un processus de distillation sèche, l'opération de torréfaction transforme chimiquement le produit en développant ses caractéristiques d'arôme et de saveur au détriment de ses constituants originels; hemicellulose, cellulose, sucres, cires, graisses, protéines, tannins, acide chlorogénique, caféine, trigonelline et matières minérales [37].

La réalisation de cette importante opération qui confère au café torréfié toutes ses caractéristiques d'arôme et de saveur si elle est bien conduite [38], nécessite l'utilisation des équipements de torréfaction tel que :

-Le tambour horizontal rotatoire continu ou discontinu. Le type continu a été introduit en 1980 et sa durée de torréfaction est de 3 à 6 minutes [38]

-Le tambour vertical fixe à palettes pour lequel la durée de torréfaction est d'environ 6 minutes [38].

-La cuve rotatoire avec une durée de torréfaction de 4 à 6 minutes.

-Les lits fluidisés introduits en 1957. Leur durée de torréfaction est de 2 à 4 minutes.

-La torréfaction à pression qui opère d'une façon continue en utilisant une pression d'azote. Sa durée de torréfaction est de 5 minutes.

III.2 Broyage du café torréfié

Les grains de café torréfiés sont ensuite soumis à un broyage afin de donner à l'extraction son efficacité lors de la préparation du café - boisson [38].

Toutefois, il y a quatre façon de moudre le café [20] : La plus ancienne est le mortier ou le pilon, puis le broyeur à pierres, en acier, à lames cannelées ou à rouleaux. Le plus récent est le broyeur électrique à ailettes.

La taille de la mouture doit être contrôlée en fonction de la méthode d'extraction choisie. Pour un temps d'infusion long (6 à 8 mn), la mouture doit être plus grossière que pour un temps court (1 à 4 mn) [20].

Le comité national français de la commission électrotechnique internationale (Février 1974) autorise uniquement l'utilisation de la mouture comprise entre 200 et 800 μm pour la préparation du café - boisson [39]. Par contre d'autres organismes internationaux, tel que le C.B.I, autorisent l'utilisation de la mouture comprise entre 500 et 1100 μm [31].

III.3 Emballage

Cette opération a pour but de conserver le café torréfié, en grains ou moulu, dans des sachets ou récipients obéissant aux descriptions réglementaires (Annexe 2), et ce afin d'éviter l'altération de l'arôme et de la saveur du café torréfié [38].

En outre, la méthode de stockage et de conditionnement doit aussi obéir aux réglementations puisqu'elle influence le goût, l'odeur et le taux d'humidité du café torréfié [31].

IV Extraction ménagère du café - boisson

On peut admettre que le matériel disponible dans le commerce permet de préparer le café - boisson selon cinq principes différents [40] :

-L'infusion : L'eau et le café moulu sont intimement liés pendant la durée souhaitée puis sont séparés par filtration. C'est le principe de la méthode turque.

-La filtration par gravité : La mouture de café est placée

dans un filtre (en papier, en tissu ou en porcelaine...) surmontant un récipient qui va recueillir l'extrait. L'eau est versée goutte à goutte et s'écoule au travers du gâteau de mouture par gravité. C'est le principe de la "cafetière à filtre".

-La filtration sous pression (ou percolation) : Le principe est le même que pour la filtration par gravité, sauf que le passage de l'eau se fait sous pression. La mouture utilisée est en général plus fine que pour les autres méthodes.

-La filtration par gravité avec recirculation : Il s'agit d'une filtration par gravité simple où l'extrait, grâce à un thermosiphon, est remis en circulation d'une façon continue à travers le gâteau de mouture.

-La filtration de vapeur d'eau : C'est le cas des cafetières "type Italienne" où l'eau contenue dans le récipient inférieur est chauffée jusqu'à ébullition. La vapeur légèrement pressurisée traverse le gâteau disposé au centre et se détend dans le récipient supérieur.

V Influence des paramètres de l'extraction sur les caractéristiques du café - boisson

V.1 Principales caractéristiques physico-chimiques du café - boisson

Comme pour toutes les solutions, la littérature fournit pour la boisson de café, un certain nombre de descripteurs physico-chimiques qui la caractérisent. Le plus utilisé de ces descripteurs est la quantité de matières solubles représentée par l'extrait sec (E.S), exprimé en grammes de matière sèche par litre de café - boisson, ou par le taux extrait (T.E) exprimé en grammes de matière sèche par grammes de mouture [24],[27],[39].

Voilley et Simatos [24] ont également pris en compte la couleur du café, par mesure de l'absorption à 430 et 510 nm, la viscosité, l'acidité, le pH et la conductivité. Ils ont montré

qu'il existe des relations liant ces critères entre eux:

-La densité optique et la viscosité augmentent avec la quantité de matières solubles. La relation n'est pas linéaire.

-La conductivité et l'acidité du café - boisson sont des facteurs linéaires de la quantité d'éléments solubles extraits.

De plus Voilley et col. [41] ont mis en évidence des corrélations entre ces caractéristiques physico-chimiques et certaines qualités organoleptiques du café - boisson.

Il apparait que l'intensité de l'arôme est positivement corrélée à la quantité de matière sèche, à l'acidité (pH), à la densité optique (à 430 et 510 nm) et à la conductance du café - boisson. Il en est de même pour l'acidité sensorielle et l'amertume.

V.2 Influence des matières premières sur l'extraction du café - boisson

Les caractéristiques du solvant sont considérées comme étant un facteur influant sur la composition de l'extrait de café.

Pangborn [42],[43], Coste [44] et Punnett [45] concluent que plus l'eau est dure (riche en calcaire) ou basique plus le café - boisson obtenu est amer.

Spiro et coll. [46], Nicoli et coll. [47] et Severini et coll. [48] ont étudié l'influence du degré de torréfaction, de la dimension des particules et des conditions hydrodynamiques sur les cinétiques et les mécanismes de diffusion de la caféine et des composés volatils du café. Il a été remarqué que la finesse des particules de mouture de café est responsable d'une plus grande rapidité d'extraction [24],[49],[50].

Nicoli et coll. [21] ont montré que cette finesse admettait un maximum d'extraction en solides solubles pour des particules de diamètre compris entre 300 et 500 μm .

V.3 Influence des conditions d'extraction

La composition du café - boisson dépend dans une large mesure des conditions dans lesquelles est établi le contact entre la mouture et l'eau dans l'extracteur. A savoir la méthode d'extraction, la température d'extraction, le temps de contact mouture - eau...etc [23].

Pangborn [43] a montré que la couleur, la turbidité, la quantité de sédiment et le degré d'amertume de la boisson augmentent par élévation de la température d'extraction et du temps de contact mouture - eau. Les mêmes observations ont été faites par Nicoli et coll. [21].

Voilley et coll. [39], Dalla Rosa et coll. [53], en utilisant des machines "espresso" ont étudié l'influence de la température, de la charge de café et de son degré d'humidité sur le rendement en extrait solide, et sur les propriétés physico-chimiques et organoleptiques du café - boisson.

D'après Niven et coll. [52], les conditions optimales pour l'infusion sont :

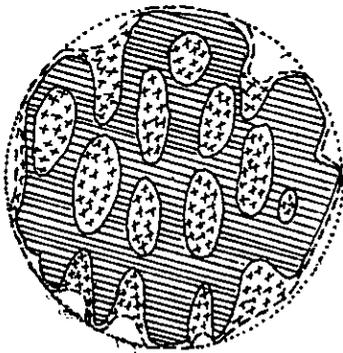
- Une durée d'infusion de 1 à 15 minutes.
- Une température d'extraction comprise entre 79 et 96 °C.

Clo.G [23] a établi un modèle représentatif des paramètres d'extraction par infusion du café - boisson. Ce modèle prend en compte la dimension utile de la particule au cours de l'extraction, en considérant cette dimension variable en fonction du temps et de la température.

VI Etude microscopique d'un grain de mouture de café imbibé

Chaque particule de mouture de café a une structure poreuse et une forme géométrique ressemblant généralement à une sphère [23]. En cours d'immersion, l'eau imbibe la structure de cette particule en envahissant les pores mais ne provoque pas de gonflement [23]. La figure 14 représente les différentes parties

distinguées lorsque la particule est totalement imbibée d'eau [23].



- Enveloppe externe
- Surface de contact particule -
eau
- ▣ Porosité interne
- ▨ Parois cellulaires
- Milieu externe = (porosité
e x t e r n e e t e s p a c e
i n t e r p a r t i c u l a i r e)

Figure 14 - Schéma d'une particule de mouture de café imbibée d'eau.

CHAPITRE TROISIEME : Etude expérimentale

Comme il a été déjà signalé, l'extraction ménagère de la boisson de café peut être réalisée selon différentes méthodes. Nous nous sommes intéressés à l'extraction par infusion. Le but recherché est la détermination de la granulométrie optimale de mouture de café.

I Caractérisation des matières premières

I.1 L'eau

L'eau utilisée est la même que celle caractérisée dans le deuxième chapitre de la première partie.

I.2 La mouture de café

I.2.1 Origine et préparation

Nous avons considéré six types de café :

- (1)-Café vert Arabica (100% Brésil).
- (2)-Café vert Robusta (60% Indonésie et 40% Madagascar).
- (3)-Café vert mélange 20% (1) et 80% (2).
- (4)-Café torréfié et moulu El-Anka.
- (5)-Café torréfié et moulu conditionné par un torréfacteur.
- (6)-Café torréfié conditionné par l'ENAPAL sous étiquette Robusta.

Afin de torréfier ces six types à un même degré, nous avons pris comme référence la couleur marron foncé du type (5).

La torréfaction a été conduite dans une terrine en Aluminium chromé placée sur une plaque chauffante réglée à 180 °C .

Le broyage a été réalisé à l'aide d'un broyeur à ailettes ménager de marque Moulinex.

Les moutures sont ensuite stockées dans des flacons en verre étanches.

I.2.2 Tamisage et vérification au microscope

Nous avons procédé au tamisage des six moutures, à l'aide

de neufs tamis normalisés AFNOR, dont les ouvertures sont successivement:

80 - 200 - 250 - 500 - 700 - 1120 - 1400 et 2000 μm

De chaque fraction entre deux tamis successifs, nous avons pris un échantillon de 50 particules dont les diamètres ont été déterminé à l'aide d'un microscope optique de type OLYMPUS à échelle micrométrique et à différents oculaires.

Le diamètre moyen de chaque fraction est déterminé à l'aide de la formule suivante [54]:

$$d_{i\text{moy}} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{j=n} n_j \cdot d_j^2}{\sum_{j=1}^{j=n} n_j}} \quad (12)$$

$d_{i\text{moy}}$ est le diamètre moyen de la $i^{\text{ème}}$ fraction (μm).

n_j est le nombre de particules ayant un diamètre d_j .

Les résultats sont regroupés dans les tableaux présentés en Annexe 2.

Nous avons remarqué qu'il n'y avait pas un grand écart entre les valeurs des diamètres moyens calculés à partir de l'analyse au microscope et les diamètres déterminés par la moyenne de deux tamis successifs.

Nous avons donc pris, pour la suite de notre étude, les diamètres équivalents suivants :

140 - 225 - 375 - 600 - 910 - 1260 et 1700 μm

I.2.3 Analyse granulométrique des types (4) et (5)

Pour vérifier le diamètre équivalent moyen des cafés moulus

(4) et (5) vendus au consommateur, nous avons procédé à leur tamisage.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau 13. Les diagrammes cumulatifs correspondants sont représentés sur la figure 15.

Tableau 13 – Résultats de l'analyse granulométrique des cafés (4) et (5), exprimés en pourcentages massiques.

d(μm)	< 80	80- 200	200- 250	250- 500	500- 700	700- 1120	1120- 1400	1400- 2000	> 2000
(4)	0.57	0.77	2.33	31.2	39.1	20.5	2.37	0.04	3.00
(5)	0.99	1.00	2.66	29.7	23.1	25.3	8.88	0.86	7.40

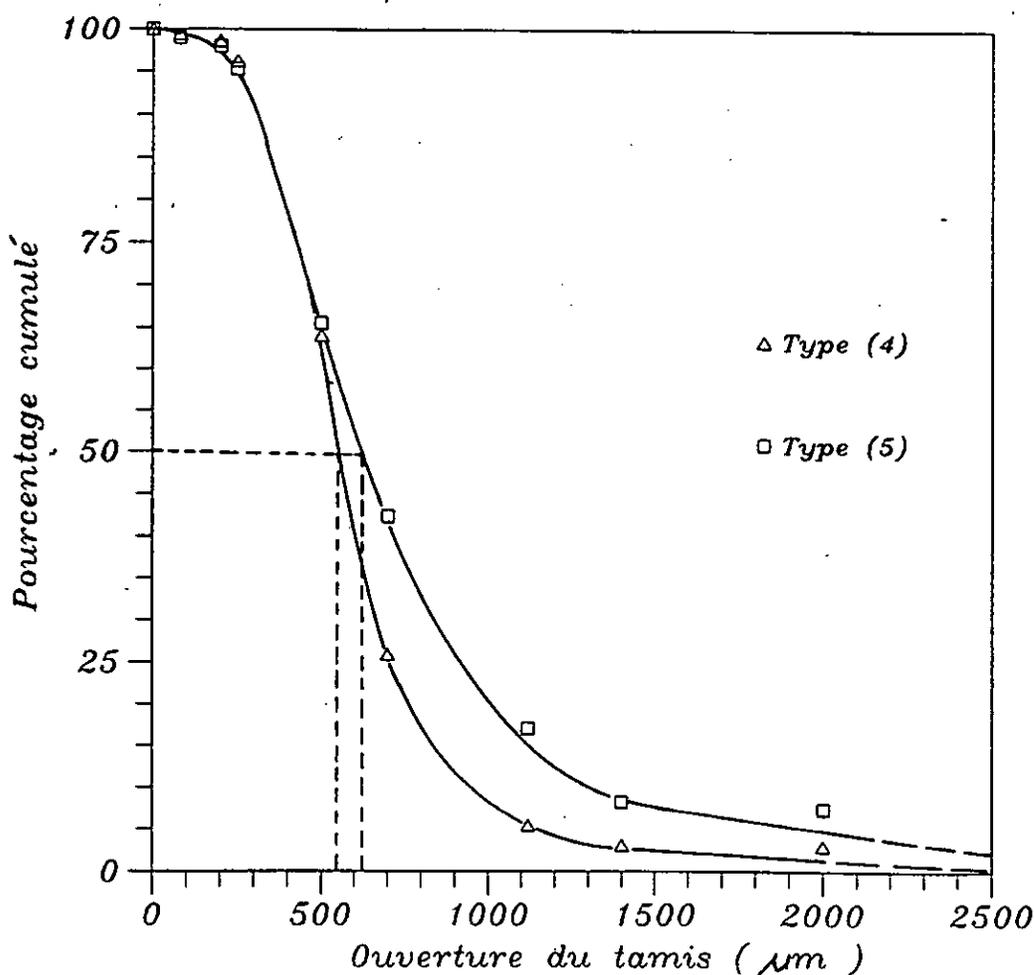
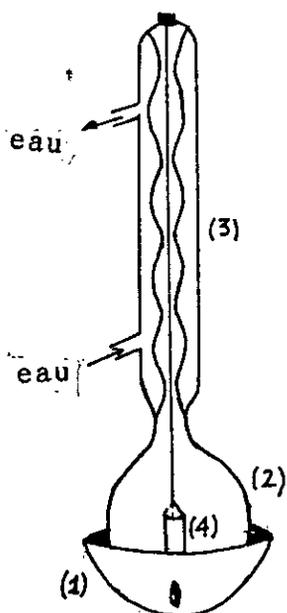


Figure 15 - Diagrammes cumulatifs des cafés (4) et (5).

2 ml par du chloroforme pur.



- (1)-Chauffe ballon.
- (2)-Ballon contenant 50 ml de chloroforme pur.
- (3)-Réfrigérant.
- (4)-Cartouche contenant 0.5 grammes de mouture.

Figure 16 - Schéma du dispositif d'extraction de la caféine.

Le dosage par C.P.G a été réalisé à l'aide d'un chromatographe de type PYE UNICAM Philips 4550 équipé de deux injecteurs (Split/Splitless et Grob), de deux détecteurs (F.I.D et thermoionique) et d'un intégrateur PYE UNICAM Philips 4811.

Une courbe d'étalonnage a été tracée après analyse chromatographique de solutions de titre connu en caféine allant de 2.5 g/l à 10 g/l (étalon externe).

- Les conditions opératoires de dosage par C.P.G sont :
- Colonne SE 30 capillaire en verre sodo-calcique (25 m de long et 0.4 mm de diamètre).
 - Programmation de température 160 à 200 °C à raison de 4°C/mn.
 - Injecteur Split/Splitless à 260 °C avec un rapport de division de 1/20 .
 - Détecteur F.I.D à 280 °C.
 - Débit : Azote (gaz vecteur) 2 ml/mn; Air 300 ml/mn; Hydrogène 30 ml/mn.
 - Quantité injectée : 1 µl.
 - Vitesse de déroulement du papier : 0.5 mm/mn.

I.2.5.2 Résultats et discussion

Les chromatogrammes sont donnés sur les figures 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24 et 25 .

Les résultats donnant les aires du pic de caféine A_s en fonction des différentes concentrations c_s des solutions standards sont donnés dans le tableau 14 et représentés sur la figure 26.

Tableau 14 — Valeurs des aires A_s du pic de caféine des solutions standards (mm^2) en fonction des différentes concentrations c_s (g/l).

c_s (g/l)	2.54	3.14	3.87	4.30	5.90	7.29	8.10	10.00
A_s (mm^2)	150261	182051	217522	242561	331132	410225	455026	55875

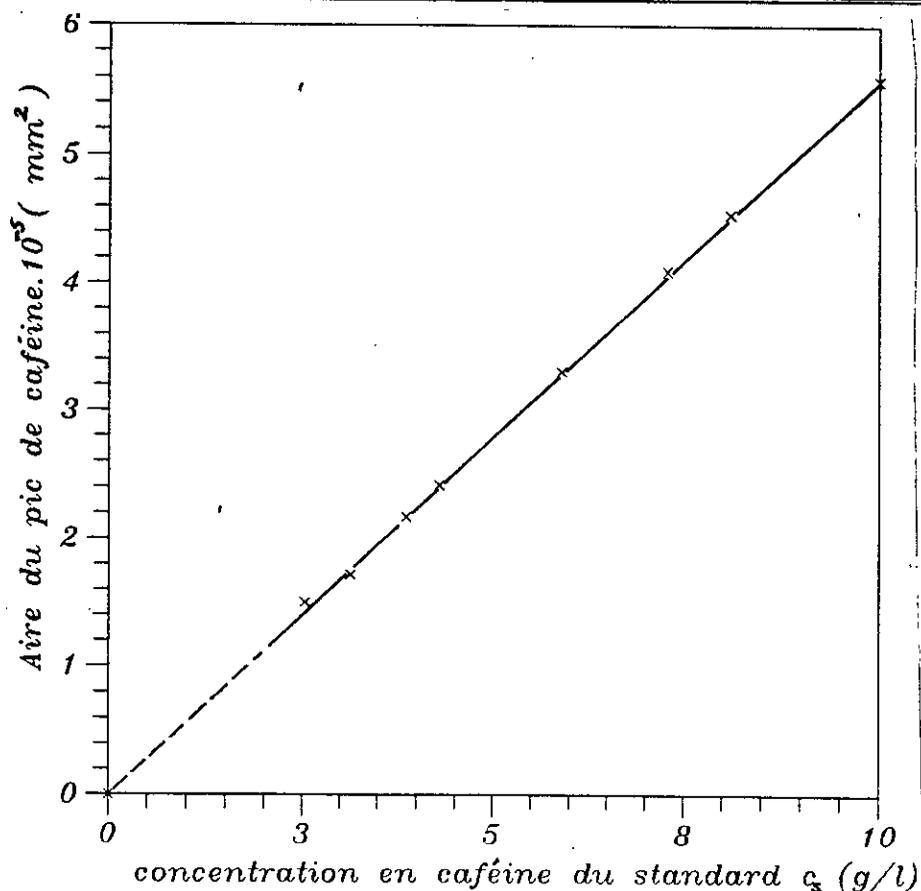
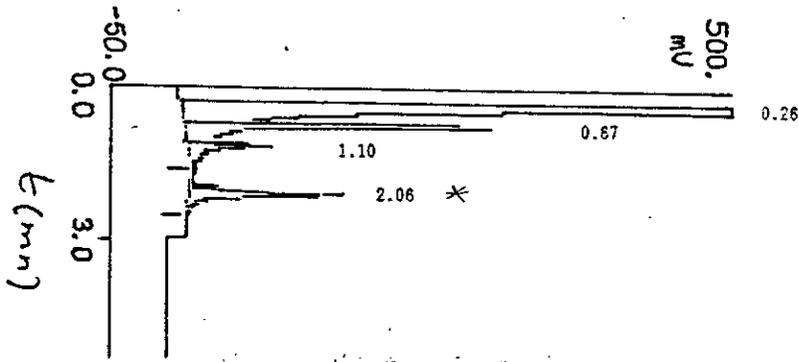


Figure 26 - Courbe d'étalonnage de la caféine par C.P.G.

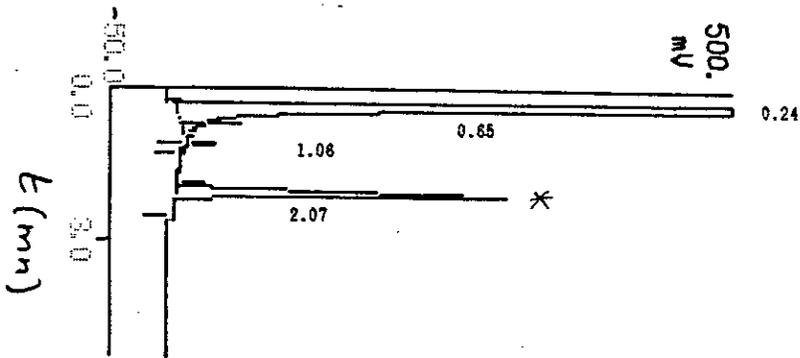


Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.257	32360	70.98	1582424	75.81	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.673	8035	17.63	279609	13.40	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.097	1523	3.34	75029	3.59	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.060	3670	8.05	150261	7.20	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
		100.00		100.00							

Total Height : 45588
 Total Area : 2087323

Figure 17 - Chromatogramme du standard externe à $c_s = 2.54$ g/l.

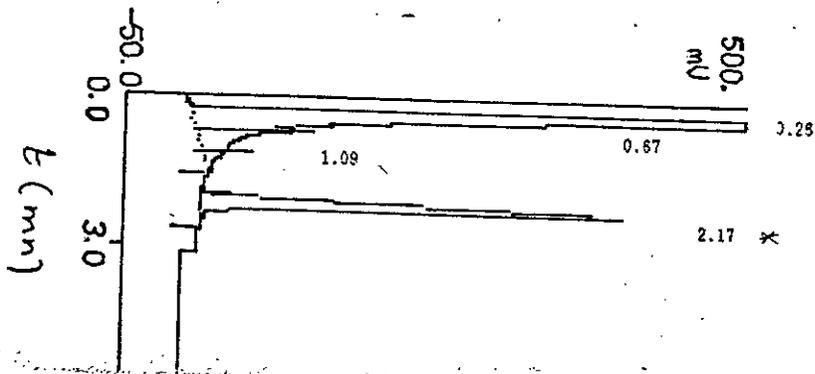


Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.240	32566	77.38	1429833	79.45	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.647	921	2.19	38787	2.15	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.060	48	0.11	285	0.02	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.067	8550	20.32	331132	18.40	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
		100.00		100.00							

Total Height : 42086
 Total Area : 1800037

Figure 18 - Chromatogramme du standard externe à $c_s = 5.9$ g/l.

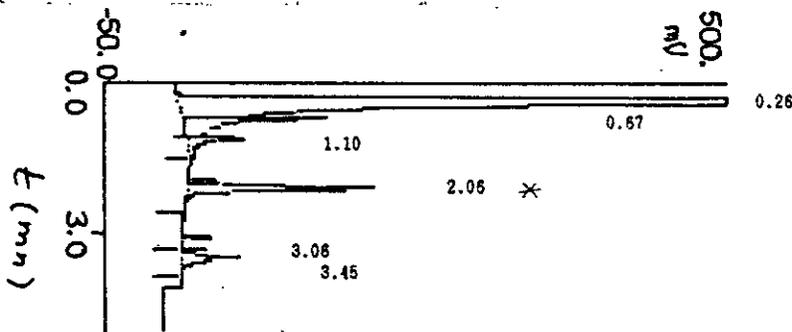


Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.257	32542	68.91	1660916	68.27	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.667	2587	5.48	172011	7.07	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.090	656	1.39	41166	1.69	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.170	11442	24.23	558757	22.97	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
		100.00		100.00							

Total Height : 47227
 Total Area : 2432849

Figure 19 - Chromatogramme du standard externe à $c_3 = 10$ g/l.

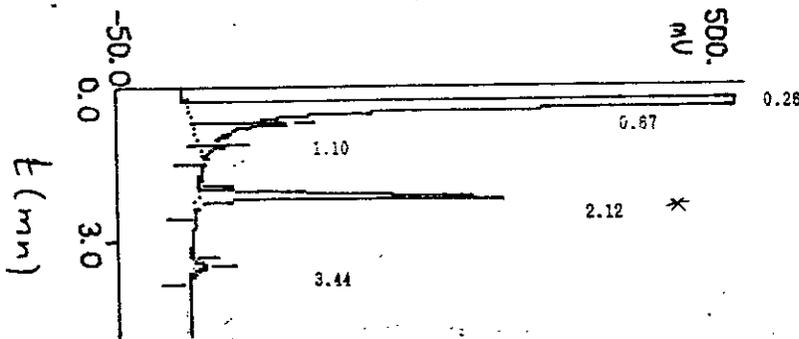


Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.257	32227	77.13	1603953	80.48	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.667	3321	7.95	146821	7.37	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.097	701	1.68	30454	1.53	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.060	4589	10.98	160205	8.04	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
5	3.063	70	0.17	1731	0.09	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
6	3.450	872	2.09	49807	2.50	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
		100.00		100.00							

Total Height : 41781
 Total Area : 1992972

Figure 20 - Chromatogramme du café (1).

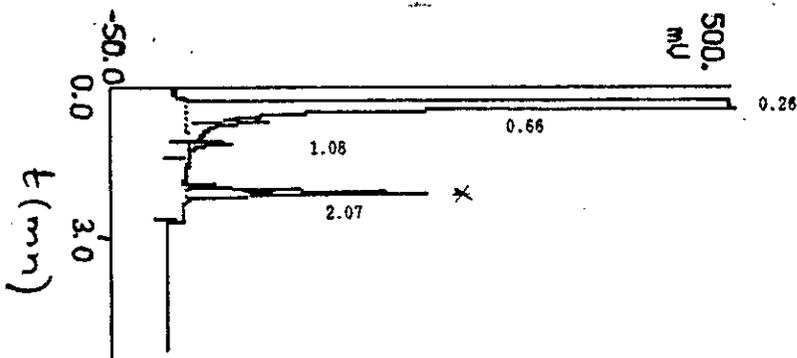


Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.260	32313	72.86	1630341	75.59	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.667	2770	6.25	151153	7.01	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.097	664	1.50	30609	1.42	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.117	8176	18.44	321601	14.91	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
5	3.437	425	0.96	23214	1.08	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
				100.00	100.00						

Total Height : 44348
 Total Area : 2156918

Figure 21 - Chromatogramme du café (2).

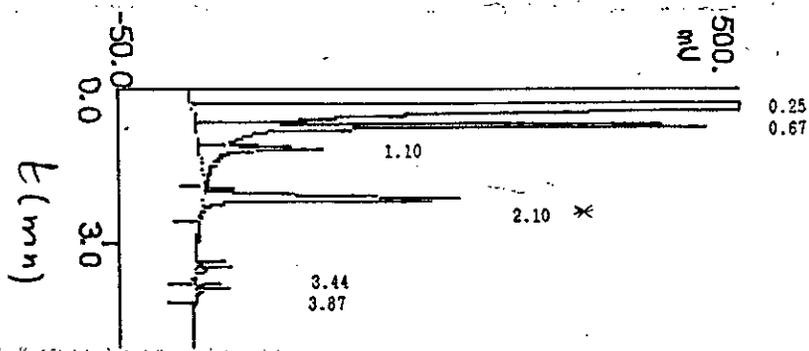


Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.257	32212	79.60	1474146	82.92	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.657	1584	3.91	74945	4.22	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.080	379	0.94	13442	0.76	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.073	6294	15.55	315321	12.11	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
				100.00	100.00						

Total Height : 40468
 Total Area : 1777855

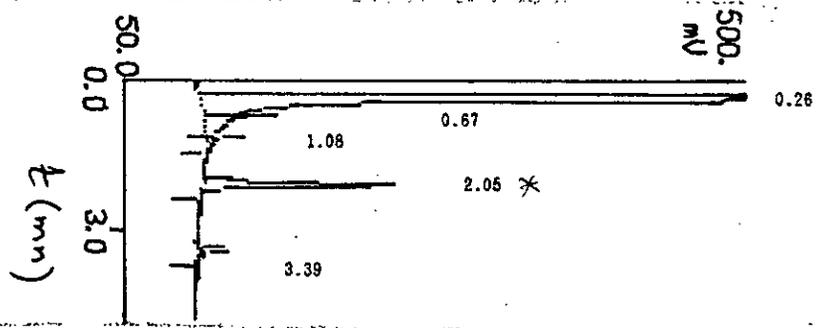
Figure 22 - Chromatogramme du café (3).



Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.250	32236	57.52	1730143	67.29	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.673	13906	24.81	423384	16.47	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.103	2785	4.97	140475	5.46	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.103	6682	11.92	254759	9.91	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
5	3.440	250	0.45	11823	0.46	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
6	3.867	189	0.34	10475	0.41	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
				100.00	100.00						

Total Height : 56048
 Total Area : 2571060

Figure 23 - Chromatogramme du café (4).

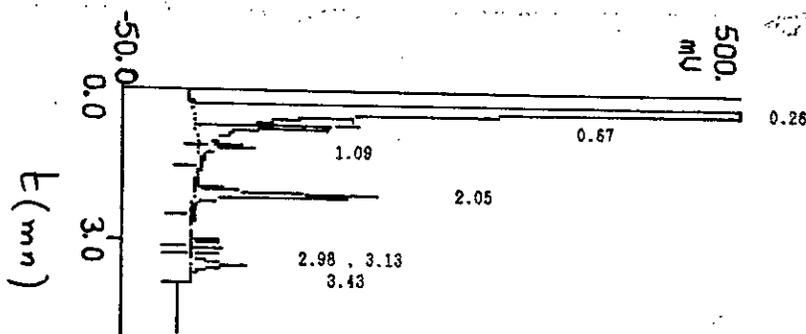


Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.257	32199	83.15	1265487	82.59	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.667	1172	3.03	78606	5.13	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.083	329	0.85	15105	0.99	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.050	4823	12.46	160844	10.50	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
5	3.393	200	0.52	12179	0.79	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
				100.00	100.00						

Total Height : 38723
 Total Area : 1532221

Figure 24 - Chromatogramme du café (5).



Integration Results for Channel 1

Pk #	Ret. Time	Height	Height %	Area	Area %	Modified Response	Response Ratio	Soln. Conc.	Quantify	Derived Result	Component Name
1	0.260	32359	75.69	1534944	78.45	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
2	0.667	3932	9.20	168280	8.60	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
3	1.093	840	1.96	39525	2.02	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
4	2.047	4532	10.60	162324	8.30	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
5	2.980	14	0.03	247	0.01	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
6	3.133	160	0.37	228	0.01	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
7	3.427	915	2.14	51107	2.61	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
				100.00	100.00						

Total Height : 42751
 Total Area : 1956655

Figure 25 - Chromatogramme du café (6).

Le pourcentage en caféine de chaque type est déterminé à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Teneur en caféine} = \frac{2 \cdot 10^{-3} \cdot c_t}{0,5} \cdot 100 \quad (13)$$

c_t est la concentration en caféine contenue dans chaque type. Elle est tirée directement de la courbe d'étalonnage en reportant la valeur de l'aire du pic de caféine A_t enregistrée pour chaque type de café.

Les résultats de la teneur en caféine des six cafés étudiés sont regroupés dans le tableau 15.

Tableau 15 -Teneur en caféine de chaque type de café. Valeurs des aires de pic A_t et des concentrations c_t .

Type	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
A_t mm ²	160205	321601	215321	254759	160844	162324
c_t g/l	2.75	5.70	3.80	4.55	2.75	2.80
Teneur	1.10	2.28	1.52	1.82	1.10	1.12

Les résultats du tableau 15, confirment que la teneur en caféine des cafés Robusta est supérieure à celle des cafés Arabica (Arabica 0.6 à 1.5 % et Robusta 2.2 à 2.7 %) [55].

Il était à prévoir une teneur de l'ordre de 2 % en caféine du café (3); composé de 20 % du café (1) et de 80 % du café (2). La faible teneur retrouvée laisse supposer une dégradation de la caféine, dûe à une torréfaction excessive.

Les types (5) et (6) sont soit des cafés Arabica purs ou alors contenant une très faible quantité de Robusta, soit des cafés à forte concentration en Robusta mais dont la caféine a été dégradée par une torréfaction poussée.

II Etude du processus d'extraction

Les paramètres importants et déterminants pour l'extraction par infusion sont [23]:

- Le rapport mouture/eau q.
- La température d'extraction T.
- Le temps de contact t.

II.1 Mode opératoire

Dans un bécher de 250 ml muni d'un couvercle et trempé dans un bain thermostaté, nous plaçons 100 ml d'eau distillée. Une fois la température désirée atteinte, nous déclenchons l'agitation (maintenue à 580 tours/mn) et nous versons la quantité de mouture pesée à 0.1 mg près [24].

Après infusion, le mélange est filtré à l'aide de papier filtre Whattman n° 110.

Le filtrat recueilli est mesuré à l'aide d'une éprouvette graduée. Trois fractions de 10 ml sont prélevées de ce filtrat et versées dans des capsules préalablement tarées.

Elles sont alors séchées à l'étuve, à 105°C, pendant 270 minutes [24],[41],[43]. Chaque capsule est ensuite pesée pour déterminer l'extrait sec (E.S), moyenne des valeurs des trois essais.

Le taux extrait est déterminé par la formule suivante [24]:

$$T.E = \frac{(E.S) \cdot \text{Volume de filtrat (en l)}}{\text{poids de mouture (en g)}} \cdot 100 \quad (14)$$

Une seconde extraction est réalisée avec la masse m de raffinat (marc) obtenue après séchage à l'étuve.

Le taux extrait total $T.E_t$ sera la somme des taux extraits des deux étages d'extraction $T.E_1$ et $T.E_2$.

Les résultats des (E.S) sont donnés en Annexe 3.

II.2 Choix des paramètres q, T et t

En nous basant sur des études antérieures [23],[39],[42], une optimisation des trois paramètres q, T et t a été réalisée en utilisant le café (4) (El-Anka) avant tamisage.

II.2.1 Rapport q optimum

Le rapport mouture/eau q est un facteur déterminant pour l'extraction solide - liquide, nous l'avons optimisé à une température de 80°C et un temps de contact de 15 minutes.

Les résultats sont regroupés dans le tableau 23 et représentés sur la figure 27.

Tableau 16 Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ pour différents rapports q.

q	0.02	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	0.10	0.12	0.16	0.20
T.E	19.7	20.7	20.8	21.0	21.6	22.0	21.0	20.1	20.0	19.7	19.0
T.E	06.0	05.9	06.2	06.5	06.4	06.1	07.0	07.4	06.7	06.4	07.0
T.E	25.7	26.6	27.0	27.5	28.0	28.4	28.0	27.5	26.7	26.1	26.0

La figure 27 montre que q_{opt} se situe entre 7 et 9 grammes de mouture dans 100 cm³ d'eau.

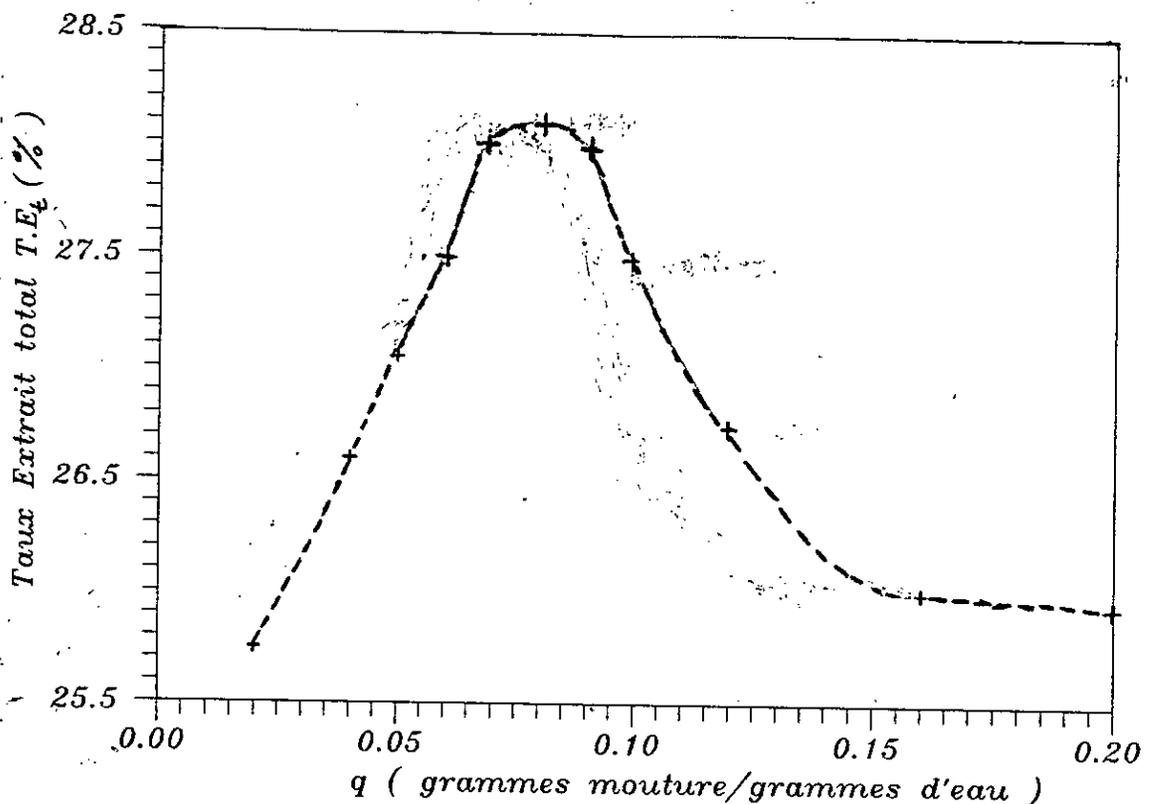


Figure 27 –Variation de T.E_t en fonction du rapport q.

L'existence d'un optimum s'explique par le fait que les particules de café ont une structure poreuse. Par conséquent, la quantité de liquide retenue par la mouture épuisée s'élève avec la quantité de mouture utilisée [40]. Par ailleurs, le solvant libre se sature et l'extraction devient limitée.

II.2.2 Température T

Comme nous l'avons vu au paragraphe IV.3 du chapitre premier, une élévation de la température favorise la solubilité et la diffusion des solutés et permet une meilleure extraction. Mais le procédé d'extraction par infusion limite cette température, pour éviter une trop forte évaporation du solvant.

Nous avons suivi l'évolution du taux extrait en fonction de la température, pour $q = 8$ grammes de mouture/100 cm³ d'eau et un temps de contact de 15 minutes.

Les résultats sont regroupés dans le tableau 17 et représentés sur la figure 28.

Tableau 17 – Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ pour différentes températures T .

T (°C)	60	70	80	90	100
$T.E_1$ (%)	18.86	20.02	21.97	22.10	22.20
$T.E_2$ (%)	07.92	07.00	06.13	06.05	06.00
$T.E_t$ (%)	26.78	27.02	28.10	28.15	28.20

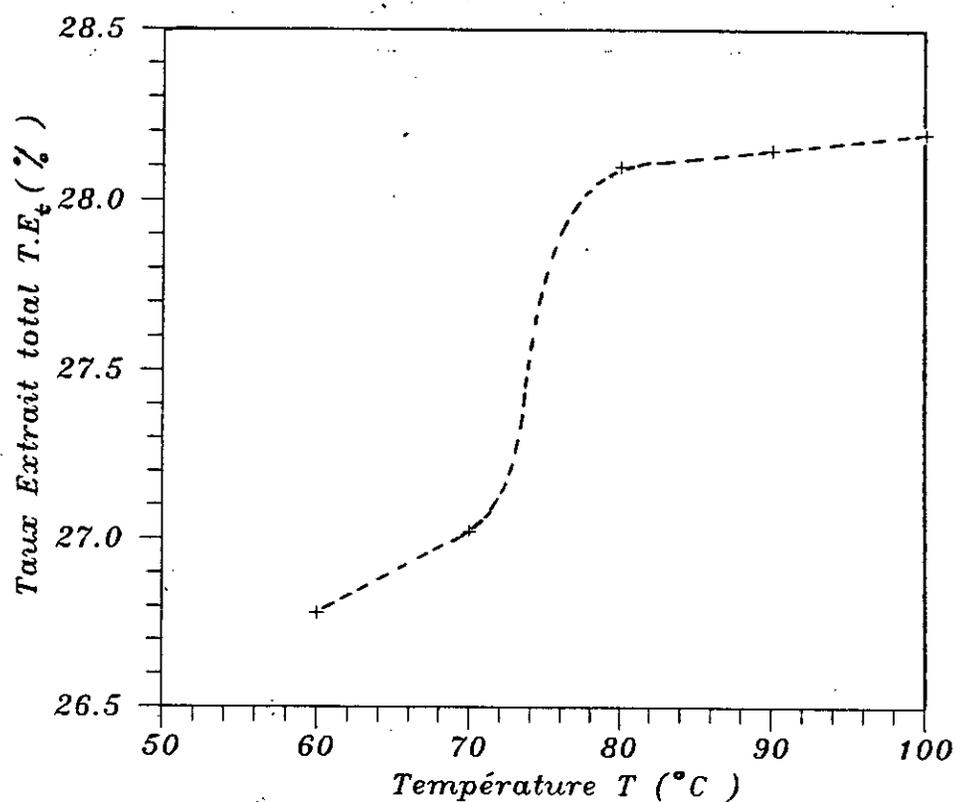


Figure 28 - Variation de $T.E_t$ en fonction de la température T .

La figure 28 montre qu'une élévation de la température au dessus de 80°C a une faible influence sur le taux extrait, puisque la courbe présente un palier.

Pour réaliser une véritable infusion, nous choisirons une température de 80 °C pour la suite de nos expériences.

II.2.3 Temps de contact t

Avec un rapport q de 8 grammes de mouture dans 100 cm³ d'eau et une température de 80 °C, nous suivons l'évolution du taux extrait pour différents temps de contact t .

Les résultats sont regroupés dans le tableau 18 et représentés sur la figure 29.

Tableau 18 - Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ pour différents temps de contact t .

t (mn)	5	10	15	20	25	30
$T.E_1$ %	19.98	20.55	21.97	21.95	21.89	21.93
$T.E_2$ %	06.02	06.10	06.13	06.20	06.21	06.27
$T.E_t$ %	26.00	26.65	28.10	28.15	28.10	28.20

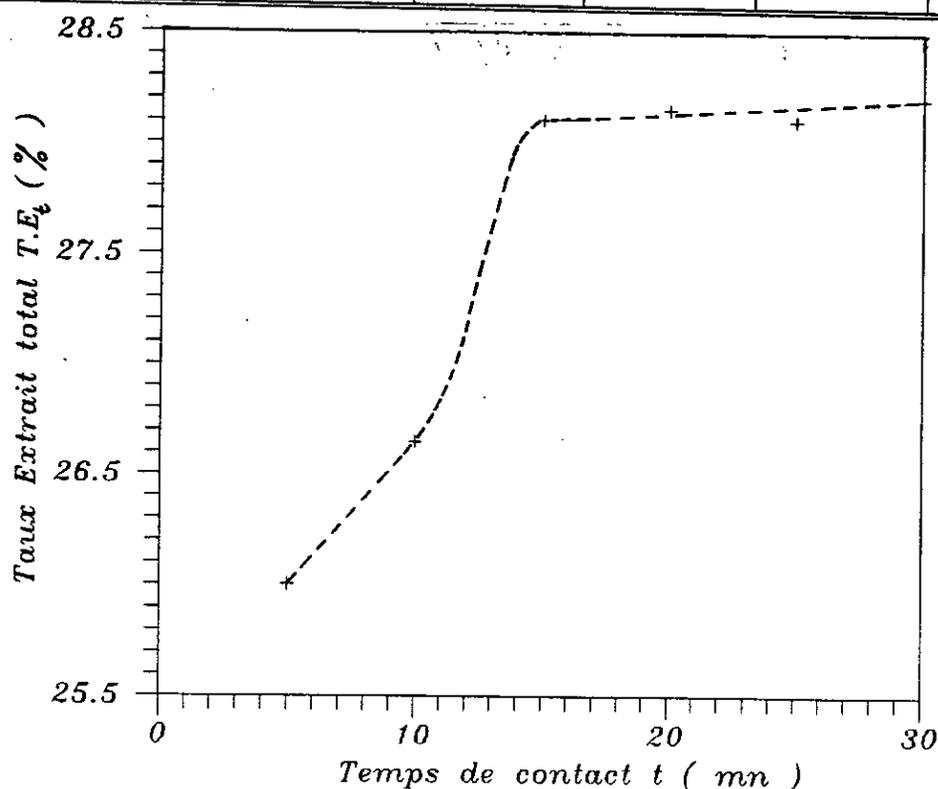


Figure 29 -Variation de $T.E_t$ en fonction du temps de contact t .

D'après la figure 29, un temps de contact de 15 minutes est suffisant pour obtenir un taux extrait satisfaisant. D'autre part, un temps supérieur à 15 minutes a une faible influence sur le taux extrait puisqu'il y a apparition d'un palier..

II.3 Détermination de la granulométrie optimale

Avec les trois paramètres optimisés: $q_{opt} = 8$ grammes de mouture dans 100 cm^3 d'eau, $T_{opt} = 80^\circ\text{C}$ et $t_{opt} = 15$ minutes; nous déterminerons la granulométrie optimale de mouture de café, pour l'extraction par infusion.

II.3.1 Résultats

Les résultats de mesure sont regroupés dans les tableaux suivants et représentés sur la figure 30.

Tableau 19 - Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ du café (1) en fonction des différents diamètres équivalents .

$d_{\text{eq}} (\mu\text{m})$	140	225	375	600	910	1260	1700
$T.E_1\%$	21.07	25.21	25.76	25.06	18.56	18.73	17.15
$T.E_2\%$	08.00	06.05	06.00	06.03	05.57	05.55	06.05
$T.E_t\%$	29.07	31.26	31.76	31.09	24.13	24.28	23.20

Tableau 20 - Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ du café (2) en fonction des différents diamètres équivalents .

$d_{\text{eq}} (\mu\text{m})$	140	225	375	600	910	1260	1700
$T.E_1\%$	25.92	27.92	28.08	28.00	25.07	23.66	22.49
$T.E_2\%$	07.02	06.59	06.54	06.57	06.07	06.05	06.59
$T.E_t\%$	32.94	34.51	34.62	34.57	31.14	29.71	29.08

Tableau 21 – Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ du café (3) en fonction des différents diamètres équivalents .

$d_{\text{éq}} (\mu\text{m})$	140	225	375	600	910	1260	1700
$T.E_1\%$	24.24	27.37	27.62	27.42	23.77	22.67	21.42
$T.E_2\%$	07.21	06.48	06.43	06.46	05.97	05.95	06.48
$T.E_t\%$	31.45	33.85	34.05	33.88	29.74	28.62	27.90

Tableau 22 – Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ du café (4) en fonction des différents diamètres équivalents .

$d_{\text{éq}} (\mu\text{m})$	140	225	375	600	910	1260	1700
$T.E_1\%$	24.40	25.92	27.40	27.32	24.65	23.00	21.95
$T.E_2\%$	06.65	06.09	06.58	06.40	05.46	05.86	04.97
$T.E_t\%$	31.05	32.01	33.98	33.72	30.11	28.86	26.92

Tableau 23 – Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ du café (5) en fonction des différents diamètres équivalents .

$d_{\text{éq}} (\mu\text{m})$	140	225	375	600	910	1260	1700
$T.E_1\%$	23.81	25.45	27.25	27.09	23.35	22.21	21.20
$T.E_2\%$	07.16	07.06	06.32	06.05	06.62	06.33	06.14
$T.E_t\%$	30.97	32.51	33.57	33.14	29.97	28.54	27.34

Tableau 24 – Valeurs des $T.E_1$, $T.E_2$ et $T.E_t$ du café (6) en fonction des différents diamètres équivalents .

$d_{\text{éq}} (\mu\text{m})$	140	225	375	600	910	1260	1700
$T.E_1\%$	25.12	26.04	27.03	26.72	23.35	21.97	20.89
$T.E_2\%$	05.99	06.93	06.58	06.30	06.68	05.15	06.12
$T.E_t\%$	31.11	32.97	33.61	33.02	30.03	27.12	27.01

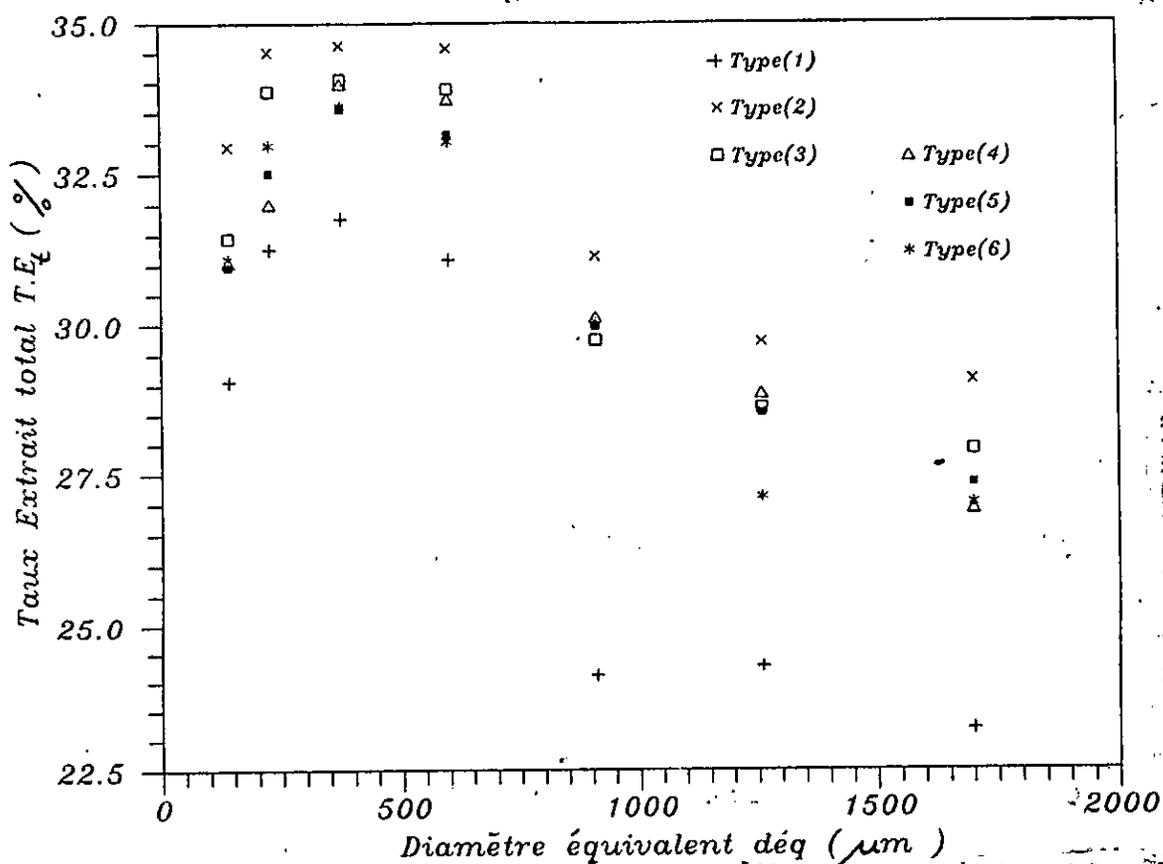


Figure 30 – Variation des taux extraits totaux, $T.E_t$, des six types de café en fonction des diamètres équivalents.

II.3.2 Interprétation des résultats

On constate, que le taux extrait du second étage est à peu près constant, de l'ordre de 7 %, quelque soit le rapport q , le type de café et la granulométrie des particules de mouture. Cette valeur représente une perte en solides solubles d'environ 20 % par rapport à la quantité totale pouvant être extraite par infusion.

Le fait que les pertes soient constantes peut être expliqué soit par :

-Une extraction maximale au premier étage que l'on pouvait améliorer par une filtration plus élaborée (exemple une filtration sous pression).

-Soit par une dégradation de la structure ou de la surface des particules du marc entraînant ainsi une diffusion limitée, de l'intérieur des particules vers l'extérieur, des matières solides solubles restantes.

La figure 27 donne pour $q = 0.08$, un taux extrait total du café (4) non tamisé de 28.10 % . Par contre la figure 30 montre, pour le même café et le même rapport q , un taux total extrait compris entre 28.8 et 33.3 % , pour des granulométries plus réduites.

Ces résultats montrent que l'uniformité du broyage joue un très grand rôle sur le rendement d'extraction en solides solubles. Un broyage ni trop fin ni trop grossier des cafés torréfiés, diamètre équivalent compris entre 225 et 600 μm , donne de meilleurs rendements lors de l'extraction par infusion.

En outre, la figure 30 révèle que cet intervalle est commun aux six types de café. Ceci permet de conclure que la granulométrie optimale ne dépend pas de la nature du café mais de la méthode d'extraction.

Les diamètres moyens des cafés moulus (4) et (5), respectivement 540 et 625 μm se trouvent plus près de la borne supérieure de l'intervalle optimisé pour l'infusion. Nous pouvons

dire que ces deux cafés seraient plus appropriés pour les autres méthodes d'extraction ménagères .

Cependant, le type de café influence grandement le rendement en solides solubles. Théoriquement, les cafés Robusta donnent des rendements de 5 à 10 % supérieurs à ceux des cafés Arabica [55],[58]. La figure 30 révèle que le rendement d'extraction pour le café Robusta (Type (2)) est d'environ 9 % supérieur à celui de l'Arabica (Type (1)).

D'ailleurs, c'est la raison pour laquelle les cafés Robusta sont préconisés pour la fabrication du café soluble et utilisés en grande proportion lors des mélanges de café destinés à la consommation.

Nos résultats confirment l'existence de l'influence de la granulométrie du café moulu sur la solubilité des corps solides solubles lors de l'extraction par infusion.

III Conclusion

L'étude expérimentale réalisée dans cette partie a montré que l'extraction par infusion, réalisée sous les trois conditions opératoires optimisées q , τ et t , admet une granulométrie optimale de la mouture de café comprise entre 225 et 600 μm .

La solubilité limite en constituants solides solubles exprimée en taux extrait maximal est de l'ordre de 34 % pour le café Robusta et 32 % pour le café Arabica.

TROISIEME PARTIE

**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DE LA TECHNOLOGIE DE
FABRICATION DU CAPE SOLUBLE**

TROISIEME PARTIE : Etude bibliographique de la technologie de fabrication du café soluble.

INTRODUCTION	70
I Historique du café soluble	71
II Préparation de la mouture de café	71
III Extraction	74
III.1 Procédé d'extraction par percolation	74
III.2 Facteurs déterminants de l'opération d'extraction par percolation	75
III.3 Etude du transfert de matière lors de l'opération d'extraction par percolation	77
III.3.1 Etude du transfert de matière dans le grain de mouture	78
III.3.2 Etude du transfert de matière dans un lit de percolation	79
III.4 Optimisation de l'équipement industriel d'extraction	80
III.4.1 Colonnes de percolation	80
III.4.2 Extracteur à vis continu et à contre courant	80
IV Séchage de l'extrait de café	80
IV.1 Séchage par atomisation ou pulvérisation	81
IV.1.1 Mécanisme d'élimination d'eau	83
IV.1.2 Transfert de matière et de chaleur	84
IV.1.3 Dispositifs industriels de pulvérisation	86
IV.2 Séchage par lyophilisation	86
IV.2.1 Mécanisme d'élimination d'eau	86
IV.2.2 Transfert de matière et de chaleur	87
IV.2.3 Dispositifs industriels de lyophilisation	88
V Opérations auxiliaires	89
V.1 Aromatisation et emballage du café	89
V.2 Procédés de perfectionnement de l'opération de séchage	90
VI Conclusion	91

INTRODUCTION

La consommation domestique du café boisson nécessite :

- Une bonne qualité de café.
- Une torréfaction et une mouture répondant aux normes.
- Un moyen d'extraction approprié.
- Le temps nécessaire à cette extraction.

Le café soluble, extrait desséché du café torréfié et moulu, présente une facilité et une rapidité d'utilisation attrayantes pour le consommateur.

Une étude bibliographique de sa technique de fabrication sera traitée dans cette partie.

I Historique du café soluble

La patience n'étant pas le fort de notre civilisation, les industriels ont inventé pour l'homme pressé, le café instantané appelé café soluble et qui n'est autre que l'extrait desséché du café torréfié et moulu. Une cuillère du produit dans la tasse, de l'eau bouillante par dessus et voilà le café prêt. A la rapidité et la facilité d'utilisation s'ajoute un avantage non négligeable : le café soluble coûte nettement moins cher que le café en grains [58].

Le premier café soluble a été fabriqué en 1909 aux états unis. Vers 1930, la surproduction du café était telle que les producteurs tentent de trouver des moyens pour conserver ce café excédentaire, au lieu de le détruire pour éviter l'effondrement des cours. Le gouvernement Brésilien fait appel à Nestlé qui, en 1938 met au point le Nescafé, café soluble qui garde son arôme pour le libérer au contact de l'eau chaude qui entraîne les principes aromatiques et gustatifs du café [59].

Pendant la seconde guerre mondiale, l'armée Américaine fut le seul et unique client de la firme [58]. Par la suite, le café soluble devint connu et commun chez le consommateur populaire [31].

Nous tenterons de décrire les étapes essentielles du procédé de fabrication du café soluble, schématisées sur la figure 31.

Ces étapes se résument en trois principales [38]:

- Préparation de la mouture de café.
- Extraction des constituants solides solubles et volatils.
- Séchage de l'extrait de café.

II Préparation de la mouture de café

Comme pour le café destiné à la consommation, le café vert,

provenant des pays producteurs, destiné à la fabrication du café soluble subit lui aussi toutes les opérations de torréfaction et de broyage citées dans le chapitre deuxième de la deuxième partie.

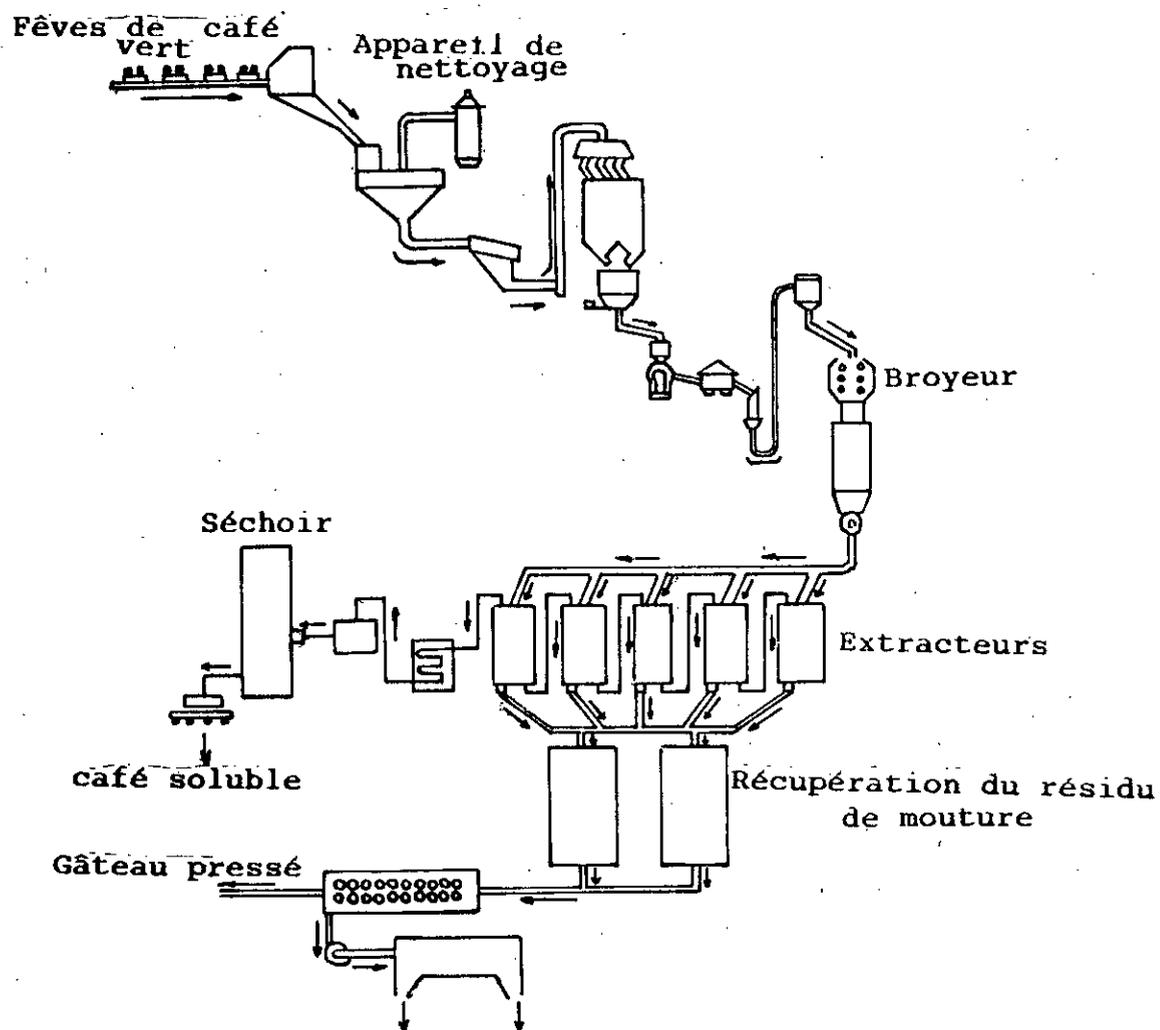


Figure 31 - Schéma d'une installation de fabrication du café soluble [38].

Le café vert utilisé pour la fabrication du café soluble est mélangé afin d'atteindre les caractéristiques de goût et d'arôme désirées [31]. Cependant, différents principes de mélange ont été largement décrits par Davids [60].

De plus, le choix du principe de mélange repose sur les facteurs de coût de la matière première et du procédé de fabrication utilisé [31].

La majorité des mélanges destinés au café soluble contiennent des cafés de Brésil, d'Amérique du centre, de Colombie et les cafés Robusta d'Afrique [31]. Toutefois, ces derniers sont les plus utilisés [58].

En outre, il est évident qu'une usine de café soluble coûte plus chère qu'une simple installation de torréfaction [58]. Alors, pour que le prix du café soluble reste compétitif par rapport aux cafés torréfiés, les industriels ont cherché tout ce qui pouvait diminuer son coût et accroître sa rentabilité. Parmi les coûts de revient, c'est celui de la matière première (café vert) qui est le plus important. Pour diminuer ce coût, il suffit donc d'acheter bon marché des cafés. Il s'agit de cafés de mauvaise qualité marchande impossible à vendre en grains ou moulu [59].

La qualité du café utilisé pour le soluble n'a en effet qu'une importance marginale. Au cours de la fabrication, il perd une bonne partie de son arôme. De ce fait, si le café est mauvais, seule une faible partie de la mauvaise saveur naturelle passera dans le produit fini [59].

Les différences de qualité entre les instantanés préparés avec des cafés verts d'excellentes origines et ceux fabriqués avec de médiocres productions sont beaucoup moins sensibles que pour des cafés torréfiés destinés directement à la consommation.

Toutefois, il y a un minimum de qualité à respecter [59].

Le procédé opère d'une façon semi-continue avec de l'eau bouillante entre 160 et 180 °C, passant d'une cellule à une autre à contre courant, par rapport au lit de mouture de café grossièrement broyée à environ 1500 μm .

Les cellules sont subdivisées en deux groupes [62]:

-Cellules chaudes qui sont à des températures de 140 à 180 °C et sous une pression de 14 à 16 bar. C'est dans ces cellules que se réalise l'extraction de la matière dure, en particulier les carbohydrates.

-Cellules froides qui sont à une température d'environ 100 °C et dans lesquelles se réalise l'extraction des matières responsables de la flaveur, en occurrence les constituants volatils.

Par ailleurs, une colonne parmi toutes celles qui forment la cascade est prévue pour permettre au courant de se décharger des contenus épuisés et de se recharger avec du café frais, comme schématisé sur la figure 32.

Le temps global de contact mouture - eau est variable, de l'ordre de 180 minutes ou moins et ce pour des percolateurs cylindriques dont les rapports Hauteur/Diamètre varient de 4/1 à 7/1 [31].

III.2 Facteurs déterminants de l'opération d'extraction par percolation

Le traitement mathématique de l'opération d'extraction par percolation repose sur la connaissance et la détermination des facteurs suivants [27]:

- (1)-Géométrie de l'équipement de percolation (dimension et nombre de colonnes).
- (2)-Degré de mélange du café .
- (3)-Techniques de traitement :

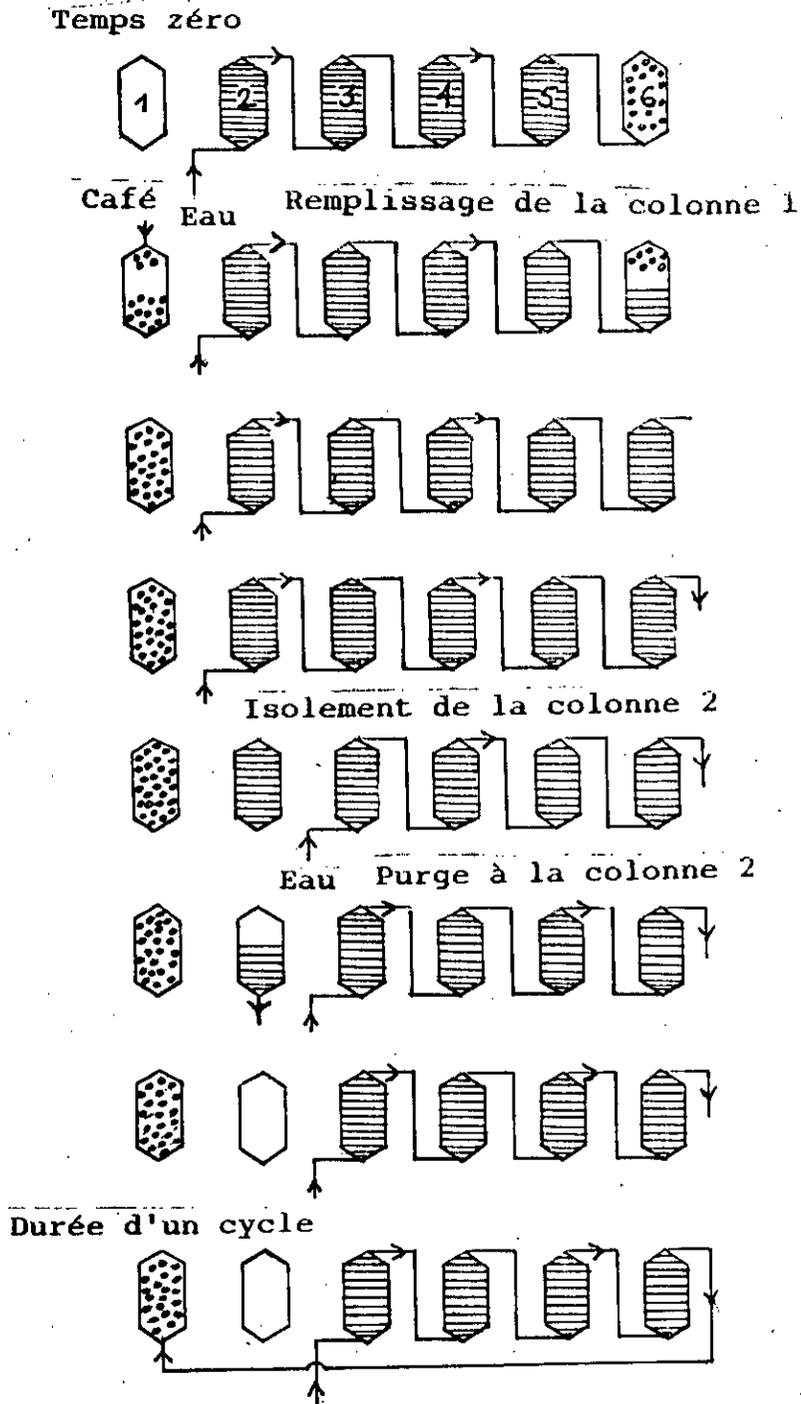


Figure 32 - Séquences typiques dans une cascade de percolation contenant six colonnes.

- Mode de remplissage de la mouture de café dans la colonne.
- Vitesse de percolation.
- Rapport mouture/eau utilisé.
- Mode d'apport de chaleur (quantité et endroit).
- (4)-La qualité du goût de l'extrait de café.
- (5)-Le rendement en corps solubles par rapport à la quantité de mouture utilisée.
- (6)-Concentration de l'extrait en solides solubles.
- (7)-Profil de température à travers le système de percolation.
- (8)-Résistance au flux dans le lit de mouture.

L'optimisation, décrite dans plusieurs brevets [63],[64], de l'opération d'extraction par percolation, repose surtout sur les exigences des facteurs (4), (5) et (6) et sur la connaissance et la détermination des autres facteurs [27].

A l'échelle industrielle, la productivité reste le paramètre essentiel pour l'optimisation de l'opération d'extraction. Elle est exprimée en kilogrammes de solides solubles produits par heure, pour un extrait de café de rendement et de concentration en solides solubles exigés [38]. Des rendements élevés peuvent être obtenus uniquement à des bas taux de productivité et avec de faibles concentrations en solides solubles.

III.3 Etude du transfert de matière lors de l'opération d'extraction par percolation

Comme l'extraction est une opération unitaire du génie chimique, elle est donc basée sur le transfert de matière des constituants qui diffusent de la phase solide vers la phase liquide [38].

Le traitement est complexe basé sur des équations mathématiques largement décrites par plusieurs auteurs [65],[66],[67].

L'étude du transfert de matière lors de l'extraction par percolation se décompose en deux :

- Etude du transfert de matière dans le grain de mouture.
- Etude du transfert de matière dans le lit de percolation.

III.3.1 Etude du transfert de matière dans le grain de mouture

Au niveau du grain de mouture, il y a deux facteurs déterminant de la vitesse de transfert de matière [38]:

-Le premier est la résistance au transfert de matière résultant de la diffusivité intra - particulaire.

C'est la diffusion du soluté à travers la gangue cellulaire des particules solides jusqu'à la surface. Elle est régie par les lois de diffusion de Fick [38].

-Le second est la résistance conventionnelle du film liquide à la surface des particules (couche limite) [38].

L'importance relative de ces deux résistances est gouvernée par le nombre de Biot adimensionnel [38]:

$$Bi = \frac{K_1 r}{D} \quad (15)$$

K_1 est le coefficient de transfert de matière dans le film liquide (m/s).

r est la distance égale au rayon pour une particule sphérique (m).

D est la diffusivité effective du soluté à l'intérieur de la phase solide (m²/s).

Quand la valeur de Bi est élevée, ceci signifie que la diffusion à l'intérieur du grain est dominante.

* Charm [68], considère que l'extraction du café est gouvernée par la résistance du film liquide seulement.

* Schwartzberg [65], Desai et coll. [69] considèrent que l'extraction est gouvernée par la diffusivité intra-particulaire. Ils ont élaboré des équations pour le calcul des rendements et des concentrations en soluté dans l'extrait, pour l'extraction à contre courant.

III.3.2. Etude du transfert de matière dans un lit de percolation

Dans le cas particulier d'un lit fixe de percolation de longueur L, la diffusion du soluté vers le liquide n'est pas un état stationnaire et la vitesse locale de transfert de matière du solide vers le liquide est donc déterminée à l'aide d'un bilan de matière sur le soluté [38]:

Dans la phase liquide:

$$A.L.\epsilon \frac{\partial C}{\partial t} = K_{oc}.a.A.L(C^*-C) - \mathbb{I} \frac{\partial C}{\partial z} \quad (16)$$

Dans la phase solide:

$$A.L(1-\epsilon) \frac{\partial \omega}{\partial t} = - K_{oc}.a.A.L(C^*-C) \quad (17)$$

K_{oc} est le coefficient global de transfert de matière (m/s).

A est l'aire de la section droite de l'extracteur (m²).

ϵ est la porosité du lit .

C est la concentration du soluté dans la phase liquide continue (Kg/m³).

ω est la concentration du soluté dans la phase solide (Kg/m³).

C^* est la concentration du soluté à l'équilibre dans la phase liquide continue (Kg/m³).

L est la longueur du lit (m).

a est l'aire interfaciale spécifique par unité de volume (m²/m³).

Φ est le débit volumique de l'extrait (m^3/s).

z est la distance variable avec la longueur L du lit (m).

Ces équations peuvent être écrites sous forme adimensionnelle en incluant les concentrations des phases solide et liquide, la distance, le temps et le nombre réel d'unités de transfert sur la base de la phase liquide .

III.4 Optimisation de l'équipement industriel d'extraction

III.4.1 Colonnes de percolation

La hauteur d'une colonne de percolation doit être au moins cinq fois plus grande que son diamètre afin que les effets de dilution à l'entrée et à la sortie de la colonne soient négligés [27].

Comme la perte de chaleur est inversement proportionnelle au diamètre, une colonne à large diamètre perd moins de chaleur que celle à faible diamètre. A titre d'exemple, une perte de chaleur de 542 cal/h.m^2 représente environ 25% du débit de chaleur dans une colonne de diamètre 0.3 m, 12.5% dans une colonne de 0.6 m de diamètre et 8% dans une colonne de 0.9m de diamètre [27].

III.4.2 Extracteur à vis continu et à contre courant

Malgré les quelques avantages que présente ce type d'extracteur par rapport à la percolation; tels que sa facilité d'automatisation et sa procédure continue d'extraction , un inconvénient majeur limite son utilisation : pour une même capacité de traitement, il nécessite un coût capital de 40% plus élevé que celui d'une cascade de percolateurs [38].

IV Séchage de l'extrait de café

Avant de passer à l'opération de séchage, l'extrait de café sortant de la cascade de percolateurs subit des opérations intermédiaires dont nous citons [62] :

- La filtration pour éliminer le marc de café .
- La centrifugation pour éliminer les fines particules.
- Le refroidissement à travers des échangeurs de chaleur.
- Une éventuelle évaporation ou cryoconcentration afin de concentrer l'extrait à 35 ou 55 % en éliminant une certaine quantité de son eau [70].

L'efficacité de l'opération de séchage repose sur le respect des critères suivants [31]:

- Perte ou dégradation minimale de la saveur et de l'arôme.
- Obtention d'une poudre de forme désirable, de granulométrie uniforme, de masse volumique adéquate pour les exigences d'emballage, de couleur désirée et ayant un taux d'humidité inférieur à 4.5% .

En plus de ces critères s'ajoutent les coûts de réalisation, les pertes en produit et les investissements capitaux lors du choix du procédé de séchage [31].

De 1909 à 1950, l'industrie du soluble a tâtonné pour mettre au point un produit qui obéit à tous les critères cités ci-dessus [58]. La première méthode efficace qui a été mise au point était l'atomisation. Puis vers les années soixante dix apparut la lyophilisation qui représente un progrès sur l'atomisation car le froid malmène beaucoup moins les constituants du café que la chaleur. Mais les installations nécessitées par cette technique sont plus importantes et plus coûteuses [58].

IV.1 Séchage par atomisation ou pulvérisation

Cette méthode consiste à pulvériser l'extrait de café purifié et très concentré du haut d'une tour d'acier haute de plusieurs étages dans un courant d'air chaud ascendant.

Sous l'action de la chaleur, l'eau s'évapore et le café tombe en formant de minuscules grains recueillis au bas de la tour.

Le temps nécessaire à l'opération de séchage par pulvérisation est de quelques secondes ou fractions de secondes, ce qui représente d'ailleurs un net avantage de cette méthode.

Le choix correct de la température de départ est par conséquent important [38]. La plupart des opérateurs industriels préfèrent utiliser une entrée d'air à des températures élevées de 200 à 260 °C et une sortie de 107 à 121 °C pour obtenir un produit de bonne saveur [31].

En outre, le séchage par atomisation représente une opération continue qui peut être couplée à un système d'extraction discontinu [38].

Cependant, l'inconvénient majeur de l'opération de séchage par pulvérisation est la difficulté de dissoudre la poudre obtenue, dans l'eau. Pour remédier à ce problème, on recourt à l'agglomération de cette poudre en granulets [59].

L'agglomération est réalisée généralement par fusion des petites particules séchées et pulvérisées à l'aide de la vapeur d'eau dans une colonne similaire à la tour d'atomisation [61].

La figure 33 schématise et résume cette technique.

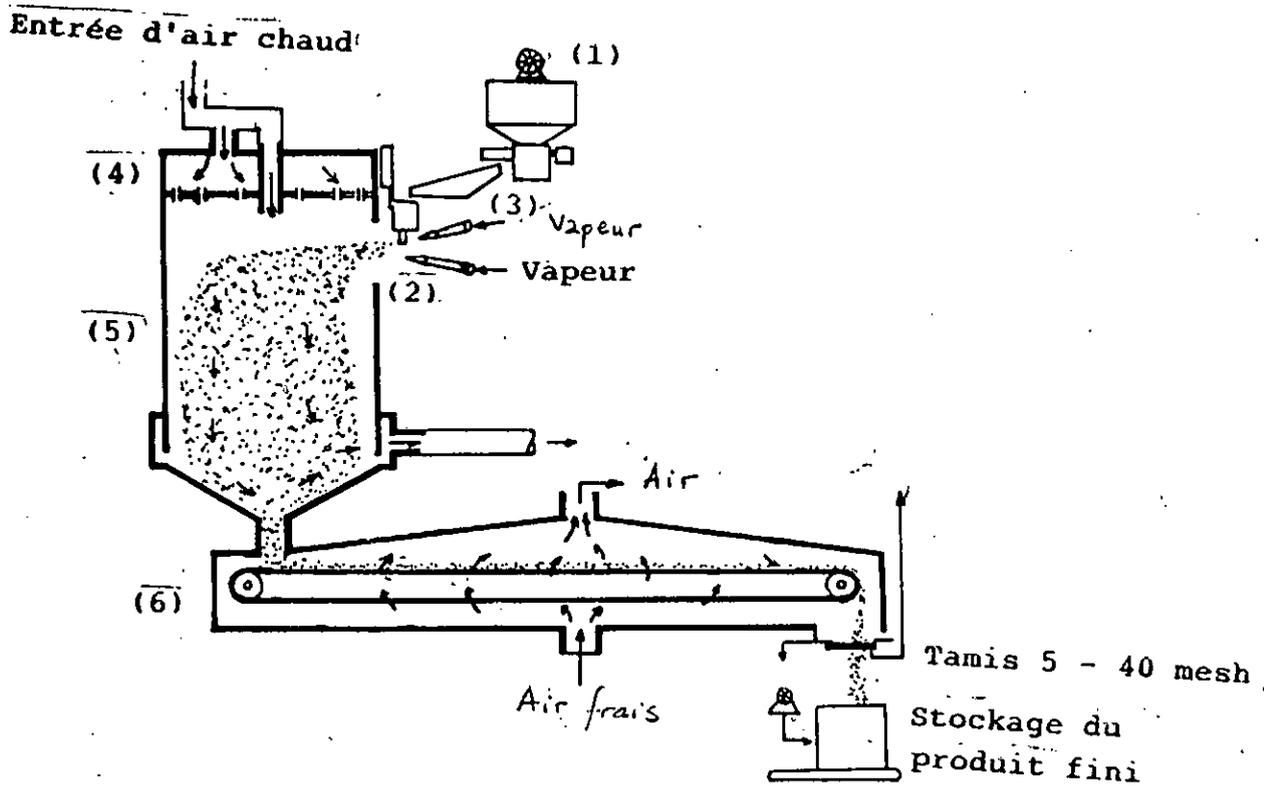


Figure 33 - Dispositif d'agglomération de la poudre atomisée [70].

- | | |
|-----------------------------|--------------------------------|
| (1)- Broyeur | (5)- Chambre d'agglomération |
| (2) et (3)- Becs | (6)- Tunnel de refroidissement |
| (4)- Chambre de surpression | |

IV.1.1 Mécanisme d'élimination d'eau

Les gouttelettes liquides atomisées passent par deux périodes de vitesse de séchage [38]:

-Une première période nommée à " vitesse constante " où l'eau s'évapore librement de la surface des gouttelettes vers l'air chaud qui les entoure .

goutte et dans la masse d'air (Pa).
 K_g est le coefficient de transfert de matière gazeux de la vapeur d'eau à travers l'air (Kg /m².Pa.s).

La valeur de K_g est donnée, dans les conditions où l'air est en mouvement, par le nombre adimensionnel de Sherwood [38]:

$$Sh = \frac{K_g \delta}{D_v} = 2 + 0.6 (Sc)^{1/3} (Re)^{1/2} \quad (19)$$

Où K_g aura la dimension [longueur][temps]⁻¹

D_v est la diffusivité de la vapeur d'eau dans l'air à la température de surface eau - air (m²/s).

δ est le diamètre de la goutte supposée "sphérique" (m).

Sc est le nombre adimensionnel de Schmidt.

Re est le nombre adimensionnel de Reynolds.

Pour le transfert de chaleur, il existe une équation similaire et plus simple [38] :

$$H = h_c s (T_s - T_a) \quad (20)$$

T_s et T_a sont respectivement la température de l'air à la surface de la goutte et dans la masse d'air (°C).

H est la quantité de chaleur transférée (Joule/s).

s est la surface de la goutte (m²).

h_c est le coefficient de transfert de chaleur à travers le film gazeux, il est déterminé à l'aide du nombre adimensionnel de Nusselt [38]:

$$Nu = \frac{h_c \delta}{K_f} = 2 + 0.6 (Pr)^{1/3} (Re)^{1/2} \quad (21)$$

K_f est la conductivité thermique moyenne du film gazeux (J/m.°C.s).

Nu, Pr et Re sont respectivement les nombres adimensionnels de Nusselt, Prandtl et Reynolds.

Pour des gouttes atomisées contenant un solide dissout, tel qu'il est le cas pour les extraits de café, il est possible d'utiliser ces équations pour déterminer, par exemple, la longueur approximative du pas de séchage et le temps nécessaire à l'évaporation de l'eau contenue dans une goutte de dimension

donnée [38].

IV.1.3 Dispositifs industriels de pulvérisation

Les dispositifs industriels connus sont :

- Les becs à pression centrifuge qui sont les plus adéquats pour le séchage des extraits de café [71].
- Les disques tournants [38].
- Les atomiseurs pneumatiques utilisant un fluide compressible, tel que l'air, pour disperser le jet liquide quand il passe à travers un seul bec [38].

IV.2 Séchage par lyophilisation

Cette méthode utilise le froid au lieu du chaud. L'extrait de café pur est congelé à très basse température puis broyé en tous petits fragments. On introduit ceux-ci dans des chambres de lyophilisation où règne un vide poussé [31]. Sous l'effet combiné du vide et de la chaleur, la glace en minuscules cristaux passe directement à l'état de vapeur sans phase liquide intermédiaire. On dit qu'ils se "subliment". Après cette brutale évaporation, il reste de fines paillettes dorées prêtes à être conditionnées [58].

Le séchage par lyophilisation est généralement réalisé d'une façon discontinue dans des chambres et avec des condenseurs internes et externes [38].

Les cafés lyophilisés ont des rendements en solides solubles faibles mais élevés en constituants volatils comparés à ceux des cafés atomisés. De ce fait, les cafés lyophilisés sont considérés meilleurs que les cafés atomisés [31].

IV.2.1 Mécanisme d'élimination d'eau

Le diagramme d'équilibre reliant la pression de vapeur d'eau de la glace à la température est de grand intérêt lors de l'étude

du mécanisme d'élimination d'eau dans la technique de séchage par lyophilisation, ainsi que le diagramme de phase donnant la variation de la température de congélation de l'extrait de café en fonction de sa teneur en solides solubles [38].

Généralement, les conditions opératoires utilisées dans le condenseur pour la sublimation de la glace sont une température de -30°C et une pression de 0.3 mmHg [38].

IV.2.2 Transfert de matière et de chaleur

Comme pour l'atomisation, le séchage par lyophilisation est un transfert combiné de chaleur et de matière :

Karel [77] considère que le transfert de chaleur dans une plaque congelée est donné à n'importe quel moment par la relation:

$$H = B \cdot K_d (T'_s - T_i) \cdot l_d^{-1} \quad (22)$$

H est la quantité de chaleur transférée (J/s).

l_d est l'épaisseur de la couche séchée (m).

K_d est la conductivité thermique de la couche séchée (J/m.°C.s).

T'_s est la température à la surface de la plaque séchée (°C).

T_i est la température de la glace à l'intérieur de la plaque (°C).

B est la surface de la plaque congelée (m^2).

La vitesse de sublimation est donnée par l'équation [77]:

$$Y = - \frac{dw'}{dt} = B \cdot b (p_i - p_s) \cdot l_d^{-1} \quad (23)$$

W' est la masse d'eau contenue dans la plaque (Kg).

t est le temps de séchage (s).

b est la perméabilité à la vapeur d'eau de la couche séchée (Kg/Pa.m.s).

p_s est la pression partielle de l'eau à la surface de la plaque séchée (Pa).

p_i est la pression partielle de la glace (Pa).

En développant toutes ces équations, Karel a établi une équation donnant le temps de séchage d'une plaque congelée d'épaisseur e :

$$t = \frac{e^2 \cdot \rho (y_i - y_f) \cdot \Delta H_s}{8 \cdot K_d (T'_s - T_i)} \quad (24)$$

ρ est la masse volumique des solides dans la plaque séchée (Kg/m³).

y_i et y_f sont les contenus initial et final en eau (Kg d'eau/Kg de solide).

ΔH_s est la chaleur latente de sublimation (J/Kg).

Nous remarquons donc que la durée de séchage par lyophilisation, dépend des variables suivantes [77] :

-Température de surface T'_s maximale tolérée. Généralement, pour des raisons de dégradation du potentiel thermique, on exige une température comprise entre 40 et 50° C [38].

-Contenus initial et final en eau.

-Masse volumique des solides .

-Chaleur latente de sublimation.

-Epaisseur de la plaque.

-Conductivité thermique de la couche séchée.

-Perméabilité de la couche séchée.

IV.2.3 Dispositifs industriels de lyophilisation

Parmi les dispositifs les plus utilisés pour le séchage par lyophilisation de l'extrait de café nous distinguons [71]:

-Les dispositifs de congélation et d'atomisation .

-Les dispositifs de lyophilisation à lit fluidisé .

Pour le premier type de dispositifs, le bec d'atomisation doit être réglé suivant la concentration de l'extrait de café

utilisé. Par exemple, pour un extrait contenant entre 20 et 30% en solides solubles, on utilise un bec de 3.45 mm de diamètre. Entre 30 et 40%, on utilise un diamètre de 3.25 mm, et 2.05 mm pour une concentration entre 40 et 50%. Pour une concentration au dessus de 50%, on utilise un diamètre de 1.52 mm [72].

En outre, pour ce même type de dispositif, les conditions opératoires exigées sont [71] :

- Pression des chambres maintenues au dessous de 0.4 mmHg.
- Température du condenseur à -45 °C.
- Température du serpentín maintenue entre 93 et 94 °C.
- Durée de séchage variable selon la concentration en solides solubles. Pour une concentration de 30%, la durée de séchage est de 6 heures et pour 50 % elle est de 4 heures.

V Opérations auxiliaires

V.1 Aromatisation et emballage du café

La saveur du café soluble peut être accentuée par récupération d'un grand nombre d'arômes naturels perdus lors du procédé d'extraction. Les constituants naturels de l'arôme peuvent être recueillis directement, de la mouture de café en tête des colonnes de percolation, ou en concentrant l'extrait final de percolation [31].

Beaucoup de brevets ont été publiés sur la séparation, la collection et le transfert des arômes du café torréfié au café instantané [80],[81].

Parmi les substances aromatiques synthétiques qui peuvent améliorer la saveur et l'arôme du café soluble nous pouvons citer [71] :

- La glycérine aromatisée sèche qui peut être combinée à la poudre de café soluble selon des techniques d'atomisation [82] ou ajoutée directement à l'extrait liquide avant séchage.

-Les dipeptides qui réduisent l'amertume des cafés solubles issus de cafés vert de mauvaise qualité [83].

-La L-Arginine qui sert à ajuster le pH du café soluble. C'est un acide aminé, soluble dans l'eau, qui se trouve dans les protéines animales et végétales desquelles elle est extraite par hydrolyse. Elle peut être additionnée au produit à n'importe quelle étape de sa production ou au moment de sa consommation [84].

-La cyclodextrine est additionnée directement à l'extrait de café avant ou après concentration [85]. Les cyclodextrines sont un groupe d'oligosaccharides homologues obtenus par action d'enzymes sur l'amidon [62].

-Des acides alimentaires qui sont capables de réduire l'amertume du café soluble à moins de 3 mg d'acide par gramme d'extrait solide [86].

-Les perfluoroalcanes, saturés ou insaturés, qui sont utilisés pour stabiliser l'arôme du café soluble [87].

-Pour accroître la flaveur du café soluble, on utilise : Le méthyle mercaptan (CH_3SH), qui peut être additionné à l'extrait avant séchage [88], les dérivés de 2-Nonenal [89] et celles de pyrazines sulfurées [90].

Quant à l'emballage du café soluble, il se fait dans des flacons en verre munis de couvercles à diaphragme et dans une atmosphère saturée de gaz inerte (CO_2 , N_2 ou le mélange des deux) pour éviter l'altération du goût et de l'arôme [38].

V.2 Procédés de perfectionnement de l'opération de séchage

Parmi ces procédés, nous pouvons citer :

-La cryoconcentration qui est largement utilisée dans l'industrie alimentaire et notamment dans l'industrie du café

soluble [70]. Elle consiste en une élimination d'eau à basse température à partir d'une solution aqueuse contenant des solides solubles [38]. Elle permet de fournir à la tour d'atomisation ou au dispositif de lyophilisation un extrait plus riche en solides solubles. Elle réduit ainsi tous les coûts de perte en extrait [70].

Elle peut être conduite dans un appareil discontinu, semi - continu ou continu [91].

-L'évaporation est une méthode très ancienne. Elle représente moins d'avantages que la cryoconcentration surtout sur les constituants volatils [38].

-L'emploi d'enzymes sert à réduire la viscosité de l'extrait de café. Il permet ainsi d'obtenir avec les évaporateurs traditionnels, avant atomisation ou lyophilisation, un produit ayant une très forte teneur en extraits secs. De plus, réduit le coût énergétique et accroît de la capacité des équipements industriels [92].

VI. Conclusion

Il ressort de cette étude bibliographique, que la fabrication à échelle industrielle du café soluble nécessite des installations très complexes et coûteuses. Mais le produit fabriqué est rentable et économique : sa consommation ne nécessite pas d'appareils d'extraction et évite les pertes en marc de café que les pays industrialisés utilisent comme source d'énergie ou comme ration alimentaire pour les animaux [38].

En outre, l'industrie du café soluble donne une grande importance à la granulométrie du produit liée à sa durée de dissolution. De ce fait, on désigne par café instantané le café soluble qui se dissout immédiatement dans l'eau chaude.

CONCLUSION

CONCLUSION

Au cours de cette étude, nous avons tenté d'établir une relation entre la granulométrie des corps solides et leur solubilité.

Dans la première partie expérimentale, l'effet de la granulométrie sur la solubilité a été envisagé pour deux électrolytes NaCl et KCl et un non électrolyte naphthalène dans le benzène .

Les résultats obtenus ont mis en évidence la stabilité de la valeur de la solubilité à l'équilibre, affirmant ainsi, la non application de l'équation d'Ostwald - Freundlich pour des solides purs solubles de granulométrie supérieure à 1 μm .

Dans la seconde partie, l'étude de la variation du taux extrait, par infusion, en solides solubles du café a permis de fixer la température à 80 °C, le temps de contact à 15 minutes et le rapport charge/solvant q à 8 grammes de mouture dans 100 cm^3 d'eau.

A l'aide de ces trois paramètres, il nous a été possible de déterminer une granulométrie optimale de la mouture de café comprise entre 225 et 600 μm , vérifiant ainsi une relation entre la granulométrie et la solubilité des constituants solides solubles du café.

Les résultats obtenus permettent de conclure que la solubilité des solides solubles du café dépend, en plus des conditions opératoires et de la méthode d'extraction, du type de café et du degré de broyage.

Par ailleurs, nous avons retrouvé que quelque soit le degré du broyage, le café Robusta donne des rendements en solides solubles élevés par rapport au café Arabica.

L'étude bibliographique réalisée sur la technologie de fabrication industrielle du café soluble a montré que c'est

une technique regroupant des opérations de base du génie - chimique; extraction et séchage.

Elle nécessite des installations complexes et coûteuses mais dont le dimensionnement repose sur la détermination des coefficients globaux de transfert de matière et de chaleur, dans chaque opération unitaire du procédé, minimisant les coûts de réalisation.

Cette recherche bibliographique mériterait d'être poursuivie par une étude de la faisabilité technico - économique puis par une modélisation mathématique de tout le procédé.

ANNEXES

ANNEXE 1

Calcul d'erreur sur la fraction molaire x en naphtalène

$$x = \frac{\frac{m_n}{M_n}}{\frac{m_n}{M_n} + \frac{m_b}{M_b}}$$

m_n : Masse de l'échantillon de naphtalène utilisé (en g).

M_n : Masse molaire du naphtalène égale à 128.16 g.

m_b : Masse de l'échantillon de benzène, elle est déterminée à l'aide de la formule :

$$m_b = V_b \cdot \rho_b$$

V_b est le volume de l'échantillon de benzène égal à 2 cm³.

ρ_b est la masse volumique du benzène égale à 0.88 g/cm³.

M_b : Masse molaire du benzène égale à 78.11 g.

$$\text{Log} x = \text{Log}\left(\frac{m_n}{M_n}\right) + \text{Log}\left(\frac{m_n}{M_n} + \frac{m_b}{M_b}\right)$$

$$d \text{Log} x = \frac{d x}{x} = \frac{d m_n}{m_n} + \frac{d m_n}{m_n} + \frac{d m_b}{m_b}$$

$$\frac{\Delta x}{x} = 2 \frac{\Delta m_n}{m_n} + \frac{\Delta m_b}{m_b}$$

Donc :

$$\Delta x = x \left(2 \frac{\Delta m_n}{m_n} + \frac{\Delta V_b}{V_b} \right)$$

$$\Delta m_n = 0.1 \text{ mg} \quad ; \quad \Delta V_b = 0.1 \text{ cm}^3 \quad ; \quad \Delta T_1 = \Delta T_2 = \Delta T_3 = 1^\circ \text{C}$$

Tableau 25 Erreurs sur la fraction molaire en naphtalène x.

m_n (g)	1.0	1.5	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0
x	0.257	0.342	0.409	0.509	0.580	0.634	0.675	0.70
Δx	0.013	0.017	0.020	0.025	0.029	0.032	0.034	0.03

ANNEXE 2

I. Spécifications du café vert mis à la consommation

- 1/- Le café vert ne doit subir aucun retranchement de ses principes constituants. Il ne doit dégager aucune odeur mauvaise ou étrangère.
- 2/- La proportion de corps étrangers dans le café vert ne doit pas dépasser 0.5 % .
- 3/- La teneur en eau du café vert doit être inférieure à 12.5 % .

II. Spécifications du café torréfié

- 1/- La perte en poids à la torréfaction doit être comprise entre 18 et 20 % . Ce taux peut être modifié par arrêté du ministre chargé de la qualité.
- 2/- La réhumidification du café lors de la torréfaction est interdite.
- 3/- Le café torréfié ne doit pas contenir de pierres ou autres corps étrangers en quantités supérieures à 0.2 % .
- 4/- Il ne doit pas avoir une teneur en eau supérieure à 5 % .
- 5/- Il ne doit pas contenir plus de 2 % de matière d'enrobage.

III. Spécifications du café moulu

Le café moulu ne doit :

- 1/- Dégager aucune mauvaise odeur.
- 2/- Présenter aucun mauvais goût.
- 3/- Pas avoir une teneur en eau supérieure à 5 % .
- 4/- Pas contenir plus de 0.2 % d'impuretés.

IV. Spécifications relatives au conditionnement, emballage et étiquetage

- 1/- Les emballages des cafés torréfiés en grains et moulus doivent être inertes vis à vis du produit emballé, étanches, propres et secs.
- 2/- L'emballage employé pour les cafés torréfiés doit ressortir de manière visible, lisible et indélébile les mentions obligatoires suivantes :
 - Le nom ou la raison sociale et l'adresse de la personne physique ou morale responsable de la fabrication et du conditionnement du produit.
 - La marque déposée éventuellement.
 - La dénomination de vente.

- La composition.
- La quantité nette exprimée en poids.
- La date de fabrication et la date limite de consommation.
- Les conditions particulières de conservation.
- Le mode d'emploi et les conditions particulières d'utilisation.

Spécifications tirées du Journal officiel de la République Algérienne n°6 - 26 Janvier 1992, page 141 - 144 .

ANNEXE 3

Tableau 26 — Résultats de l'analyse au microscope de la fraction (80-200 μm).

d_j μm	75	80	90	100	150	190	200
n_j	2	5	8	8	15	10	2

$$\underline{d_{1\text{ moy}}} = 139.03 \mu\text{m}$$

Tableau 27 — Résultats de l'analyse au microscope de la fraction 200-250 μm .

d_j μm	210	225	230	240	245	250	252
n_j	15	17	7	2	5	2	2

$$\underline{d_{2\text{ moy}}} = 226.26 \mu\text{m}$$

Tableau 28 — Résultats de l'analyse au microscope de la fraction 250-500 μm .

d μm	245	255	275	290	350	375	450	500
n_j	3	2	8	4	12	13	5	4

$$\underline{d_{3\text{ moy}}} = 362.27 \mu\text{m}$$

Tableau 29 — Résultats de l'analyse au microscope de la fraction 500-700 μm .

d_j μm	515	545	593	610	625	695
n_j	5	7	12	15	6	5

$$\underline{d_{4\text{ moy}}} = 599.42 \mu\text{m}$$

Tableau 30 — Résultats de l'analyse au microscope de la fraction 700 - 1120 μm .

d_j μm	700	775	800	850	900	1000	1100
n_j	3	4	6	7	14	11	5

$$\underline{d_{\text{moy}}} = 907.30 \mu\text{m}$$

Tableau 31 — Résultats de l'analyse au microscope de la fraction 1120-1400 μm .

d_j (μm)	1130	1200	1245	1300	1400
n_j	7	10	15	12	6

$$\underline{d_{\text{moy}}} = 1254.03 \mu\text{m}$$

Tableau 32 — Résultats de l'analyse au microscope de la fraction 1400-2000 μm .

d_j (μm)	1400	1506	1700	1950	2000
n_j	9	11	14	9	7

$$\underline{d_{\text{moy}}} = 1704.53 \mu\text{m}$$

Tableau 33 — Valeurs des E.S, V et m pour différents rapports q.

q	0.02	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	0.10	0.12	0.16	0.20
E.S	6.17	13.15	16.57	20.33	24.05	28.35	31.58	34.61	46.16	70.22	98.71
V(ml)	66	63	63	62	61	62	60	58	52	45	36.5
E.S	1.22	2.51	2.97	4.08	5.17	6.39	8.68	10.15	10.87	16.20	30.18
V(ml)	67	66	65	64	63	63	59	57	55.5	46	39
m (g)	1.359	2.013	3.125	4.012	5.088	6.559	7.303	7.785	6.937	12.15	16.61

Tableau 34 – Valeurs des E.S, V et m pour différentes températures T.

T(°C)	60	70	80	90	100
E.S(g/l)	23.95	26.26	28.35	35.36	37.00
V (ml)	63	61	62	50	48
E.S(g/l)	6.03	5.91	6.39	6.34	7.64
V (ml)	64	64	63	54	47
m (g)	4.8703	5.4002	6.5597	5.6599	5.9844

Tableau 35 – Valeurs des E.S, V et m pour différents temps de contact t.

t (mn)	5	10	15	20	25	30
E.S(g/)	25.58	26.95	28.35	28.32	28.71	28.76
V (ml)	62.5	61	62	62	61	61
E.S(g/)	6.27	6.24	6.39	6.29	6.14	6.50
V (ml)	63	64	63	63.5	64	63
m (g)	6.5622	6.5423	6.5597	6.4394	6.3219	6.5325

Tableau 36 – Valeurs des E.S, V et m pour différents diamètres équivalents et pour le café (1).

d(µm)	140	225	375	600	910	1260	1700
E.S(g)	26.76	32.02	33.24	32.34	24.34	24.98	23.26
V(ml)	63	63	62	62	61	60	59
E.S(g)	8.38	6.25	6.23	6.32	5.93	6.00	6.64
V(ml)	64	63	64	63	63	62	61
m (g)	6.7045	6.5023	6.6447	6.6027	6.7023	6.7043	6.688

Tableau 37 – Valeurs des E.S, V et m pour différents diamètres équivalents et pour le café (2).

d(µm)	140	225	375	600	910	1260	1700
E.S(g)	33.45	35.46	36.24	37.34	33.43	32.08	30.50
V(ml)	62	63	62	60	60	59	59
E.S(g)	7.31	6.93	7.11	7.08	6.57	6.69	7.30
V(ml)	63	63	62	61	62	61.5	60
m (g)	6.5597	6.6234	6.7346	6.5673	6.7104	6.8020	6.644

Tableau 38 – Valeurs des E.S, V et m pour différents diamètres équivalents et pour le café (3).

d(µm)	140	225	375	600	910	1260	1700
E.S(g)	30.78	35.04	36.23	36.26	31.70	30.74	28.56
V(ml)	63	62.5	61	60.5	60	59	60
E.S(g)	7.50	6.79	6.88	6.91	6.41	6.50	7.13
V(ml)	65	64	63	62	61	60	60
m (g)	6.7552	6.7042	6.7340	6.6324	6.5497	6.5564	6.602

Tableau 39 – Valeurs des E.S, V et m pour différents diamètres équivalents et pour le café (4).

d(µm)	140	225	375	600	910	1260	1700
E.S(g)	30.50	32.92	36.54	35.25	32.87	30.17	30.28
V(ml)	64	63	60	62	60	61	58
E.S(g)	6.82	5.83	6.73	6.65	6.04	6.40	5.45
V(ml)	65	64	63	63	61	60	60
m (g)	6.6679	6.1278	6.4366	6.5423	6.7437	6.5449	6.573

Tableau 40 – Valeurs des E.S, V et m pour différents diamètres équivalents et pour le café (5).

d(µm)	140	225	375	600	910	1260	1700
E.S(g)	30.24	32.84	34.61	33.87	30.63	29.62	28.75
V(ml)	63	62	63	64	61	60	59
E.S(g)	7.08	7.35	6.84	6.79	6.52	6.56	6.48
V(ml)	64	62.5	60.5	60	62	59	60
m (g)	6.3224	6.5073	6.5429	6.7327	6.1023	6.1159	6.325

Tableau 41 – Valeurs des E.S, V et m pour différents diamètres équivalents et pour le café (6).

d(µm)	140	225	375	600	910	1260	1700
E.S(g)	33.50	33.07	36.04	36.23	31.14	29.79	28.33
V(ml)	60	63	60	59	60	59	59
E.S(g)	6.13	7.19	7.48	6.56	7.72	5.87	6.76
V(ml)	62	65	59	61	60	58.5	58
m (g)	6.3459	6.7402	6.7039	6.3560	6.9327	6.6659	6.405

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]-B.H.Mahan, Chimie, p.164 - 170, Interéditions, Paris (1977).
- [2]-E.W.Berg, Physical and chemical methods of separation, p.250 - 280, MC Graw Hill (1963).
- [3]-B.K.Puri, L.R.Sharma, Principles of physical chemistry, p.655 - 659 (1978).
- [4]-R.Jacquier, G.Lamaley, M.Maurin, J.Soulier, Equilibres en solution, p.85 - 93, Dunod Université (1969).
- [5]-R.A.Swalin, Thermodynamics of solids, p.136 - 266, John Wiley and Sons, INC (1962).
- [6]-Techniques de l'ingénieur, K.630 (1955).
- [7]-C.F.Prutton, S.H.Maron, Fundamental principles of physical chemistry, p.141 - 154 et 467, MC Millan Company (1951).
- [8]-W.Z.Ostwald, Z.Physik.Chem., 34, p.503 (1900).
- [9]-H.Freundlich, Coll. and Capillary Chemistry, p.155 (1926).
- [10]-G.A.Hulett, Z.Physik.Chem., 37, p.385 (1901); 47, p.357 (1904).
- [11]-M.L.Dundon, E.Mack, J.Am.Chem.Soc., 45, p.2479 (1923).
- [12]-D.R.May, I.M.Kolthoff, J.Phys.and Coll.Chem., 52, p.836 (1948).
- [13]-P.W.Atkins, Physical chemistry, 4^e édition, Oxford University Press, p.170 (1990).
- [14]-H.L.Ward, J.Phys.Chem, 30, p.1316 (1926).
- [15]-P.Schlapfer, R.Flack, Helv.Chim.Acta, 10, p.381 (1927).
- [16]-D.R.Browning, Méthodes électrochimiques d'analyse, p.1 - 25, Masson et Cie (1972).
- [17]-J.M.Wilson, Manipulations de chimie physique, p.95, Gauthier Villards, Paris (1964).
- [18]-R.H.Perry, C.H.Chilton, Chemical Engineers Handbook, Fifth edition, p.3 - 19, Mc Graw Hill (1973).
- [19]-J.H.Hildebrand, A.J.Clarence, J.Am.Chem.Soc, 42, p.2180 - 2189 (1920).
- [20]-S.Sturdivant, Grounds for discussion: The importance of the grind to good coffee, Tea and Coffee Trade Journal, Volume 162, n°3, p.32 - 34 (1990).
- [21]-M.C.Nicoli, M.Dalla Rosa, C.R.Lerici, Influence of some processing conditions on solid - liquid extraction of

- coffee, *Lebensm.Wiss.u.Technol.*, 23, p.386 - 389 (1990).
- [22]-Andre-Etienne, Extraction solide - liquide, *Techniques de l'Ingénieur*, J.2780.
- [23]-G.Clo, Proposition d'un modèle représentatif de l'influence des paramètres de l'extraction solide - liquide dans le cas de la préparation ménagère de la boisson de café par infusion, Thèse Docteur Ingénieur, ENSBANA, Dijon (1981).
- [24]-A.Voilley, D.Simatos, Modeling solubilisation process during coffee brewing, *J. of food Process.Engineering*, 3, p.184 - 188 (1980).
- [25]-H.G.Schwartzberg, Continuous counter current extraction in the food industry, *Aiche, CEP*, April, p.67 - 85 (1980).
- [26]-R.Dousse, Utilisation de l'extraction solide - liquide par diffusion dans la technologie des fruits et légumes, Thèse de Docteur ès -Sciences techniques, Zurich, (1978).
- [27]-M.Sivetz, H.Foote, Coffee processing technology, Volumes 1 et 2, AVI Publ.Co, Westport Conn. (1963).
- [28]-M.Loncin, Génie industriel alimentaire-Aspects fondamentaux, p.286, Masson, Paris (1976).
- [29]-J.Caille, Contribution à l'étude du processus d'extraction du café, Mémoire E.N.I.T.A, Dijon (1975).
- [30]-Raoul Lecok, Manuel d'analyses alimentaires, Tome 1, p.381, Ed. Doin Deren et Cie., Paris (1965).
- [31]-Kirk-Othmer, Encyclopedia of chemical technology, Volume 6, p.511, Third edition, John Wiley and Sons (1979).
- [32]-Claude Augé, Nouveau Larousse illustré, Dictionnaire universel encyclopédique, Tome 2, p.378 (1967).
- [33]-Grand Larousse encyclopédique, Volume 2, p.493, Librairie Larousse, Paris (1960).
- [34]-Café, Cacao, Bananes, Europe information et développement, p.1, Janvier, Bruxelles (1982).
- [35]-Encyclopédie internationale des sciences et des techniques, Tome 2, p.568 - 572, ASTRONO CERAM, Ed.Presses de la cité, France (1970).
- [36]-J.C.Vincent, L'évolution des techniques de traitement du café après la récolte, *Marchés tropicaux et Méditerranéens*, Volume 38, n°1893, p.523 - 529 (1982).

- [37]-J.Adrian, R.Frangne, La science alimentaire de A à Z, p.47, Technique et documentation, Lavoisier, Paris (1986).
- [38]-R.J.Clarke, R.Macrae, Coffee, Volume 2, Technology, Chapitres 5,6,7,8 et 9, Elsevier.Appl.sci. (1987).
- [39]-A.Voilley, F.Sauvageot, D.Durand, Influence sur l'amertume d'un café boisson de quelques paramètres d'extraction, 8° Colloque scientifique international sur le café, Abidjan, ASIC, p.251 - 259 (1977).
- [40]-G.Pictet, L.Vuataz, Etude des techniques d'infusion, ASIC, 8° Colloque, Abidjan, p.261 - 269 (1977).
- [41]-A.Voilley, F.Sauvageot, D.Simatos, G.Wojcik, Influence of some processing conditions on the quality of the coffee brew, Food Science and Technology, p.135 - 143 (1981).
- [42]-R.M.Pangborn, Criteria for sensory evaluation of coffee beverage, Compte rendu du 8° Colloque international sur la chimie des cafés, ASIC, Abidjan, p.249 - 250 (1977).
- [43]-R.M.Pangborn, Influence of water composition extraction procedures and holding time and temperature on quality of coffee beverage, Leben.Wissen.Und.Tech.,15, p.161 -168 (1982).
- [44]-R.Coste, Le caféier : Techniques agricoles et production tropicale, G.P.Mais. et LAROSE, Paris p.275 (1968).
- [45]-P.D.Punnett, Effect on coffee of some minerals in water, Tea and Coffee Trade Journal, February, p.26 - 28 (1963).
- [46]-M.Spiro, J.E.Hunter, The kinetics and mechanisms of caffeine infusion from coffee : The effect of roasting, J.of Food and Agriculture, V.36, p.871 - 876 (1985).
- [47]-M.C.Nicoli, M.Dalla Rosa, C.R.Lerici, C.Severini, Industrie Alimentari, V.26, p.467 - 471 (1987).
- [48]-C.Severini, D.Mastrocola, M.C.Nicoli, M.Dalla Rosa, V.27, p.537 - 540 (1988).
- [49]-B.Rothfos, Coffee consumption, Gordian Max Rieck, GmbH (Hamburg), p.426 (1986).
- [50]-G.Clo, A.Voilley, Evaluation of ground coffee particles for optimum extraction, Leben.Wiss.und Tech., V.16, p.39 - 42 (1983).
- [51]-M.Dalla Rosa, D.Barbanti, M.C.Nicoli, Industrie

- Alimentari, V.25, p.537 - 540 (1986).
- [52]-J.R.Niven, B.C.Shaw, The C.B.I public., n°19, (1957).
- [53]-R.Coste, Le limonadier de Paris, 4, (1960).
- [54]-T.Allen, Techniques de l'ingénieur, Octobre, P1040 (1988).
- [55]-M.N.Clifford, K.C.Willson, Coffee Botany Biochem. and Product. of beans and beverage, The Avi Publ.Comp., INC Conn., Westport, p.435 (1985).
- [56]-Brochure technique du service contrôle de la qualité et repression des fraudes d'El-Harrach (1992).
- [57]-A.Duplatre, C.Tisse, J.Estienne, Analisis, V.9, n°8 p.404 - 405 (1981).
- [58]-M.Sivetz, N.W.Desrosier, Coffee Technology, AVI Publ. Companyp, INC, Westport, p.622 - 650 (1979).
- [59]-Anon, Les cafés solubles. L'instantané pour gens pressés, Que choisir? n°181, p.23 - 26 (1983).
- [60]-Anon, 50 ans la naissance du café soluble, Pour la science, n°128, p.25 (1988).
- [61]-K.Davids, The coffee books, Whittet books, Weybridge, p.21 - 59 (1980).
- [62]-K.F.Sylla, Processing of instant coffee, ASIC 13° colloque, Paipa, p.219 - 225 (1989).
- [63]-U.S.Patent 3, 655, 398 (1972).
- [64]-B.Patent 1, 547, 242 (1979).
- [65]-H.G.Schwartzberg, Continuous counter current extraction in the food industry, Chem.Engng.Prog., V.21, p.67 - 85 (1980).
- [66]-S.Bruin, J.A.M.Spanninks, Mathematical simulation of the performance of solid - liquid extractors, Chem.Eng.Sci., V.34, p.199 - 215 (1979).
- [67]-J.A.M.Spanninks, Design procedures for solid- liquid extractors, Ph D.Thesis, Agricultural university of Wageningen (1979).
- [68]-J.Charm, Fundamentals of food engineering, 3°ed, AVI, Westport, Conn. (1978).
- [69]-M.Desai, H.G.Schwartzberg, Food-process engineering, V.1, Editors P.Linko et al., Applied Science Publishers, London, p.86 - 91 (1980).
- [70]-W.H.J.M.Van Pelt, D.G.Bassoli, Freeze concentration :

- coffee product and economic analysis, Café.Cacao.Thé, V.34, n°1, p.37 - 45 (1990).
- [71]-N.D.Pintauro, Coffee solubilisation-Commercial processes and technique, Noyes Data Corporation, p.126 - 160 (1975).
- [72]-J.H.Perry, Chemical engineers handbook, 4th edition, MC Graw Hill, New York (1976).
- [73]-H.A.C.Thijssen, Proc.4° Coll. ASIC, p.108 - 117 (1969).
- [74]-J.L.Bomben, S.Bruin, H.A.C.Thijssen, R.L.Merson, Advances in food research, V.20, Editors Chichester.C.O, Mrak.E.M and Stewart.G.F, Academic Press, New York, p.2 - 111 (1973).
- [75]-H.A.C.Thijssen, Leben.Wiss.Technol., V.12, p.308 - 317 (1979).
- [76]-W.R.Marshall, Atomization and spray drying, Chem.Engng.Prog.Monog.Series, V.50, American Institute of chemical engineers, New York (1954).
- [77]-M.Karel, Fundamentals of dehydration processes, Advances in pre-concentration and dehydration of foods, Editors Spicer.A, Appl.Sc.Publ., London, p.45 - 94 (1973).
- [78]-J.W.Casten, S.H.Shimabuku, U.S.Patent 3, 573, 060, March 30 (1971).
- [79]-I.Abelow, J.Wagman, U.S.Patent 3, 436, 837, April 8, Assigned to U.S.Secretary of the Army, (1969).
- [80]-B.Patent 1, 265, 206, Proctor and Gamble Company "Preparation of instant coffee" (1972).
- [81]-B.Patent 1, 563, 230, General foods Ltd, "Production of soluble coffee" (1980).
- [82]-G.A.Jasovsky, W.L.Rappaneau, G.J.Ceglie, A.T.Nacci, U.S.Patent 3, 821, 447 June 28, assigned to general foods corporation (1974).
- [83]-T.P.Finucane, J.J.Halik, U.S.Patent 3, 829, 588, Assigned to general foods corporation, August 13 (1974).
- [84]-J.Kawai, T.Nicomiya, S.Okumura, K.Hayashi, U.S.Patent 3, 457, 083, Assigned to Ajinomoto Co, INC, Japan, July 22 (1969).
- [85]-R.M.Hamilton, R.E.Heady, U.S.Patent 3, 528, 819, Assigned to CPC international INC, September 15 (1970).
- [86]-W.P.Clinton, J.R.Kaplan, P.J.Capasso, U.S.Patent 3, 753,

726, Assigned to general foods corporation, August 21 (1973).

[87]-S.V.R.Mastrangelo, U.S.Patent 3, 181, 952, Assigned to E.I du pont de Nemours and Company, May 4 (1965).

[88]-W.P.Clinton, F.E.Jr.Pettit, U.S.Patent 3, 540, 889, Assigned to General foods corporation, Nov.17 (1970).

[89]-T.H.Parliment, W.P.Clinton, R.Scarpellino, R.J.Soukup? M.F.Epstein, U.S.Patent 3, 655, 397, Assigned to General foods corporation, April 11 (1972).

[90]-M.Winter, F.Gautshi, I.Flament, H.Stoll, I.M.Goldman, U.S.Patent 3, 702, 253, Assigned to Firmenich and Cie, Switzerland, November 7 (1972).

[91]-U.S.Patent, 3, 404, 007, Assigned to Struthers scientific and international corporation, October 1 (1968).

[92]-G.M.Ehlers, Possible application of enzymes in coffee process, ASIC, 9^{ème} Colloque scientifique international sur le café-9, p. 267-271, Paris (1981).