

Approche Expérimentale des Courbes de Sorption de la Menthe en vue d'un Séchage par Energie Solaire

M. Kouhila¹, A. Belghit² et M. Daguenet³

⁽¹⁾ Laboratoire d'Energétique Solaire, Ecole Normale Supérieure B.P S. 41, Marrakech, Maroc

⁽²⁾ Laboratoire de Mécanique des fluides et Energétique, Faculté des Sciences Semlalia
Avenue Moulay Abdallah, B.P. S. 15, Marrakech, Maroc

⁽³⁾ Laboratoire de Thermodynamique et Energétique, Université de Perpignan, , 66860 Perpignan, France

(Accepté le 04. 05. 99)

Résumé — Les teneurs en eau d'équilibre d'un produit à sécher sont indispensables lors d'une opération de stockage et de séchage solaire par convection forcée. Ces valeurs sont souvent relevées à partir des courbes dites isothermes de sorption. Ainsi, le présent travail se propose de déterminer expérimentalement les isothermes de sorption de la menthe (*mentha pulegium*) à l'aide de la méthode des solutions de sels saturés. L'expérience est réalisée pour quatre valeurs de la température de travail : 25 °C, 30 °C, 40 °C, et 50 °C.

Abstract — The final product air moisture contents are indispensable during a solar drying process and therefore the product storage. These values are often determined from the sorption curves. The present work consists of determining experimentally the isotherms of sorption of one variety of mint (*mentha pulegium*) which is the most consumed in Morocco by using saturated salt method. The experiments are undertaken at four temperatures which are : 25 °C, 30 °C, 40 °C and 50 °C.

Mots clefs : Menthe - Isothermes de sorption – Expérimentation - Modélisation.

1. INTRODUCTION

Les isothermes de sorption sont d'une grande importance dans l'industrie agro-alimentaire et notamment dans les opérations de séchage solaire, de stockage et de conservation des aliments. Leur connaissance donne des informations précieuses sur l'équilibre hygroscopique d'un produit du fait qu'elles permettent de connaître le domaine de stabilité du produit après séchage et renseignent ainsi sur les types d'eau présentes dans le produit [1]. Cet équilibre est caractérisé à partir de ces courbes dont la détermination expérimentale exige un grand nombre de mesures. Elles sont également utiles lors d'un processus de séchage solaire convectif. En effet, c'est à partir des courbes de sorption qu'on détermine la teneur en eau final d'un produit à sécher.

L'objectif visé par cette étude est la détermination expérimentale des courbes de sorption d'une variété de menthe (*mentha pulegium*) la plus consommée au Maroc, et ce pour différentes valeurs de la température de travail. Le choix de cette variété se justifie par son abondance et sa grande consommation au Maroc. Dans ce travail, on détermine ces équilibres par la méthode des solutions de sels saturés. A la fin de l'opération de séchage, la teneur en eau du produit atteint un seuil qui correspond à l'équilibre thermodynamique avec le milieu ambiant et sa masse devient quasiment stationnaire.

2. DESCRIPTION DU MODE OPERATOIRE

Les isothermes de sorption sont décrites habituellement par une courbe rapportant la teneur en eau à l'équilibre X_{eq} du produit à étudier en fonction de l'humidité relative HR de

l'atmosphère qui l'entoure, pour une température de travail fixe. Ceci peut se traduire par l'expression suivante :

$$X_{eq} = f(HR) \quad \text{pour } T = \text{constante} \quad (1)$$

Ces courbes sont déterminées en suivant l'adsorption d'eau sur un échantillon du produit exposé à une atmosphère à humidité relative HR imposée. L'équilibre hygroscopique peut être réalisé par plusieurs méthodes dynamiques ou statiques [2]. Bien que les isothermes de sorption et de désorption aient des allures semblables, le principe permettant leur obtention est complètement différent. L'expérience montre que les courbes de sorption et de désorption présentent une hystérésis dans la plupart des cas [3].

Pour déterminer les isothermes de sorption de la menthe, nous avons opté pour une méthode statique. Il s'agit de la méthode des solutions de sel saturés. En effet, les solutions salines même si elles exigent une durée très longue (un à deux mois) pour que l'équilibre thermodynamique se réalise, elles ont l'avantage de présenter un domaine plus restreint de variation de l'activité de l'eau, A_w , et sont beaucoup plus stables que les solutions d'acide sulfurique comme l'ont montré Belahmidi et al. [4].

Il faut noter que Kechaou et al. [2] et Belahmidi et al. [4] ont proposé, dans leurs travaux, d'autres modes d'expérimentation différents du notre, mais avec des dispositifs expérimentaux sophistiqués et beaucoup plus onéreux. En revanche, le banc d'expérience décrit dans cet article a l'avantage d'avoir un coût initial très faible et peut ainsi être monté dans n'importe quel laboratoire.

Le dispositif expérimental dont une unité est présentée sur la figure 1, consiste en une série de six bocaux de un litre chacun et à fermeture étanche. Chaque bocal est rempli au quart environ d'une solution de sel saturé et comporte un trépied porte-échantillon sur lequel est placé un flacon contenant environ 0,1 g de la menthe.

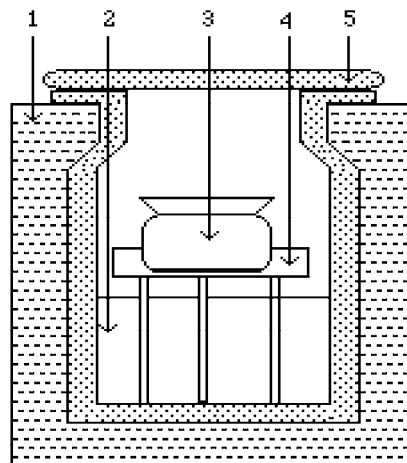


Figure 1 : Schéma d'une unité du dispositif expérimental

- (1): bain thermostaté, (2): Solution saline,
 (3) : bêcher contenant le produit, (4) : trépied porte-
 échantillon, (5): bocal à fermeture étanche

Les six bocaux contiennent chacun une solution saline différente (il s'agit des sels KOH, $MgCl_2$, K_2CO_3 , $NaNO_3$, KCl, $BaCl_2$). Avant de mettre le produit à étudier dans les bocaux, ces derniers sont immergés dans un bain-marie thermostaté réglé à une température de consigne fixe. On laisse les bocaux dans le bain thermostaté pendant 24 heures pour que les solutions salines puissent s'adapter à une température de travail fixe, soit 40 °C.

Les six échantillons subissent un séchage préalable dans une étuve réglée à une température voisine de 50 °C et ceci jusqu'à déshydratation maximale du produit. L'eau est rajoutée au bain thermostaté au fur et à mesure qu'une quantité s'évapore surtout pour les températures voisines de 50 °C. Pour déterminer les masses humides M_e du produit dans chaque bocal, les échantillons sont pesés tous les cinq jours car la durée d'atteinte de l'équilibre hygroscopique est très longue. Il faut noter que d'autres travaux [2,4] ont en effet confirmé que le temps nécessaire pour que l'équilibre hygroscopique soit atteint, varie entre un et deux mois. Cette durée dépend de la nature du produit, des solutions salines utilisées et de la température du bain thermostaté. Ceci justifierait peut être pourquoi la prise de pesée se fait tous les cinq jours. Chaque échantillon est ensuite placé dans le flacon, puis dans le bocal.

Dès que les masses des échantillons deviennent stationnaires, on arrête l'expérience et les échantillons sont pesés et placés dans une étuve réglée à environ 105 °C jusqu'à ce que leurs masses ne varient plus avec le temps. L'expérience [4] montre que le temps de déshydratation maximale du produit varie entre cinq et huit heures selon la nature du produit et la température du bain thermostaté. Cette dernière opération a pour but de déterminer les masses sèches M_s des six échantillons. Ainsi, la différence de masse avant et après séchage dans l'étuve, nous permet d'avoir la teneur en eau d'équilibre X_{eq} , soit :

$$X_{eq} = \frac{M_e - M_s}{M_s}$$

On change la température du bain thermostaté et on reprend la même expérience pour les températures de travail $T = 25$ °C, 30 °C, et 50 °C.

3. RESULTATS EXPERIMENTAUX

A l'aide d'une balance électronique à affichage numérique, de précision 0,001 g, chaque échantillon est pesé régulièrement par intervalle de temps de cinq jours, jusqu'à l'obtention d'une masse fixe (masse humide du produit M_e) indiquant la fin de l'échange entre le produit et l'air ambiant. Ceci caractérise la position d'équilibre hygroscopique.

Les teneurs en eau d'équilibre X_{eq} de la menthe (*mentha pulegium*) obtenues pour quatre valeurs de la température de travail (25 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C) sont présentées sur le tableau 1 qui regroupe également les valeurs standards des humidités relatives HR de l'air données pour les six sels en fonction de la température.

Tableau 1 : Teneurs en eau à l'équilibre X_{eq} obtenues pour six sels à quatre températures de travail

Sels	T = 25°C		T = 30 °C		T = 40 °C		50 ° C	
	HR	X_{eq}	HR	X_{eq}	HR	X_{eq}	HR	X_{eq}
KOH	08,23	0,0851	07,38	0,0521	06,26	0,0426	05,72	0,0319
MgCl ₂	33,00	0,0937	32,38	0,0714	31,59	0,0851	30,54	0,0761
K ₂ CO ₃	42,76	0,1210	43,17	0,1134	42,30	0,0957	40,91	0,0860
NaNO ₃	73,79	0,2258	72,75	0,2048	71,00	0,1720	69,04	0,2571
KCl	84,26	0,3333	83,62	0,2533	82,32	0,2262	81,20	0,2796
BaCl ₂	90,19	0,3412	89,80	0,3043	89,10	0,4430	88,23	0,5638

La figure 2 rapporte la distribution des points expérimentaux pour les quatre températures de travail. Cette figure illustre la variation de la teneur en eau d'équilibre X_{eq} en fonction de l'humidité relative HR de l'atmosphère entourant le produit. Notons que lorsque l'équilibre hygroscopique est atteint, les échanges d'eau entre l'air et le produit s'équilibrent et l'activité de l'eau A_w devient identique à l'humidité relative HR [1].

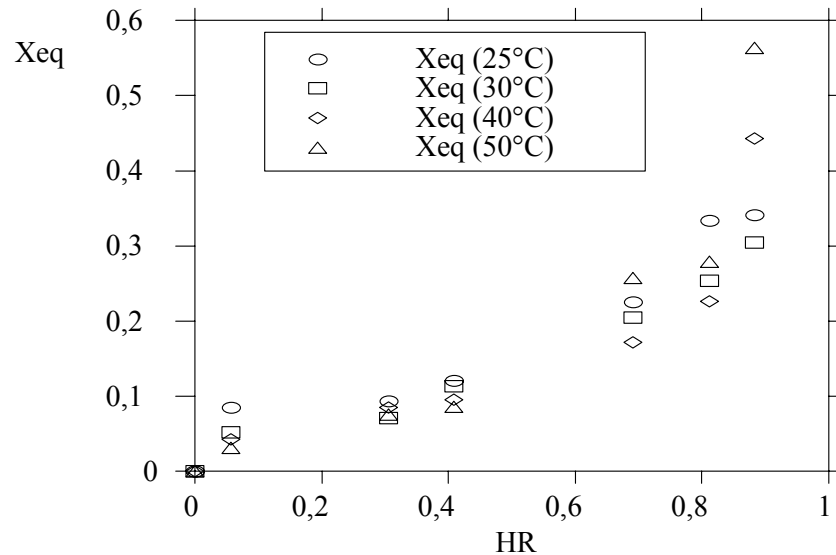


Fig. 2 : Isothermes de sorption de la menthe :
Points expérimentaux

4. MODELISATION

Nous étudions l'influence de la température de travail sur les courbes d'équilibre de la variété mentha pulegium. Les figures 3 à 6 représentent les points expérimentaux (HR, X_{eq}) de la menthe obtenus par la méthode des sels saturés pour quatre températures travail.

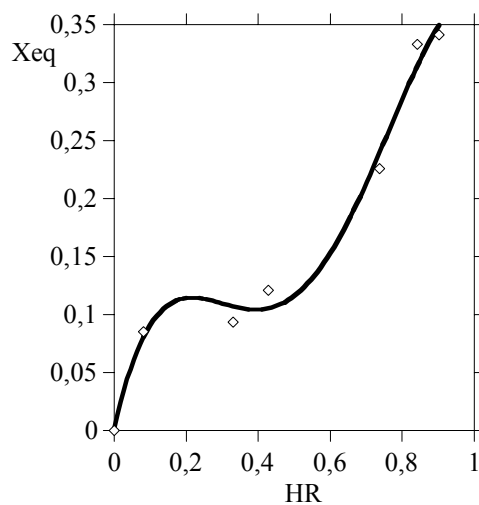


Fig. 3 : Isotherme de sorption de la menthe pour $T = 25\text{ °C}$

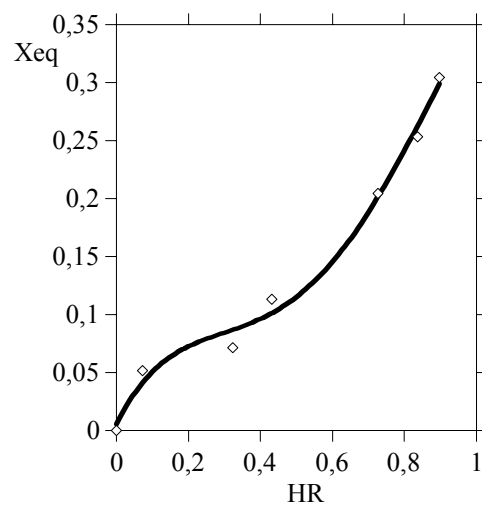


Fig. 4 : Isotherme de sorption de la menthe pour $T = 30\text{ °C}$

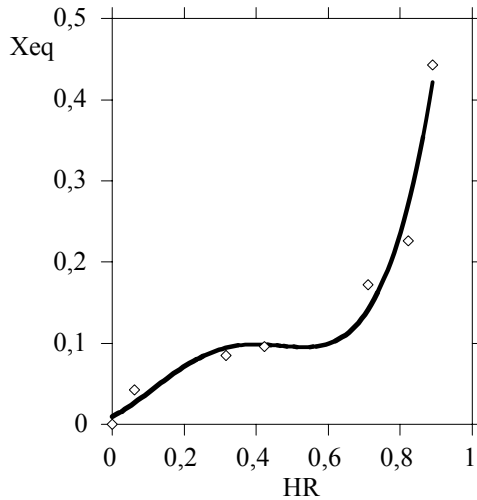


Fig. 5 : Isotherme de sorption de la menthe pour T = 40 °C

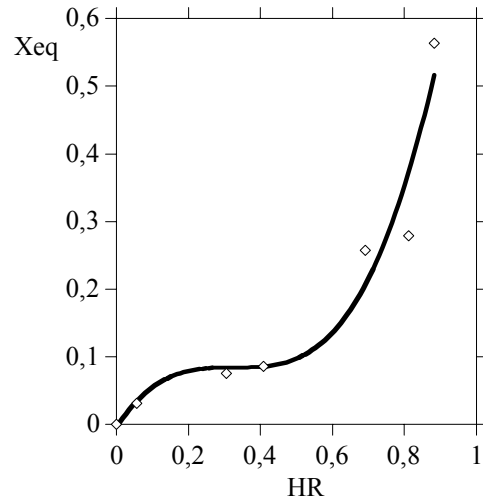


Fig. 6: Isotherme de sorption de la menthe pour T = 50 °C

Un lissage polynômiale de ces points expérimentaux (figures 3 à 6), permet de décrire les isothermes de sorption de la menthe pour une température donnée. Les polynômes d'interpolation dont le degré a été optimisé, s'expriment par les équations algébriques suivantes :

$$X_{eq}(25\text{ °C}) = 1,74 \cdot 10^{-3} + 1,366 \text{ HR} - 5,576 \text{ HR}^2 + 8,63 \text{ HR}^3 - 4,05 \text{ HR}^4 \quad (4)$$

$$X_{eq}(30\text{ °C}) = 5,61 \cdot 10^{-3} + 0,6178 \text{ HR} - 1,948 \text{ HR}^2 + 2,926 \text{ HR}^3 - 1,245 \text{ HR}^4 \quad (5)$$

$$X_{eq}(40\text{ °C}) = 9,870 \cdot 10^{-3} + 0,2129 \text{ HR} + 1,241 \text{ HR}^2 - 4,649 \text{ HR}^3 + 4,006 \text{ HR}^4 \quad (6)$$

$$X_{eq}(50\text{ °C}) = -4,102 \cdot 10^{-3} + 0,8115 \text{ HR} - 2,479 \text{ HR}^2 + 2,525 \text{ HR}^3 \quad (7)$$

Pour modéliser ces isothermes, de nombreuses corrélations empiriques existent dans la littérature scientifique [2]. Afin de mieux tenir compte de l'influence de la température sur l'équilibre hygroscopique, et pouvoir réaliser des interpolations, nous utilisons le modèle de Henderson [5]. En effet, le choix de ce modèle se justifie par le fait qu'il a l'avantage de décrire l'ensemble des isothermes de sorption pour une plage plus large de la température et de l'humidité relative du milieu entourant le produit. Ceci n'est pas le cas du modèle de Guggenheim, Anderson et Boer (G.A.B) [6] ou du modèle de Brunauer, Emmet et Teller (B.E.T) [7] qui est valable uniquement pour les faibles valeurs de l'humidité relative HR. La corrélation exprimant le modèle d'Henderson¹ s'écrit :

$$X_{eq}(T, HR) = \left[\frac{-\text{Ln}(1 - HR)}{k(1.8T + 492)} \right]^{\frac{1}{n}} \quad (8)$$

Cette équation permet de calculer les isothermes de sorption pour n'importe quelle température de travail T. Les constantes k et n de l'équation d'Henderson dépendent de la température et des caractéristiques du produit. Leur détermination pour T = 40 °C par

¹ Dans l'équation d'Henderson, Test exprimée en K.

exemple, se fait par identification des équations (6) et (8). Ainsi, à partir de ces deux dernières équations, on a pour $T = 40\text{ °C}$:

$$n \text{Ln}(X_{\text{eq}}(T = 40\text{ °C})) = \text{Ln}(-\text{Ln}(1 - \text{HR})) - \text{Ln}(k(1,8 \times 40 + 492))$$

par suite $\text{Ln}(-\text{Ln}(1 - \text{HR})) - \text{Ln}(564) = n \text{Ln}(X_{\text{eq}}(T = 40\text{ °C})) + \text{Ln}(k)$ (9)

La relation (9) a la forme de l'équation d'une droite d'équation: $Y = nX + b$

où
$$\begin{cases} Y = \text{Ln}(-\text{Ln}(1 - \text{HR})) - \text{Ln}(564) \\ X = \text{Ln}(X_{\text{eq}}(T = 40\text{ °C})) \\ b = \text{Ln}(k) \end{cases}$$

En traçant Y en fonction de X , on obtient des droites de régression qui permettent de déterminer les coefficients k et n pour $T = 40\text{ °C}$. Les valeurs de k et n calculées pour les autres températures : $T = 25\text{ °C}$, 30 °C , 50 °C sont obtenues par la même procédure de calcul et répertoriées dans le tableau 2.

Tableau 2 : Evolution des constantes k et n en fonction de la température

T (°C)	n	k	domaine de HR
25 °C	2,651	0,119	$0 < \text{HR} < 0,3$
	1,093	0,012	$0,4 < \text{HR} < 1$
30 °C	2,264	0,169	$0 < \text{HR} < 0,35$
	1,258	0,018	$0,35 < \text{HR} < 1$
40 °C	1,411	0,018	$0 < \text{HR} < 0,35$
	0,607	0,007	$0,5 < \text{HR} < 1$
50 °C	0,845	0,005	$0 < \text{HR} < 0,35$
	0,668	0,006	$0,59 \leq \text{HR} < 1$

Pour étudier l'influence des autres températures et établir un réseau complet d'isothermes de sorption de la menthe allant de $T = 20\text{ °C}$ jusqu'à $T = 80\text{ °C}$, nous avons calculé à l'aide du modèle d'Henderson, les autres courbes de sorption de ce produit pour les températures 20 °C , 60 °C , 70 °C et 80 °C en injectant dans l'équation (8) les valeurs de k et n déterminées (tableau 2). La figure 7 rassemblant ces courbes, montre que la teneur en eau d'équilibre X_{eq} de la menthe décroît lorsque la température de consigne augmente.

5. CONCLUSION

La détermination des isothermes de sorption des plantes aromatiques constitue un passage incontournable pour la compréhension des mécanismes de déshydratation de la feuille de menthe par exemple. En outre, les résultats obtenus serviront par la suite à la modélisation numérique des transferts couplés de chaleur et de masse durant le séchage solaire de la menthe.

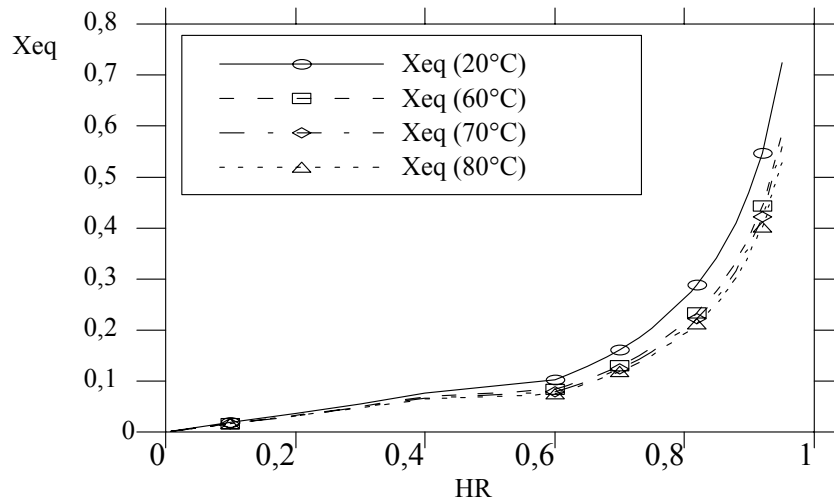


Fig.7 : Isothermes de sorption de la menthe calculées par le modèle d'Henderson

Nous avons approché les points expérimentaux par le modèle d'Henderson qui décrit l'ensemble des isothermes pour toute les gammes d'humidité et de température utilisées. La comparaison des courbes de sorption obtenues à l'aide des trois modèles mentionnés au paragraphe 4, a fait l'objet d'un travail ultérieur [8].

Enfin, les isothermes de sorption donnent des informations précieuses pour l'industrie agro-alimentaire. En effet, pour connaître les paramètres de stockage de la menthe à une certaine température de conservation, il suffit de se référer aux courbes de sorption qui fournissent les valeurs de la teneur en eau d'équilibre du produit et l'humidité relative de l'atmosphère qui l'entoure et ce, pour une température de travail donnée.

NOMENCLATURE

- A_w : activité de l'eau dans le produit humide
 HR : humidité relative du milieu entourant le produit (%)
 k et n : constantes d'Henderson
 m.s : matière sèche
 Me : masse humide du produit (kg)
 Ms : masse sèche du produit (kg)
 T : température du bain thermostaté ou température de travail (°C)
 X_{eq} : teneur en eau d'équilibre du produit (base sèche) (kg d'eau/kg de ms)

REFERENCES

- [1] H. Bizot, N. Riou et J.-L. Multon, "Guide pratique pour la détermination des isothermes de sorption et de l'activité de l'eau", Sciences des Aliments, numéro hors série, 1987.
 [2] N. Kechaou, M. Bagane, M. Maalej et C. Capseu, "Approche empirique de la cinétique de séchage des dattes", in CDER & ENIM (Eds), Actes des 7èmes Journées Internationales de Thermique JITH 95, Marrakech, Maroc, 1995, pp. 581-593.
 [3] J. L. Multon, "Etat de liaison de l'eau dans les aliments : problèmes fondamentaux de séchage", ATP-PIREDS, 1980.

- [4] M. Belahmidi, A. Belghit, A. Mrani, A. Mir et M. Kaoua, “*Approche expérimentale de la cinétique de séchage des produits agro-alimentaires*”, Rev Gén de Therm, n° 380-381, 1993, pp. 444-453.
- [5] S.-M. Henderson, “*A basic concept of equilibrium moisture*”, Agric. Engng., n° 33, 1952, pp. 29-32.
- [6] Z.-B. Maroulis, E. Tsami et D. Marinos-Kouris, “*Application of G.A.B model to the sorption isotherms for dried fruits*”, J. of Food Engng, n° 7, 1988, pp. 63-78.
- [7] S. Brunauer, P.-H. Emmet et E. Teller, “*Adsorption of gases in multimolecular layers*”, J. Am., Chem. Soc., n° 60, 1938, pp. 309-320.
- [8] M. Kouhila, A. Belghit et M. Daguinet, “*Modélisation des isothermes de sorption de trois variétés de menthe : comparaison entre trois modèles empiriques*”, Congrès de la SFT, Arachon, France, 1999.