

Détermination du coefficient de diffusion et de l'énergie d'activation de la menthe lors d'un séchage conductif en régime continu

A. Aghfir¹, S. Akkad², M. Rhazi¹, C.S.E. Kane¹ et M. Kouhila¹

¹ Laboratoire d'Energie Solaire et Plantes Médicinales
Ecole Normale Supérieure, B.P. 2400, Marrakech, Maroc

² Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et des Hétérocycles
Université Cadi Ayyad, Faculté des Sciences Semlalia, B.P. 2390, Marrakech, Maroc

(reçu le 14 Septembre 2008 – Accepté le 30 Septembre 2008)

Résumé - La cinétique de séchage conductif de la menthe a été étudiée pour trois températures. L'augmentation de la température a réduit de manière significative le temps de séchage. La cinétique de séchage de ce produit a été analysée pour déterminer le coefficient de diffusion lors de la période de séchage à vitesse décroissante. Le coefficient de diffusion varie de $2,15 \times 10^{-8}$ à $1,031 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ avec l'augmentation de la température. La relation d'Arrhenius avec une valeur d'énergie d'activation de 84,796 kJ/mol a exprimé l'effet de la température sur le coefficient de diffusion. Le modèle de Midilli-Kucuk décrit d'une manière satisfaisante la cinétique de séchage en régime continu des feuilles de menthe.

Abstract - Conductive drying kinetics of mint was conducted for three temperatures. The increase of temperature reduced the drying time. The drying kinetics of mint leaves was analysed so as to determine the diffusion coefficient during the constant drying rate period. The diffusion coefficient varied between 2.15×10^{-8} and $1.031 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ with the increasing in temperature. The Arrhenius relation, with an activation energy value of 84.796 kJ/mol, expressed the effect of temperature on the diffusion coefficient. The Midilli-Kucuk model was found to satisfactorily describe the conductive drying kinetics of mint leaves.

Keywords: Mint - Activation energy - Diffusion coefficient - Drying kinetics - Modelling.

1. INTRODUCTION

Les menthes sont généralement vigoureuses et tolèrent un éventail de conditions, mais prospèrent là où il y a abondance de l'eau. Elles peuvent être fortement envahissantes, ainsi l'attention devrait être prise dans la culture où elle peut succéder un jardin entier. Les menthes les plus communes et les plus populaires pour la culture sont *la menthe verte, pouliot, ronde*. Les feuilles vertes ont une saveur fraîche, aromatique, douce et plaisante avec un après goût frais. Les huiles essentielles de menthe sont utilisées pour assaisonner la nourriture, la sucrerie, les thés, les rafraîchissants de souffle, l'antiseptique, les rains de bouche et le toothpast. Les feuilles en bon état sont utilisées dans les thés, boissons, gelées, sirops, et crème glacé.

Les huiles essentielles et le menthol de menthe sont intensivement employés comme assaisonnement en boissons, chewing-gum et desserts; voire le chocolat en bon état de sucrerie et de menthe. Les substances qui donnent aux menthes leurs arômes et saveurs caractéristiques sont le menthol et le pulegone.

La famille lamiacée inclut beaucoup d'autres herbes aromatiques, y compris la plupart des herbes à cuire plus communes, comme le basilic, le romarin, la sauge, l'origan et la cataire. Les feuilles en bon état sont souvent employées dans les foyers pour repousser des moustiques. De l'huile en bon état également est employée comme insecticide dans l'environnement pour sa capacité de tuer certains parasites communs comme les guêpes, les frelons, les fourmis et les cancrelats.

La menthe a été à l'origine employée comme herbe médicinale pour traiter le mal d'estomac et les douleurs de coffre. Pendant les âges moyens, des feuilles en bon état en poudre ont été utilisées pour blanchir des dents. Le thé en bon état est un diurétique fort. La menthe facilite également la digestion.

Le menthol de l'huile essentielle en bon état (40 – 90 %) est un ingrédient de plusieurs produits de beauté et de quelques parfums. Les huiles essentielles de la menthe sont également beaucoup employées dans la médecine comme composant de beaucoup de drogues, et sont très populaire dans l'aromathérapie.

Afin de préserver ce produit saisonnier et le rendre disponible aux consommateurs pendant toute l'année, il subit des traitements technologiques spécifiques, tels que le séchage [1, 2]. En effet, le séchage l'une des méthodes les plus anciennes de conservation des aliments, représente un aspect très important dans la transformation des produits alimentaires [3]. Ce travail vise à:

- Etudier la cinétique de séchage par conduction de la menthe pour différentes conditions de l'air asséchant en régime continu;
- Déterminer la courbe de séchage caractéristique (CCC);
- Evaluer le coefficient de diffusion et l'énergie d'activation du produit.

2. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

2.1 Préparation des échantillons

Pour mesurer en régime continu la perte en eau d'un échantillon de produit, ainsi que sa teneur en eau à l'équilibre, on emploie le système de séchage présenté dans la figure 1. Il s'agit d'une étuve de laboratoire à température variable, qui est utilisée comme une chambre d'humidité constante, dans laquelle un échantillon de feuilles de menthe de masse 0,2 à 0,3 g est mis dans un verre de montre suspendu par un fil en acier. Ce dernier est relié à une balance de précision 0,0001 g qui est placée au-dessus de l'étuve et connectée à un micro-ordinateur.

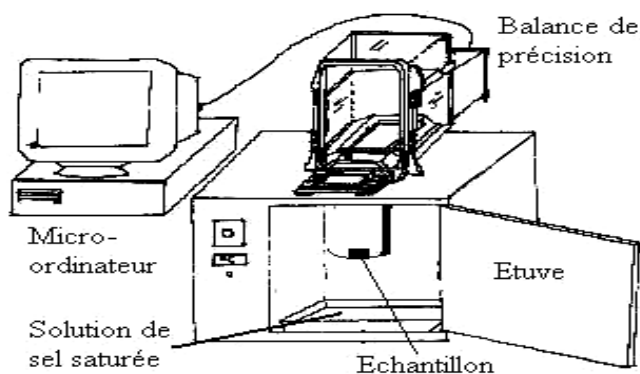


Fig. 1: Système expérimental de séchage par étuvage

Pour réaliser une humidité relative constante, on se sert des solutions salines saturées. Dans cette étude, on a utilisé les solutions de $MgCl_2$, K_2CO_3 , $BaCl_2$ préparées auparavant ($T = 30, 40$ et 50 °C). Le protocole expérimental consiste à peser en continu l'échantillon ayant séjourné dans l'étuve pendant 1 à 3 jours pour chaque température.

L'expérience est effectuée pour vérifier les points expérimentaux de la cinétique de séchage pour les différentes températures et humidités du milieu.

2.2 Modélisation mathématique de la teneur en eau réduite

Trois modèles de séchage ont été utilisés pour décrire la variation de la teneur en eau réduite MR en fonction du temps [4, 5]. La teneur en eau réduite MR est calculée comme suit:

$$MR = \frac{M - M_e}{M_0 - M_e} \quad (1)$$

La teneur en eau d'équilibre M_e est déterminée à partir de l'isotherme de désorption des feuilles de menthe [6].

Tableau 1: Modèles de séchage testés

Nom du modèle	Expression du modèle
Midilli-Kucuk	$a \times \exp(-k \times t^n) + b \times t$
Newton	$MR = \exp(-k \times t)$
Logarithmique	$MR = a \times \exp(-k \times t) + c$

Les critères d'évaluation de la qualité de lissage sont: le coefficient de corrélation r et le paramètre statistique χ^2 qui est donné par:

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (MR_{\text{exp}, i} - MR_{\text{pre}, i})^2}{N - n} \quad (2)$$

3. RESULTATS ET DISCUSSION

Comme dans tout procédé de séchage d'un produit, l'étape importante consiste à évaluer son caractère hygroscopique, caractère qui indique l'affinité que peut avoir le produit avec son milieu environnant et, par conséquent, à déterminer sa courbe de sorption. La connaissance de cette courbe permet d'identifier les types d'eau présents dans le matériau. Ceci permet alors de connaître le domaine de stabilité du produit après séchage, dans un but de conservation. En utilisant la méthode dynamique, les isothermes de sorption des feuilles de menthe pouliot ont été déterminées pour trois températures [7].

Le transfert d'humidité entre l'air et les feuilles de menthe est représenté par des courbes décrivant l'évolution de la teneur en eau du produit rapportée à la matière sèche, en fonction du temps pour les températures 30, 40 et 50 °C (Fig. 2) et pour les humidités 31 et 90 % (Fig. 3). On remarque que la température a une forte influence sur la cinétique de séchage en régime continu et l'humidité aussi. La représentation de la vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau réduite et du temps montre que la température influe sur la cinétique (Fig. 4-7).

3.1 Modélisation des courbes de séchage

Les valeurs de rapport d'humidité ont été adaptées en fonction du temps de séchage pour les trois modèles. Des coefficients de séchage de modèles ont été déterminés (Tableau 2) pour différentes températures ont été comparés selon leur coefficient, une corrélation (r^2) relativement grande et un chi carré (χ^2) plus faible, 0,9999 et 0,0000032 respectivement.

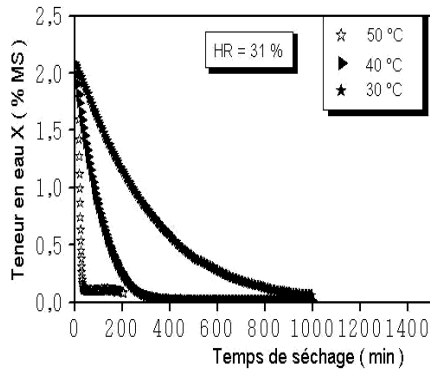


Fig. 2: Teneur en eau en fonction du temps de séchage pour différentes températures

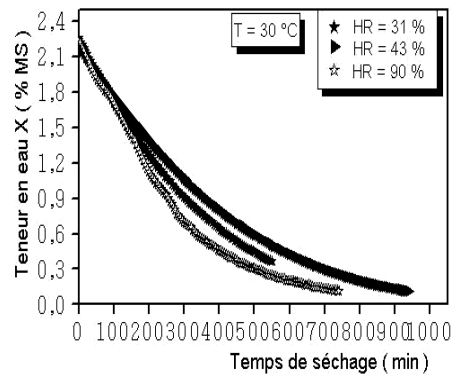


Fig. 3: Teneur en eau en fonction du temps de séchage pour différentes humidités

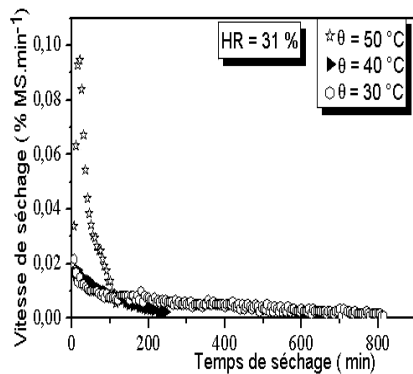


Fig. 4: Vitesse de séchage en fonction du temps pour une humidité constante

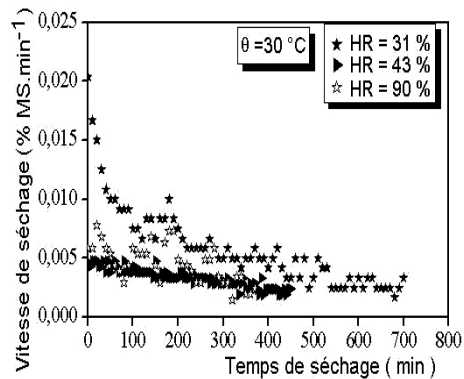


Fig. 5: Vitesse de séchage en fonction du temps pour différentes humidités

Le modèle, qui a la plus grande valeur de r^2 et un chi carré (χ^2) plus faible, a été choisi pour décrire au mieux les courbes de séchage. Le modèle Midilli-Kucuk a montré le meilleur accord avec les données expérimentales et a donné les meilleurs résultats pour le séchage des feuilles.

Pour tenir compte de l'effet de la température de l'air de séchage sur les coefficients de séchage de l'équation Midilli-Kucuk, -Eq. (3)-, les valeurs de a , k , n et b ont été corrélés pour les feuilles de menthe par les équations suivantes -Eqs. (4-6)-, qui ont eu comme conséquence la meilleure corrélation (r^2) parmi plusieurs expressions étudiées.

$$a \times \exp(-k \times t^n) + b \times t \quad (3)$$

$$a = -5.0269 + 0.3511 T - 0.005 T^2 \quad (4)$$

$$k = 0.0329 - 0.002 T - 3.31 \times 10^{-5} T^2 \quad (5)$$

$$n = 0.3886 + 0.0229 T - 1.47 \times 10^{-4} T^2 \quad (6)$$

$$b = 0.0053 - 3 \times 10^{-4} T + 4 \times 10^{-6} T^2 \quad (7)$$

Tableau 2: Moyennes des coefficients des modèles décrivant la loi de séchage de la menthe

Modèle	T	Coefficients	r^2	χ^2
Newton	30 °C	$k = 0.0029$	0.9978	0.0004498
	40 °C	$k = 0.011$	0.994	0.0011163
	50 °C	$k = 0.0247$	0.9949	0.0023947
Logarithme	30 °C	$a = 1.0968 ; k = 0.0023 ;$ $c = -0.1097$	0.9997	4.125 E - 05
	40 °C	$a = 1.168 ; k = 0.008 ;$ $c = -0.1651$	0.9999	0.0000045
	50 °C	$a = 1.1527 ; k = 0.0189 ;$ $c = -0.1452$	0.9993	0.0005518
Midilli-Kucuk	30 °C	$a = 9959 ; k = 0.0034 ;$ $n = 0.9445 ; b = -0.0001$	0.9997	4,696 E - 05
	40 °C	$a = 9995 ; k = 0.0068 ;$ $n = 1.071 ; b = -0.0003$	0.9999	0.000032
	50 °C	$a = 0.0011 ; k = 0.01682 ;$ $n = 1.1681 ; b = 0.0003$	0.9997	0.0000175

Le rapport entre les coefficients du modèle logarithmique et la température de séchage d'air était très significatif, avec un r^2 de 1 et S_r de 0.

Ces résultats sont présentés dans la figure 8 qui compare les données expérimentales et celles calculées par le modèle de Midilli-Kucuk pour différentes températures de

l'air. En conséquence, on peut conclure que le modèle Midilli-Kucuk décrit très bien la cinétique de séchage conductif des feuilles de menthe en régime continu.

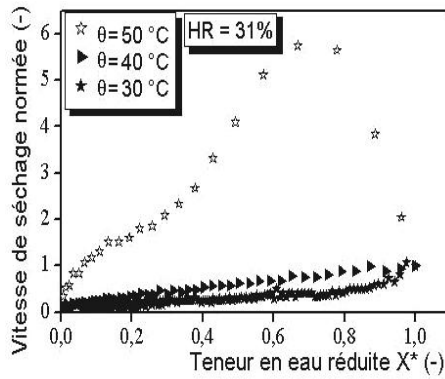


Fig. 6: Vitesse de séchage normée en fonction de la teneur en eau réduite pour une humidité constante

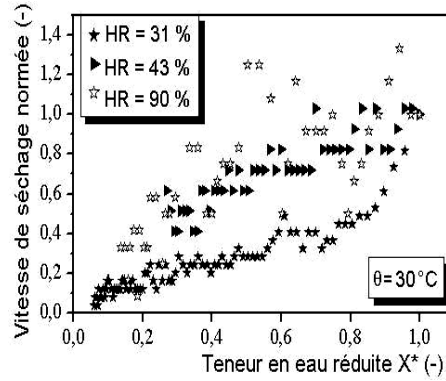


Fig. 7: Vitesse de séchage normée en fonction de la teneur en eau réduite pour différentes humidités

3.2 Courbe caractéristique de séchage

Les teneurs en eau pour les différentes conditions de séchage sont transformées en teneurs en eau réduites X^* et les vitesses de séchage en vitesses de séchage normées f (Fig. 9). Cette figure montre qu'il y a un bon regroupement des courbes de séchage en dépit des variations des propriétés de l'air. Le faible regroupement des cinétiques de séchage au niveau de la zone des fortes teneurs en eau pourrait s'expliquer par le fait que les vitesses de séchage se confondent à ce niveau là et que les vitesses initiales de séchage ne sont pas les mêmes pour tous les essais [10].

Le lissage de la courbe caractéristique de séchage de la menthe a permis de déterminer l'équation de la vitesse de séchage sous forme d'un polynôme de degré 3:

$$f = 0,4597 X^* + 1,6621 X^{*2} - 1,2675 X^{*3} \quad (8)$$

3.3 Coefficient de diffusion

Les résultats expérimentaux peuvent être traités par l'équation de la diffusion de Fick. La solution analytique de la deuxième loi de Fick, dans la géométrie de galette en assumant la distribution initiale uniforme d'humidité, avec la simplification du mouvement d'humidité par diffusion, rétrécissement négligeable, coefficients de diffusion constants et température peut être exprimée par:

$$MR = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \times \exp\left(\frac{-(2n+1)^2 \cdot \pi^2 \cdot D_{eff} \cdot t}{4 \cdot L^2}\right) \quad (9)$$

Où D_{eff} est le coefficient de diffusion (m^2/s), L est la demi d'épaisseur de la galette (m) et $n = 1, 2, 3, \dots$ est le nombre de limites prises en compte.

Pour les longues périodes de séchage ($MR < 0.6$), l'équation (9) peut être simplifiée au premier terme par une série. Ainsi, la prise du logarithme népérien dans les deux membres de l'équation (9) donne la relation suivante:

$$\ln(\text{MR}) = \ln\left(\frac{8}{\pi^2}\right) - \left(\frac{\pi^2 D_{\text{eff}} t}{4L^2}\right) \quad (10)$$

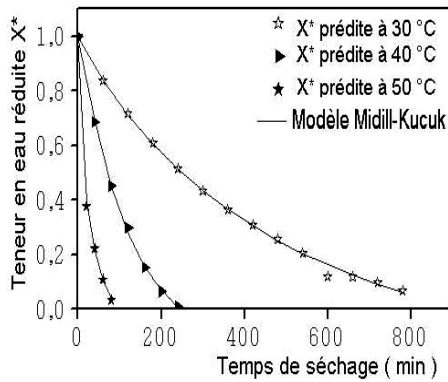


Fig. 8: Influence de la température de l'air asséchant sur la teneur en eau réduite prédite par le modèle de Midilli-Kucuk

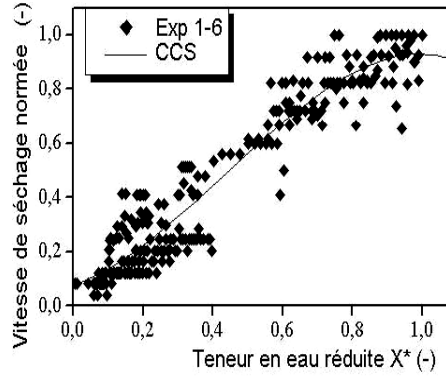


Fig. 9: Courbe caractéristique de séchage de la menthe

Le coefficient de diffusion pour chaque température de séchage a été calculé en substituant les données expérimentales dans l'équation précédente. Le coefficient de diffusion est déterminé en traçant les données expérimentales de séchage en termes de $\ln(\text{MR})$ en fonction du temps de séchage. Le tracé de l'équation (10) donne une ligne droite avec une pente:

$$k = \frac{\pi^2 D_{\text{eff}}}{4 L^2} \quad (11)$$

Cette pente fournit la mesure du coefficient de diffusion. La figure 11 montre la portion de droite représentant $\ln(\text{MR})$ en fonction du temps de séchage pour la gamme étudiée des températures. Les valeurs de D_{eff} pour les différentes températures sont consignées dans le **Tableau 3**.

Le coefficient de diffusion des feuilles secs de menthe aux températures 30, 40 et 50 °C varie dans la gamme de $2,15 \times 10^{-8}$ à $1,71 \times 10^{-7}$ m²/s et pour une température constante, et il reste constant quelque soit l'humidité (**Tableau 4**). Les valeurs D_{eff} augmentent avec la température (**Tableau 3**).

Ces valeurs sont comparables à quelques autres rapportées dans la littérature: Séchage des haricots verts $2.641 - 5.711 \times 10^{-9}$ m²/s dans la gamme de température ambiante comprise entre 50 - 70 °C [1], Séchage du gombo $4.27 \times 10^{-10} - 1.30 \times 10^{-9}$ m²/s dans la gamme de température ambiante comprise entre 50 - 70 °C [9].

Tableau 3: Influence de la température sur le coefficient de diffusion

T (°C)	30	40	50
D_{eff} (m ² /s)	$2,15 \times 10^{-8}$	$7,85 \times 10^{-8}$	$1,71 \times 10^{-7}$

Tableau 4: Influence de l'humidité sur le coefficient de diffusion

HR (%)	31	43	90
D_{eff} (m ² /s)	$2,15 \times 10^{-8}$	$2,06 \times 10^{-8}$	$2,61 \times 10^{-8}$

3.4 Energie d'activation

Le coefficient de diffusion peut être reliée avec la température par l'expression d'Arrhenius [4] comme suit:

$$D_{\text{eff}} = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{R(T + 273.13)}\right) \quad (12)$$

Où D_0 est la constante dans l'équation d'Arrhenius (m²/s), E_a est l'énergie d'activation (kJ/mol), T est la température de séchage (°C) et R est la constante des gaz parfaits (kJ/mol. K). L'équation (12) peut être réarrangé sous la forme:

$$\ln(D_{\text{eff}}) = \ln(D_0) - \frac{E_a}{R(T + 273,15)} \quad (13)$$

Les valeurs de D_{eff} {Eq. (13)} calculées pour les différentes expériences sont tracées sur la figure 10, qui est une droite dans la gamme des températures étudiées, indiquant la dépendance d'Arrhenius.

De la pente de cette droite décrite par l'équation d'Arrhenius, on déduit l'énergie d'activation $E_a = 84,796$ kJ/mol. des feuilles menthe. La comparaison avec des valeurs déjà publiées pour différents produits est présentée sur le **Tableau 5**.

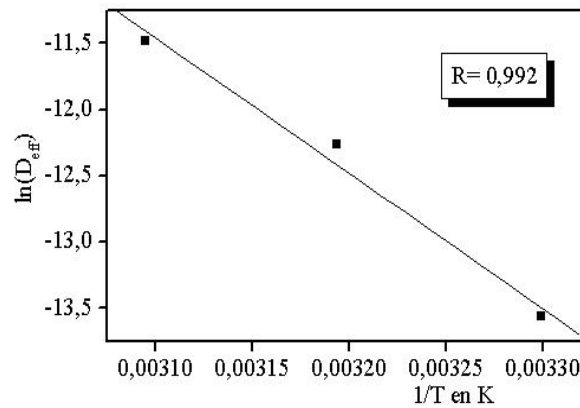


Fig. 10: Influence de la température de l'air sur le coefficient de diffusion de la menthe

Tableau 5: Comparaison de la valeur de l'énergie d'activation avec ceux de la littérature

Produit	Energie d'activation E_a (kJ/mol)	Références
Menthe	84,796	Présent travail
Menthe ronde	62,96	Doymaz [1]
Menthe verte	82,93	Park <i>et al.</i> [2]
Carottes	28,36	Doymaz [9]
Poivre rouge	42,8	Kaymak-Ertekin [10]
Pois vert	24,70	Simal <i>et al.</i> [11]
Thé noir	406,02	Panchariya <i>et al.</i> [12]

4. CONCLUSION

Les expériences de séchage en régime continu sont effectuées à différentes températures (30, 40 et 50°C) et à différentes humidités (31, 43 et 90 %). D'après les résultats obtenus, on peut noter que les courbes de séchage affichent une seule phase à allure décroissante (phase II).

Aussi, le principal facteur qui influe les cinétiques de séchage des feuilles de menthe est la température de l'air asséchant. Nous avons remarqué l'influence de l'humidité sur la cinétique de séchage conductif en régime continu.

En effet, plus l'humidité est élevée, plus le temps de séchage est grand. La vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau réduite et du temps montre également que lorsque la température est élevée, le temps de séchage diminue considérablement.

Les valeurs du coefficient de diffusion calculées pour les températures 30, 40 et 50°C varient de $2,15 \times 10^{-8}$ à $1,031 \times 10^{-7}$ m²/s et elles augmentent au fur et à mesure que la température de l'air augmente. L'énergie d'activation a été calculée en utilisant l'équation d'Arrhenius, et elle s'élève à 84,796 kJ/mol. Le modèle empirique de Midilli-Kucuk a montré un bon ajustement pour toutes les courbes de séchage.

REFERENCES

- [1] I. Doymaz, 'Thin-Layer Drying Behaviour of Mint Leaves (*Mentha Spicata L.*)', Journal of Food Engineering, Vol. 74, pp. 370 – 375, 2006.
- [2] K.J. Park, Z. Vohnikova and F.P.R. Brod, 'Evaluation of Drying Parameters and Desorption Isotherms of Garden Mint Leaves (*Mentha Crispa. L.*)'. Journal of Food Engineering, Vol. 51, pp. 193 – 199, 2002.
- [3] M. Kouhila, N. Kechaou, M. Otmani, M. Fliyou and S. Lahsani, 'Experimental Study of Sorption Isotherms and Drying Kinetics of Moroccan *Eucalyptus Globulus*', Drying Technology, Vol. 20, N°10, pp. 2027 - 2039, 2002.
- [4] A. Lopez, A. Iguaz, A. Esnoz and P. Virseda, 'Thin Layer Drying Behaviour of Vegetable Wastes From Wholesale Market', Drying Technology, Vol. 18, pp.995 - 1006, 2000.
- [5] S. Lahsani, M. Kouhila, M. Mahrouz and N. Kechaou, 'Experimental Study and Modelling of Adsorption and Desorption Isotherms of Prickly Pear Peel (*Opuntia Ficus Indica*)', Journal of Food Engineering, Vol. 55, N°3, pp. 201 – 207, 2002.

- [6] C.S. Ettmane Kane, M. Kouhila, A. Lamharrar, A. Idlimam and A. Mimet, '*Moisture Sorption Isotherms and Thermodynamic Properties of two Mints: Mentha pulegium and Mentha rotundifolia*', Revue des Energies Renouvelables, Vol. 11, N°2, pp. 181-195, 2008.
- [7] C.S. Ettmane Kane, '*Etude Théorique et Expérimentale de Deux Procédés de Séchage par Convection et par Conduction de Quatre Plantes Médicinales et Aromatiques d'Intérêt Pharmaceutique*', Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences de Tétouan.
- [8] I. Doymaz, '*Convective Air Drying Characteristics of Thin Layer Carrots*', Journal of Food Engineering, Vol. 61, N°3, pp. 359 - 364, 2004.
- [9] F. Kaymak-Ertekin, '*Drying and Rehydrating Kinetics of Green and Red Peppers*', Journal of Food Science, Vol. 67, N°1, pp. 168 - 175, 2002.
- [10] S. Simal, A. Mulet, J. Tarrazo and C. Rosello, '*Drying Models for Green Peas*', Food Chemistry, Vol. 55, N°2, pp. 121 - 128, 1996.
- [11] P.C. Panchariya, D. Popovic and A.L. Sharma, '*Thin-Layer Modelling of Black Tea Drying Process*', Journal of Food Engineering, Vol. 52, N°4, pp. 349-357, 2002.