

Effet de la température sur les isothermes et la chaleur isostérique de sorption des feuilles de menthe (*Mentha viridis*)

Boumediene TOUATI^{1,2,3*}, Bernard LIPS², Boumediene BENYOUCEF³, Joseph VIRGONE², Abdelkrim JAMALI⁴ & Mohammed KOUHILA⁴

¹Centre Universitaire de Bechar, (CUB), BP 417, Bechar, Algérie

²Centre de Thermique de Lyon, (CETHIL, UMR 5008), INSA de Lyon, Université Lyon 1, France

³Unité de Recherche des Matériaux et Energies Renouvelables, (URMER), Tlemcen, Algérie

⁴Laboratoire d'Energie Solaire et des Plantes Aromatiques et Médicinales Ecole Normale Supérieure, B.P 2400, Marrakech, Maroc

*(auteur correspondant : btouatidz@yahoo.fr)

Résumé

Dans ce travail nous avons étudié l'effet la température (30, 40 et 50°C) sur les isothermes de sorption des feuilles de la menthe verte (*Mentha viridis*). Le procédé utilisé est la méthode gravimétrique statique avec une activité de l'eau qui varie de 5 à 90%. L'équilibre hygroscopique a été achevé après 16 jours pour la désorption et 12 jours pour l'adsorption. Un phénomène d'hystérésis est bien illustré. Les courbes expérimentales de sorption sont lissées par cinq modèles (Henderson modifié, Chung-Pfost modifié, Oswin modifié, GAB et BET modifié). Seuls les deux modèles de GAB et de BET modifié décrivent convenablement les courbes de sorption de la plante. La chaleur isostérique de sorption de l'eau est déterminée à partir des données d'équilibres pour différentes températures.

Nomenclature

A, B, et C	coefficients des modèles	Q_{st}	chaleur isostérique de sorption (kJ/mol/K)
ads	adsorption	K	Constante de l'équation (12)
A_w	activité de l'eau	M	Teneur en eau d'équilibre (% b.s.)
B0, C0	coefficients de GAB	$X_{eqi;exp}$	la $i^{ème}$ teneur en eau expérimentale d'équilibre (% b.s.)
b.s.	base sèche	$X_{eqi;pre}$	la $i^{ème}$ teneur en eau expérimentale prédite (% b.s.)
des	désorption	N	nombre des points expérimentaux
d_f	degré de liberté de la régression du modèle	r	coefficient de corrélation
EMR	erreur moyenne relative (%)	R	constante des gaz parfait (8.314 J/mol K)
EST	erreur standard de la teneur en eau	T	température absolue (K)
Hr	humidité relative d'équilibre	θ	température (°C)
h1	chaleur de condensation de la vapeur d'eau pure (kJ/mol)		
h2	chaleur intégrale de sorption des couches d'eau supplémentaire (kJ/mol)		

1. Introduction

Dés sa découverte, la menthe est utilisée comme une plante médicinale et aromatique. Ses feuilles sont utilisées en parfumerie, en infusion avec le thé et comme épice. En outre, son huile essentielle est utilisée pour traiter plusieurs maladies. Afin de conserver cette plante saisonnière et la rendre disponible toute l'année, un procédé de conservation tel que le séchage solaire convectif s'avère nécessaire. La menthe est originaire d'Europe. Il existe plusieurs espèces.

L'objectif de ce travail est de déterminer expérimentalement les isothermes de sorption de la menthe verte (*M. Viridis*) [1], [2] et [3] pour différentes températures, de décrire ces

courbes par un modèle adéquat et de calculer la chaleur isostérique de sorption en utilisant l'équation de Clausius-Clapeyron.

2. Matériel et mode opératoire

Le dispositif expérimental utilisé dans ce travail (figure 1) se compose d'une étuve remplie de six bocaux d'un litre chacun, contenant un quart de solution saline différente (KOH, MgCl₂, K₂CO₃, NaNO₃, KCl et BaCl₂) (Spiess & Wolf, 1983). Chaque bocal comporte un porte-échantillon sur lequel est placé un flacon contenant une masse fraîche de 0,7 g (± 0,0001 g) de feuilles de menthe pour la désorption et une masse sèche de 0,04 g (± 0,0001 g) de la plante après étuvage à 105°C pendant 24h pour l'adsorption. Les échantillons sont maintenus à température et humidité constantes et pesés tous les deux jours à l'aide d'une balance électronique de précision, jusqu'à ce que la variation de masse entre deux mesures successives soit inférieure à 1%. L'équilibre thermodynamique est alors considéré comme atteint. L'équilibre hygroscopique a été atteint après 16 jours pour la désorption et 12 jours pour l'adsorption des feuilles de la menthe verte (*Mentha viridis*). Dès que les masses humides (M_h) d'équilibre sont déterminées, les échantillons sont introduits dans une étuve à 105°C pendant 24h afin de déterminer leurs masses sèches (M_s).

La teneur en eau d'équilibre X_{eq} est donnée par :

$$X_{eq} = \frac{M_h - M_s}{M_s} \quad (1)$$



Figure 1 : Etuve pour la détermination des isothermes de sorption



Figure 2 : Unité de dispositif expérimental

2.1 Modélisation des isothermes de sorption

Plus de 70 modèles pour le lissage des isothermes de sorption sont utilisés dans la littérature [4], nous avons sélectionné cinq modèles empiriques et semi empiriques (tableau 1) pour le lissage des données expérimentales.

Auteurs	Equation du modèle	Références
Henderson modifié	$1 - A_w = \exp[-A(\theta - B)X_{eq}^C]$	T. L. Tompson & al. (2)
Chung-Pfost modifié	$A_w = \exp\left[\frac{-A}{\theta + B} \cdot \exp(-C \cdot X_{eq})\right]$	H. B. Pfost & al. (3)
Oswin modifié	$X_{eq} = (A + B \cdot \theta) \left[\frac{Hr}{1 - Hr} \right]^C$	C. R. Oswin (4)
GAB	$X_{eq} = \frac{A \cdot B \cdot C \cdot Hr}{(1 - B \cdot Hr)(1 - B \cdot Hr + B \cdot C \cdot Hr)}$	C. Van den Berg (5)
BET modifié	$X_{eq} = \frac{(A + B \cdot \theta) \cdot C \cdot Hr}{(1 - Hr)(1 - Hr + C \cdot Hr)}$	H. Iglisias & al. (6)

Tableau 1 : Modèles de description des isothermes de sorption sélectionnés.

Les paramètres B et C dans le modèle semi empirique de GAB peuvent être corrélés avec la température en utilisant les équations d'Arrhenius [7] :

$$B = B_0 \exp\left(\frac{h_1}{RT}\right) \quad (7)$$

$$C = C_0 \exp\left(\frac{h_2}{RT}\right) \quad (8)$$

La qualité du modèle est déterminée par les valeurs :

- du coefficient de corrélation (r) donné par le logiciel Curve Expert 3.2
- de l'erreur moyenne relative (EMR) donnée par la relation :

$$EMR = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{X_{eqi,exp} - X_{eqi,pre}}{X_{eqi,exp}} \right| \quad (9)$$

- de l'erreur standard de la teneur en eau de la plante (EST) exprimée par :

$$EST = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_{eqi,exp} - X_{eqi,pre})^2}{d_f}} \quad (10)$$

2.2 Détermination de la chaleur isostérique de sorption

La chaleur isostérique de sorption (Q_{st}) peut être exprimée par l'équation de Clausius Clapeyron [5], [6] et [7] comme suite :

$$Q_{st} = -R \left[\frac{\partial(\ln A_w)}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)} \right] \quad (11)$$

L'intégration de l'équation (11), supposant que la chaleur isostérique de sorption est indépendante de la température, donne l'équation suivante :

$$\ln(A_w) = -\left(\frac{Q_{st}}{R}\right) \frac{1}{T} + K \quad (12)$$

La méthode d'optimisation non linéaire de Marquardt-Levenberg [6], [7] utilisant le programme de calcul des deux logiciels Curve Expert 3.2, et Origin 6.1 sont utilisées pour chercher la meilleure équation de la chaleur isostérique de sorption de la menthe verte (*Mentha viridis*).

3. Résultats et discussion

Les résultats des mesures de la teneur en eau d'équilibre (X_{eq}) d'adsorption et de désorption dans (tableaux 1 et 2) confirment que pour une activité donnée de l'eau, la teneur en eau d'équilibre (X_{eq}) diminue lorsque la température augmente.

La même méthode de Marquardt-Levenberg est utilisée pour calculer les coefficients ainsi que les paramètres statiques des cinq modèles choisis pour décrire les courbes de sorption de la menthe verte (tableaux 4 et 5).

Le modèle de GAB utilise cinq paramètres et tenant compte de l'effet de la température. Il décrit le mieux les isothermes de sorption des feuilles du *Mentha viridis* pour les fortes activités de l'eau (0,05-0,9).

Par contre le modèle de BET a été défini pour le domaine des faibles activités de l'eau (A_w inférieur à 0,5).

30°C		40°C		50°C	
A _w	X _{éq} (kg/kg ms)	A _w	X _{éq} (kg/kg ms)	A _w	X _{éq} (kg/kg ms)
0	0	0	0	0	0
0.0738	5.1546	0.0626	4.6899	0.0572	4.5588
0.3238	6.9118	0.3159	5.9002	0.3054	5.2023
0.4317	9.7598	0.423	8.1942	0.4091	7.4627
0.7275	14.2647	0.71	13.1818	0.6904	12.6471
0.8362	21.9219	0.8232	21.0606	0.812	19.7605

Tableau 2 : La teneur en eau d'équilibre d'adsorption de la menthe verte (*Mentha viridis*)

30°C		40°C		50°C	
A _w	X _{éq} (kg/kg ms)	A _w	X _{éq} (kg/kg ms)	A _w	X _{éq} (kg/kg ms)
0	0	0	0	0	0
0.0738	8.9835	0.0626	8.6420	0.0572	8.2716
0.3238	14.0143	0.3159	11.9605	0.3054	9.9010
0.4317	16.0494	0.423	13.3838	0.4091	10.7366
0.7275	22.439	0.71	20.2970	0.6904	18.2390
0.8362	28.7805	0.8232	26.6419	0.812	24.1026
0.898	38.7654	0.891	35.5696	0.8823	33.0769

Tableau 3 : La teneur en eau d'équilibre de désorption de la menthe verte (*Mentha viridis*)

	Henderson Modifié	chung-Pfost modifié	Oswin modifié	GAB	BET modifié
A	0.0006	119.1401	14.106	8,1176	6.0553
B	-25.4942	-9.2187	0.1102		0.1118
C	1.8633	0.1136	0.3426		99.97
B0				2,0499	
C0				6.549E+16	
h1				-2253.2835	
h2				-36928,959	
r	0.9641	0.9732	0.9882	0,9976	1
EMR %	12.5591	9.8735	7.1624	7.5412	1.6832
EST	3.7365	3.2309	2.1500	2.0754	0.2797

Tableau 4 : Estimation des coefficients et des paramètres statiques pour les cinq équations décrivant les isothermes de désorption du mentha viridis.

	Henderson Modifié	chung-Pfost modifié	Oswin modifié	GAB	BET modifié
A	0.0045	90.6572	10.5794	4.7716	0.0045
B	-21.9675	-4.0558	-0.0113		-21.9675
C	1.2478	1.34E-01	-0.47		1.2478
B0				1.1531	
C0				-6.07E-07	
h1				-565.6322	
h2				51900.5815	
r	0.9697	0.9582	0.9892	0,9964	1
EMR %	18.2910	21.0964	11.5571	4.8800	3.0637
EST	2.9623	3.4696	1.7764	1,0172	0.8227

Tableau 5 : Estimation des coefficients et des paramètres statiques pour les cinq équations décrivant les isothermes d'adsorption du mentha viridis.

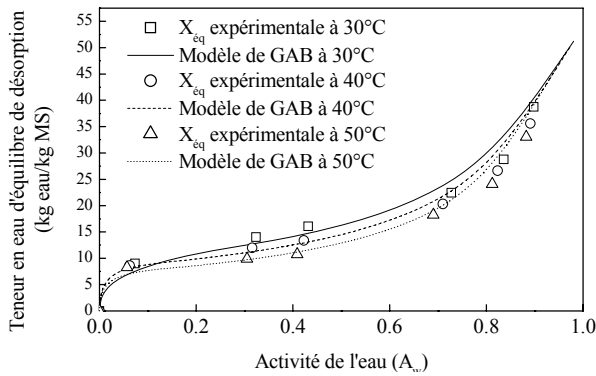


Figure 3 : Isotherme de désorption de la *Mentha viridis* décrite par l'équation de GAB

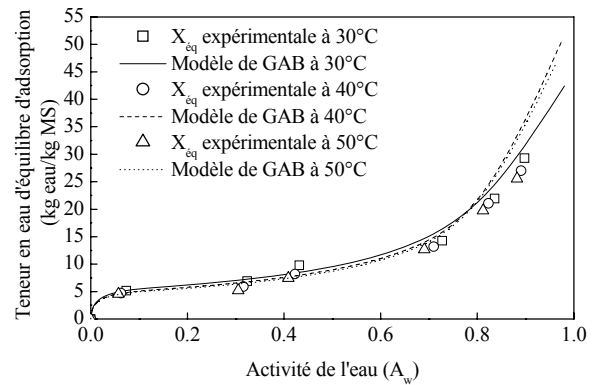


Figure 4 : Isotherme d'adsorption de la *Mentha viridis* décrite par l'équation de GAB

Les figures 3 et 4 donnent les valeurs expérimentales des teneurs en eau d'équilibre de sorption de la menthe verte pour trois températures de travail (30, 40 et 50°C) et pour une activité de l'eau varie de 5-90% ainsi que les courbes calculées par l'équation de GAB. Pour une activité donnée de l'eau, la teneur en eau d'équilibre diminue quand la température augmente. Ce résultat est en accord avec beaucoup de travaux de recherche sur d'autres plantes et produits [6], [7], [8] et [9].

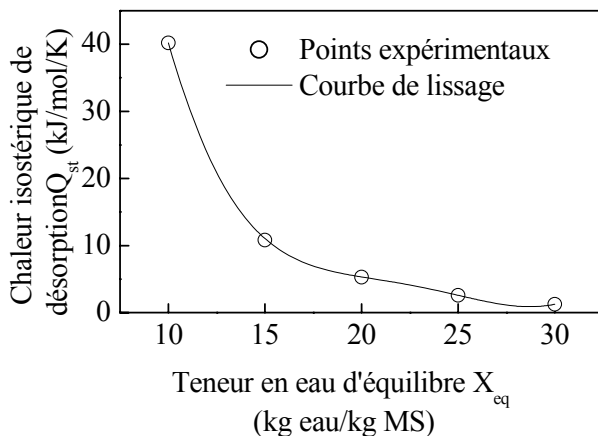


Figure 5 : Chaleur isostérique d'adsorption du *mentha viridis*.

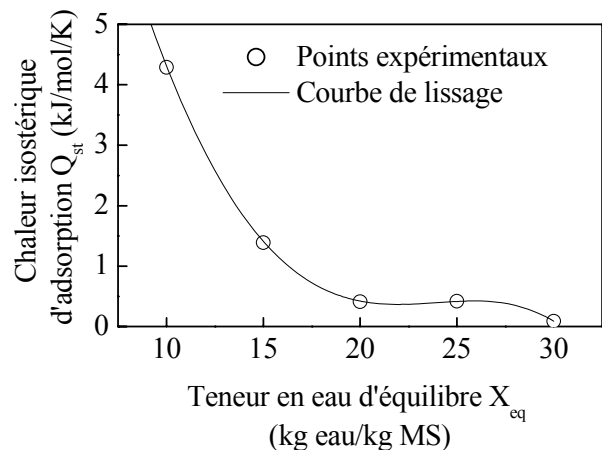


Figure 6 : Chaleur isostérique de désorption du *mentha viridis*.

La chaleur isostérique d'adsorption et de désorption pour différentes teneurs en eau est donnée sur les figures 5 et 6. La chaleur isostérique de sorption diminue lorsque la teneur en eau augmente [9]. La pente dévolution est forte pour les faibles teneurs en eau.

Tsami (1991) [10] explique que la valeur élevée de la chaleur de sorption à faible teneur en eau était dû à l'existence d'emplacements polaires fortement actifs sur la surface du produit. Les molécules d'eau forment une couche monomoléculaire.

On remarque que la chaleur isostérique de désorption est plus grande que celle d'adsorption. Ceci indique que l'énergie requise dans le processus de désorption est supérieure que celle nécessaire dans le processus d'adsorption comme indiqué par [6], [7].

La chaleur isostérique de sorption de l'eau de la *mentha viridis* peut être exprimée par une fonction polynomiale d'ordre trois de la teneur en humidité. Cette relation peut être employée pour calculer la chaleur de sorption de *Mentha viridis* pour différentes humidités [10].

$$Q_{st}(\text{désorption}) = 199.7955 - 25.1683X_{\text{éq}} + 1.0678X_{\text{éq}}^2 - 0.015X_{\text{éq}}^3 \quad (13)$$

$$(r = 0.9947)$$

$$Q_{st}(\text{adsorption}) = 20.6674 - 2.5647X_{\text{éq}} + 0.1077X_{\text{éq}}^2 - 0.0015X_{\text{éq}}^3 \quad (14)$$

$$(r = 0.9998)$$

4. Conclusion

Les isothermes de sorption de la *Mentha. viridis* ont été déterminées expérimentalement pour trois températures (30, 40 et 50°C). Ces courbes sont lissées par cinq modèles.

Nous remarquons que le modèle de GAB coïncide avec les points expérimentaux dans le domaine d'activités de l'eau allant de 5 à 90 %.

Ces résultats correspondent à une étape préliminaire pour l'étude des cinétiques convectives du séchage.

La chaleur isostérique de désorption et d'adsorption de la menthe verte diminue avec une augmentation de la teneur en eau d'équilibre (figure 4 et 5), elle est exprimée comme fonction polynomiale d'ordre trois de la teneur en humidité d'équilibre. Ce résultat est confirmé par plusieurs auteurs [6], [7], [8] et [9].

Références

- [1] I. Doymaz, Thin-layer drying behaviour of mint leaves, *Journal of Food Engineering*. 74 (2006)., 370-375.
- [2] K. J. Park, Z. Vohnikova & Fernando Pedro Ries Brod, Evaluation of drying parameters and desorption isotherms of garden mint leaves (*Mentha crispa L.*). *Journal of Food Engineering*. 51 (2002), 193-199.
- [3] M. Kouhila, A. Belghit & Michel Daguene, Détermination expérimentale et théorique des courbes de sorption et de la cinétique de séchage de la menthe verte. *Revue Française Entropie*, n° 233 (2001), 20-31.
- [4] C. T. Kiranoudis, Z. B. Maroulis, E. Tsami and D. Marinos-Kouris, Equilibrium moisture content and heat of desorption of some vegetables. *Journal of Food Engineering* 20 (1993), 55-74.
- [5] T. P. Labuza, A. Kaanane, & J. Y. Chen, Effect of temperature on the moisture sorption isotherm and water activity shift of two dehydrates food. *Journal of Food Sciences*, 50 (1985), 385-391.
- [6] A. Jamali, M. Kouhila, L. Ait Mohammed, A. Idlimam & A. Lamharrar, Moisture adsorption-desorption isotherms of *Citrus reticulata* leaves at three temperatures. *Journal of Food Engineering*. 77 (2006), 71-78.
- [7] Ait M. Leila, Lahsasni, S., Kouhila, M., Jamali, A., Idlimam, A., Rhazi, M., Aghfir, M., & Mahrouz, M. Equilibrium moisture content and heat of sorption of *Gelidium sesquipedale*. *Journal of Stored Products Research*, 41 (2005), 199-209.
- [8] Z. Irzyniec and J. Klimczak, Effect of temperature on sorption isotherms of Brussels sprout. *Nahrung/Food*. 47 (2003), N°1, 24-27.
- [9] M.D. Hossain, B.K. Bala, M.A. Hossain & M.R.A. Mondol, Sorption isotherms and heat of sorption of pineapple, *Journal of Food Engineering*, 48, 103-107.
- [10] Tsami, E. (1991). Net isosteric heat of sorption in dried fruits. *Journal of Food Engineering*, 14 (2001), 327-335.