

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Kasdi Merbah- Ouargla  
Faculté des Sciences appliquées  
Département de génie des procédés  
THESE



Pour l'obtention d'un diplôme de

DOCTORAT LMD 3<sup>ème</sup> cycle

Spécialité : Énergétiques et procédés

Présentée par :

Oumelkheir SOULIMANI

---

## AGGLOMÉRATION DES POUDRES CÉRÉALIÈRES EN LIT FLUIDISÉ APPLICATION À LA FABRICATION DE COUSCOUS

---

Soutenue publiquement le 02 /05 /2024

Devant le jury:

Mr. CHENNOUF Nasreddine	Professeur	Université Kasdi Merbah Ouargla
Mr. DOUNIT Salah	Professeur	Université Djillali Liabes, Sidi Bel Abbes
Mr. LADJEL Segni	Professeur	Université Kasdi Merbah Ouargla
Mr. ZERROUKI Djamel	Professeur	Université Kasdi Merbah Ouargla
Mme. KHANE Yasmina	Maîtres de conférence A	Université de Ghardaia
Mr. BENARIMA Zinelabidine	Maîtres de conférence A	Université Kasdi Merbah Ouargla

## المخلص

التكتل هو عملية اساسية مهمة في العديد من الصناعات مثل صناعة الأدوية، الصناعات الكيماوية و الغذائية. تتحكم عملية التكتل في الخصائص الهيكلية والخصائص النهائية الحبيبات المتكتلة. أحد استخدامات التكتل في صناعة الأغذية هو إنتاج الكسكس من سميد القمح الصلب.

يعتبر الكسكس أهم طبق تقليدي في المغرب العربي. تم إجراء تكتل للطحين من أصول مختلفة (القمح الصلب ، الذرة والشعير) في مجموعة متنوعة من المعدات مثل الخلاط ، الأسطوانة الدوارة ، و الطبقة المميعة. ومع ذلك ، فإن تكتل سميد القمح القاسي لصنع الكسكس في طبقة مميعة لم يتم من قبل.

لذلك فإن الهدف من هذا البحث هو دراسة جدوى هذه العملية وتقييم آثار عوامل التشغيل والعملية المختلفة على مردودية العملية و جودة المنتج النهائي. تم اختيار هذه التقنية لأن الطبقة المميعة تتمتع بميزة توليد حركة قوية للجسيمات و خلط مكثف مما يجعل من الممكن زيادة حجم الحبيبات بشكل موحد و متجانس في كامل الطبقة المميعة. يتم تحديد كفاءة هذه العملية من خلال محصول الكسكس المحدد على أنه نسبة كتلة الكسكس المنتج إلى المادة الخام المستخدمة. تم تحديد و تطبيق العديد من الاختبارات لتقييم جودة الكسكس المنتج. وتشمل اختبار الإنتفاخ واختبار التفتت.

أظهرت نتائج الدراسة التجريبية التي أجريت في نظام مغلق على منشأة صغيرة أنه من الممكن إنتاج الكسكس في طبقة مميعة مجهزة بنظام رش، كذلك أظهرت تأثير واضح للعوامل التالية : سرعة هواء التميع، سرعة تدفق السائل و درجة حرارة الطبقة المميعة، و كذلك خصائص سائل الرش على مردودية العملية (نسبة الكسكس) و على نوعية الكسكس (الشكل و قابلية التفتت). بعد التجارب لوحظ أن زيادة تدفق السائل المرشوش يؤدي إلى زيادة حجم الحبيبات المتكونة بينما تؤدي درجة حرارة الطبقة وتدفق الهواء المميع إلى تأثيرات معاكسة. بالإضافة إلى ذلك فإن استخدام الدقيق كمادة رابطة في سائل الرش يؤدي إلى زيادة مردودية العملية بحوالي 60 % .

الكلمات الرئيسية: الكسكس، التكتل ، الطبقة المميعة ، التحبيب.

## Résumé

L'agglomération est l'une des opérations unitaires les plus importantes pour un certain nombre d'industries pharmaceutique, chimique, alimentaire et génie civil. Le processus d'agglomération contrôle les caractéristiques structurelles et les propriétés finales des agglomérats. Une des branches de l'agglomération dans le domaine de l'industrie alimentaire est la fabrication de couscous en partant de la semoule de blé dur. Le couscous est considéré comme le plat traditionnel le plus important dans l'Afrique du Nord. L'agglomération de poudres de céréales de différentes origines (blé dur, maïs et orge) a été réalisée dans une variété d'équipements tels que les mélangeurs à taux de cisaillement élevé, les tambours rotatifs et des lits fluidisés. Cependant, l'agglomération de la semoule de blé dur pour fabriquer du couscous dans un lit fluidisé n'a jamais été faite.

L'objectif principal de cette recherche est donc d'étudier la faisabilité d'un tel procédé et d'évaluer les effets des différents paramètres opératoires et du process sur le rendement et la qualité du produit final. Le choix de cette technique parmi tant d'autres est motivé par le fait que le lit fluidisé présente l'avantage de générer un fort mouvement de particules et un mélange intense permettant d'augmenter la taille des granulés de façon uniforme dans toute la masse de la matière première utilisée. L'efficacité de ce procédé est déterminée par le rendement en couscous défini comme le rapport massique du couscous produit à la matière première utilisée. Plusieurs tests ont été définis et appliqués afin d'évaluer la qualité du couscous fabriqué. Il s'agit notamment du test de gonflement et du test de friabilité.

Les résultats de l'étude expérimentale réalisés en système fermé sur une petite installation ont montré que le couscous peut être produit à partir de semoule par agglomération humide en lit fluidisé avec un effet spécifique marquant du débit d'air de fluidification, du débit du liquide liant pulvérisé, de la température du lit et des propriétés du liquide de pulvérisation sur la qualité du couscous (taille, fragilité et morphologie) ainsi que sur le rendement de l'opération. En effet, on a remarqué que l'accroissement du débit de liquide liant pulvérisé engendre un accroissement de la taille des granulés formés alors que la température du lit et le débit d'air de fluidisation entraînent des effets inverses. Par ailleurs, l'emploi de la farine comme liant dans le liquide de pulvérisation entraîne une augmentation de rendement de l'ordre de 60 %.

*Mots clés* : Couscous, agglomération, lit fluidisé, semoule de blé, granulation.

## **Abstract.**

Agglomeration is an important unit operation in many industrial fields such as pharmacy, chemistry, food and civil engineering. The agglomeration process influences directly the structural characteristics as well as the final properties of the agglomerates. One of the agglomeration applications in the food industry is the manufacture of couscous from durum wheat semolina. Couscous is considered as one of the most important traditional dishes in North Africa. Agglomeration of cereal powders of different origins (durum wheat, corn and barley) has been carried out in a variety of equipment such as high shear mixers, rotary drums and fluidized beds. However, the agglomeration of durum wheat semolina to produce couscous in a fluidized bed has never been done before.

The main goal of this research is therefore to explore the feasibility of such a process and to evaluate effects of various process and operating parameters on the yield and quality of the final product. The choice of this technique based on the fact that fluidized bed present the advantage of generating a strong particle movement and high extent of mixing. This allows a uniform increase of the size of granules throughout the raw material used. The efficiency of the process is evaluated by means of the yield value defined as the mass ratio between couscous produced and raw material. Several tests have been introduced and applied to evaluate the quality of the couscous produced. These include the swelling test and the brittleness test.

Results of the experimental study carried out in a batch system on a small installation showed that couscous can be produced from semolina by wet agglomeration in a fluidized bed with marked specific effects of fluidizing air flow rate, flow rate of sprayed binder liquid, temperature of the bed and properties of the spray liquid. Both the quality of the couscous (size, brittleness and morphology) and the yield of the operation are affected. Indeed, it has been observed that an increase of liquid binder flow rate leads to an increase in the size of the granules formed, while an increase in bed temperature or in flow rate of the fluidizing air leads to the opposite effects. Furthermore, the use of flour as a binder in the spray liquid generates an increase in yield of up to 60 %.

**Keywords:** Couscous, agglomeration, fluidized bed, wheat semolina, granulation.

# *Remerciements*

*Je tiens à remercier en tout premier lieu mon directeur de thèse, Monsieur Salah DOUNIT, Professeur Université Djillali Liabes, Sidi Bel Abbès, qui m'a encadré tout au long de cette thèse. Ses orientations, son expérience et ses connaissances dans ce domaine ont très fortement contribué à la réussite de ma thèse.*

*Je remercie ensuite l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

*Je remercie aussi le directeur du laboratoire génie des procédés à l'université de Ouargla, Monsieur Ladjel SEGNI et son équipe de travail et surtout Mme Mebarka bouhadda et Mme Siham MEFLAH.*

*Je tiens aussi à remercier Monsieur Mehrdji HEMATI, Professeur à Ecole Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques et Technologiques | INP ENSIACET · Département Génie des procédés, qui m'a accueilli au sein de son laboratoire et il nous a fourni beaucoup d'informations et de références.*

*Je tiens ensuite à exprimer ma gratitude envers le personnel administratif du département de génie des procédés et le chef département Monsieur Ahmed TABCHOUCHE qui m'ont aidé pendant mes différents stages chez eux.*

*Enfin, on remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce modeste travail.*

*Dedicaces*

*Je dédie cette thèse :*

*À la mémoire de mes parents.*

*À mon cher mari, sans qui je n'aurais pas terminé ce travail, Merci  
pour votre soutien.*

*À mes chers petits Hadjer, AbdAllah, Mohammed*

*À mes chers frères et sœurs et leurs enfants.*

*À mes beaux parents*

*À toute ma famille SOULIMANI.*

## Table des matières

Résumé	i
Remerciements	ii
Dédicaces	
Liste des figures	i
Liste des tableaux	ii

### INTRODUCTION GÉNÉRALE 2

## CHAPITRE I LE MÉCANISME D'AGGLOMÉRATION

I.	L'agglomération	5
I.1	Définition	5
I.2	Intérêt du procédé d'agglomération	5
I.3	Les procédés et les équipements d'agglomération	6
I.3.1	Les procédés utilisant la pression	6
I.3.2	Les procédés utilisant l'agitation	7
II.	Le mécanisme d'agglomération des particules solides par voie humide	8
II.1	Approche traditionnelle	8
II.2	Approche plus récente	9
II.3	Mouillage et nucléation	10
II.3.1	La distribution du liquide de mouillage	11
II.3.2	La nucléation	11
II.4	Consolidation et croissance	12
II.4.1	La consolidation	12
II.4.2	La croissance	13
II.5	Rupture et usure	14
III.	L'agglomération des particules solides en lit fluidisé	15
III.1	Effets des paramètres du procédé.	15
III.1.1	Les conditions opératoires	15
III.1.2	Les propriétés des particules	15
III.1.3	Les propriétés de liant utilisé	16
III.2	Le principe d'agglomération des particules solides en lit fluidisé	17
III.3	Le procédé d'agglomération en lit fluidisé	18
III.3.1	La fluidisation des particules	18
III.3.2	La pulvérisation des gouttes	20
III.3.3	Les collisions en lit fluidisé	22

## CHAPITRE II LE COUSCOUS

I.	Les céréales	29
I.1	Définition	29
I.2	Le blé	29
II.	Le couscous	30
II.1	Définition	30
II.2	La valeur nutritionnelle	30
II.3	Historique	31
II.4	Qualité de la semoule destinée à la fabrication du couscous	31
II.5	Processus artisanal de fabrication.	32
II.5.1	Préparation de la semoule	32
II.5.2	Pré-cuisson de la semoule	32
II.5.3	Le roulage	32
II.5.4	Cuisson à la vapeur	33
II.5.5	Le séchage	33
II.6	La fabrication de couscous à l'échelle industrielle	33
II.6.1	Mécanismes physico-chimiques mis en jeu aux différentes échelles.	34
II.7	Estimation de la qualité de couscous	37
II.8	Paramètres exerçant une influence sur la qualité du couscous	37
II.8.1	Paramètres concernant la matière première	37
II.8.2	Influence des conditions de fabrication	39

## **CHAPITRE III MATÉRIELS ET MÉTHODES**

I.	Caractérisation de la semoule utilisée	42
I.1	La teneur en eau	42
I.2	Taille moyenne et distribution de taille	42
I.3	La vitesse minimale de fluidisation de la semoule	42
II.	Les solutions de liant	44
III.	Description de l'appareil utilisé.	45
III.1	Présentation de l'appareil	45
III.2	Présentation des accessoires.	46
III.3	Principe de fonctionnement de l'appareil	46
IV.	Caractérisation des produits finis.	46
IV.1	Teneur en eau	46
IV.2	Mesure de la friabilité	46
IV.3	Indice de gonflement.	47
V.	Le déroulement d'une essai d'agglomération	47

## **CHAPITRE IV RÉSULTATS ET DISCUSSIONS**



I.	Caractérisation de la semoule	49
I.1	La teneur en eau	49
I.2	La granulométrie	49
I.3	La vitesse minimale de fluidisation	49
I.4	La forme (analyse d'image)	51
II.	Résultats des tests de granulation.	52
II.1	Présentation d'un exemple type de granulation	52
II.2	Influence des conditions opératoires	54
II.2.1	Influence de la vitesse de l'air de fluidisation	55
II.2.2	Influence du débit de liquide de pulvérisation	56
II.2.3	L'effet de température de l'air de fluidisation	58
IV.4.	Morphologie et état de surface des agglomérats	59
IV.5.	Friabilité du couscous fabriqué.	61
	<b>CONCLUSION GÉNÉRALE</b>	<b>65</b>

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

## LISTE DES ANNEXES

ANNEXE I granulométrie à laser

ANNEXE II Étalonnage de régulateur de vitesse de fluidisation

ANNEXE III La pompe de pulvérisation

ANNEXE IV Granulométrie laser

ANNEXE V Résultats d'analyse par granulométrie laser EDX de la semoule utilisée

## Nomenclature

$Ca$	nombre capillaire (adimensionnel)
$d_b$	le diamètre des bulles dans le lit fluidisé
$d_p$	le diamètre des particules
$\overline{d_p}$	le diamètre moyenne d'une classe des particules
$d_g$	diamètre de la goutte
$L$	la distance entre l'extrémité de la buse et le faisceau laser.
$Re_g$	le nombre de Reynolds pour les gouttes
$U^o$	la vitesse relative de collision entre les particules dans le cas particulier du lit fluidisé
$U_b$	la vitesse des bulles dans le lit fluidisé
$U_c$	vitesse critique dans le cas d'une goutte entrant en collision avec une surface horizontale sèche
$U_g$	vitesse caractéristique du liquide (goutte)
$\theta$	l'angle de contact entre la goutte et la particule.
$\phi$	le facteur de sphéricité des particules
$\rho_L$	la masse volumique du liquide
$\rho_s$	la masse volumique du solide
$\rho_f$	la masse volumique du fluide (l'air de fluidisation)
$\mu_L$	La viscosité dynamique du liquide

## Liste des figures

Figure I.1 : Schémas représentant certains procédés de manufacture des agglomérats par voie humide	6
Figure I.2 : Les quatre processus principales contrôlés la granulation	8
Figure I.3 : Les principaux mécanismes de nucléation	10
Figure I.4 : Mécanismes de croissance	12
Figure I.5 : Schéma de principe de la granulation en lit fluidisé	15
Figure I.6 : Evolution de la perte de charge globale d'un lit de particules en fonction de la vitesse du fluide en circulation.	17
Figure I.7 : Classification des particules selon le diagramme de Geldart	18
Figure I.8 : Types d'atomiseurs	20
Figure I.9 : Cas de figures concernant le mouillage d'une surface plane solide par un liquide.	22
Figure I.10 : Les différents états de saturation de liquide-bondissent des granulés	24
Figure I.11 : Modèle d'un pont liquide.	24
Figure II.1 : le plat de couscous	28
Figure II.2 : La production artisanale du couscous	29
Figure II.3 : Schéma de fabrication industrielle de couscous	33
Figure II.4 : hypothèses du mécanisme de formation des grains de couscous	34
Figure II.5 : Juxtaposition des étapes de fabrication du couscous et le diagramme d'état des composants de blé dur, l'amidon et les protéines	35
Figure III. 1: Tamiseuse, CISA, modèle BA-200-N	41

Figure III. 2: Microscope électronique à balayage	42
Figure III. 3: L'appareil de fluidisation (gunt HAMBURG CE220)	43
Figure III. 4: L'appareil "100N fluid bed"	44
Figure III. 5: Schéma représentatif de l'appareil "100N fluid bed"	44
Figure III. 6: Compresseur d'air de marque "Jennar"	45
Figure III. 7: Pompe péristaltique de marque Masterflex L/S.	45
Figure IV.1 : La variation de la perte de charge en fonction du débit de l'air de fluidisation	51
Figure IV.2 : Images au MEB des particules initiales de la semoule de blé dur.	51
Figure IV.3 : Photo de couscous obtenue lors d'une expérience.	55
Figure IV.4 : photographies MEB des agglomérats obtenus (A, B, C) et un couscous industriel (D)	63
Figure IV.5 : photographies MEB des agglomérats obtenus (A, B, C) et un couscous industriel (D) avec agrandissement.	64

## Liste des tableaux

Tableau I.1. : Résumé des paramètres du procédé d'agglomération en lit fluidisé	27
Tableau II.1 : La valeur nutritionnelle de couscous	31
Tableau IV.1 : La distribution granulométrique massique de semoule utilisée	49
Tableau IV.2 : Les diamètres caractéristiques de la semoule utilisée	49
Tableau IV.3 : Propriétés physiques de la matière première.	50
Tableau IV.4 : Cartographie des éléments chimiques de la semoule de blé en surface.	51
Tableau IV.5 : Les conditions opératoires de l'exemple type	53
Tableau IV.6 : La distribution granulométrique massique du produit de la granulation	53
Tableau IV.7: Influence de la vitesse de fluidisation sur l'agglomération de semoule en couscous	54
Tableau IV.8: Influence de débit de pulvérisation sur l'agglomération de semoule en couscous	56
Tableau IV.9: Influence de la température sur l'agglomération de semoule en couscous	57
Tableau IV.10: La friabilité des couscous fabriqués.	61

# INTRODUCTION GENERALE

Depuis des millénaires, la cuisine nord-Africaine utilise les céréales notamment le couscous qui représente le plat traditionnel des populations magrébines par excellence. Au cours des dernières décennies, sa consommation s'est propagée dans le monde entier notamment en Europe occidentale et en Amérique du nord suite au développement des moyens de communications. Ceux-ci ont en effet engendré une facilité d'échange des personnes et des marchandises à travers le monde.

Jusqu'à la seconde moitié du siècle dernier, sa fabrication se faisait exclusivement de façon manuelle grâce aux mains des femmes qui roulaient les grains de semoule selon une procédure bien spécifique. Avec l'industrialisation et la croissance de la demande mondiale, certains procédés industriels ont vu le jour.

L'agglomération de particules par voie humide en lit fluidisé se définit par le couplage d'une opération unitaire consistant à agiter un lit de particules solides (fluidisation) avec une opération d'ajout d'eau ou d'un liant. L'objectif est la création de granulés de tailles supérieures conduisant à l'amélioration des propriétés d'utilisation de la poudre, telles que la masse volumique, l'écoulement et la porosité. A l'échelle industrielle, une diversité considérable d'équipements (tombeur rotatif, lit fluidisé, agitateurs à forts taux de cisaillement) et de méthodes d'ajout d'eau (pulvérisation, écoulement, etc.) est employée pour mettre en œuvre cette opération.

Dans le secteur de l'industrie céréalière, Le procédé de production de grains de couscous à partir de la semoule de blé dur repose sur le mécanisme et la technologie de l'agglomération humide .

Ces processus englobent une séquence d'opérations unitaires, en l'occurrence le mouillage, le mélange, la cuisson, le roulage, le séchage et le tamisage. Ainsi, les procédés industriels utilisent des tambours rotatifs pour l'agglomération des grains de semoule suivis d'une cuisson à la vapeur, d'un refroidissement et d'un démottage en bande transporteuse pour finir avec un processus de séchage et de conditionnement.

La littérature scientifique abonde en travaux de recherche examinant l'impact des paramètres technologiques (conditions opératoires et appareillages) et de formulation (nature des matières premières de base et du liquide ajouté pour faire le liant) sur les agglomérats formés en lit fluidisé. Cependant, cela n'a pas été testé dans la situation de la production de couscous.[1]

L'étude présentée dans ce document concerne l'élaboration d'un procédé innovant en matière de fabrication de couscous à l'échelle industrielle. Il s'agit de l'agglomération de la semoule par voie humide dans une colonne à lit fluidisé. Les étapes d'agglomération, de pré-cuisson et de séchage peuvent toutes être réalisées dans le même équipement. L'objectif du présent travail est d'examiner la faisabilité d'une telle procédure ainsi que les effets de certains paramètres opératoire (vitesse et température de l'air de fluidisation, vitesse de pulvérisation du liquide) et la qualité du liant pulvérisé sur le rendement du procédé et la qualité des granulés obtenus. Dans le cadre de cette thèse, on se contente de l'étude de la première étape qui est l'agglomération en lit fluidisé.

La thèse est présentée sous forme d'un document comportant quatre chapitres :

- Le premier chapitre contient un aperçu de la bibliographie détaillée exposant les principes fondamentaux de la granulation humide ainsi que les derniers progrès réalisés dans ce domaine. Nous procéderons à l'examen des connaissances actuelles relatives à l'influence des paramètres opératoires et des matières premières, en mettant en lumière les outils dédiés au contrôle de la qualité des granulés produits.

- Le deuxième chapitre aussi est une étude bibliographique concernant la fabrication de couscous de façon artisanale et industrielle, les étapes de production et la caractérisation du produit final. Il est question aussi des paramètres influençant la qualité de couscous.

- Le troisième chapitre est consacré à la présentation des méthodes de caractérisation des matières premières utilisées (la semoule et les liants) ainsi que les équipements utilisés lors de la procédure de production de couscous. On présente également dans ce chapitre les méthodes permettant de caractériser les agglomérats formés.

- Le quatrième chapitre est dédié à l'exposition des résultats obtenus au cours de nos travaux. Il est question d'abord de la caractérisation de la matière première, ensuite de la présentation détaillée des résultats d'un exemple type de granulation. Cela donnera une idée sur les intervalles de variation des paramètres opératoires. Par la suite, on présentera l'influence des paramètres opératoire (température, vitesse de fluidisation, débit de liquide pulvérisé) sur le rendement du procédé défini par la quantité de couscous formé à partir d'une quantité de semoule initiale spécifiée. Enfin, nous examinerons la sensibilité des paramètres liés à la qualité du couscous vis-à-vis des paramètres opératoires et des caractéristiques du liant pulvérisée.

A la fin du document, une conclusion générale regroupant les différents aspects investigués est présentés et quelques annexes sont aussi présentées.



# **PARTIE THÉORIQUE**

# CHAPITRE I

## LE MECHANISM D'AGGLOMERATION

L'agglomération représente une opération unitaire clé dans certaines industries, notamment dans le domaine du génie civil, l'industrie pharmaceutique, chimique, alimentaire, etc. Elle permet de fabriquer des produits agglomérés utiles possédant des propriétés physiques désirées.

## I. L'agglomération

### I.1 Définition

L'agglomération, également appelée granulation, est définie comme un procédé visant à augmenter la taille moyenne de la distribution des particules, au cours duquel ces dernières se combinent pour former des agrégats de dimensions supérieures, tout en permettant l'identification de la particule initiale d'origine [1]. Les techniques d'agglomération peuvent être divisées en deux catégories principales selon la manière dont le processus est réalisé, soit à sec (par le biais de technologies telles que l'extrusion, le pressage, etc.), soit par voie humide par l'ajout d'un liant sous la forme de solution liquide [2].

### I.2 Intérêt du procédé d'agglomération

L'agglomération est très répandue dans divers secteurs industriels à cause de ses nombreux avantages:

- Réduction des émissions de poussières : cela génère une diminution des pertes et des risques inhérents à l'exposition des individus à des particules fines par inhalation.
- Amélioration de la qualité du mélange (lorsque plusieurs types de particules sont agglomérées ensemble) par la minimisation des risques de séparation par ségrégation de ses composantes [3, 4].
- Amélioration des caractéristiques d'instantanéité de la poudre.
- Minimisation des pertes de charge lors de l'écoulement des fluides au sein du lit d'agglomérats.
- Augmentation de la densité en vrac. Cela génère, dans le cas de l'augmentation des prix des énergies fossiles, une diminution des coûts liés au transport.
- Maîtrise du rapport de porosité et du taux surface-à-volume notamment dans le cas des supports de catalyseur.
- Production des formes structurales utiles, comme en cours d'impression des formes complexes en métallurgie des poudres.

- Fourniture d'une quantité définie pour distribuer et doser, comme dans les granules chimiques agricoles ou des comprimés pharmaceutiques.
- Amélioration des caractéristiques de transfert de chaleur, comme en minerais ou en verre pour l'alimentation de four.
- Amélioration de l'aspect, le goût, ou les odeurs des particules ou de les protéger contre l'oxygène, l'humidité, la lumière, ou les agents actifs incompatibles,
- Maîtrise du temps de dissolution,
- Amélioration des propriétés d'écoulement, la manipulation, et les caractéristiques de compression des poudres initiales. [5]

### I.3 Les procédés et les équipements de l'agglomération

La classification courante des méthodes d'agglomération des particules fines permet de catégoriser les procédés en deux types distincts :

- les procédés qui utilisent l'agitation ou l'accroissement (sans l'application de forces externes)
- les procédés qui utilisent la pression (application de forces externes faibles ou élevées).

#### I.3.1 Les procédés utilisant la pression

En fonction de la force de pression appliquée, on distingue :

- Agglomération sous faible et moyenne pression :

Les procédés d'agglomération sous faible ou moyenne pression permettent d'obtenir des agglomérats relativement homogènes et calibrés.

Toutefois, dans ce cas, les fines particules d'alimentation doivent généralement être agglomérées en présence d'un liant (additif) ou en présence d'une humidité minimale.

- Agglomération sous haute pression :

Pour les matériaux hautement élastiques, Les presses hydrauliques sont particulièrement adaptées. Ce procédé offre une plus grande flexibilité en termes de granulométrie admissible. Cependant, en raison de son caractère "à sec", le degré d'humidité toléré est limité. Les presses à roues tangentes sont principalement utilisées pour des matériaux dont les élasticités ou plasticités sont relativement faibles, secs, en présence ou en absence de liant. Les agglomérats formés sont en général facilement maniables et présentent une résistance mécanique significative. Dans

certains cas, et dans le but d'améliorer ces caractéristiques mécaniques, l'ajout d'un liant ou un post-traitement des agglomérats sont envisageables.

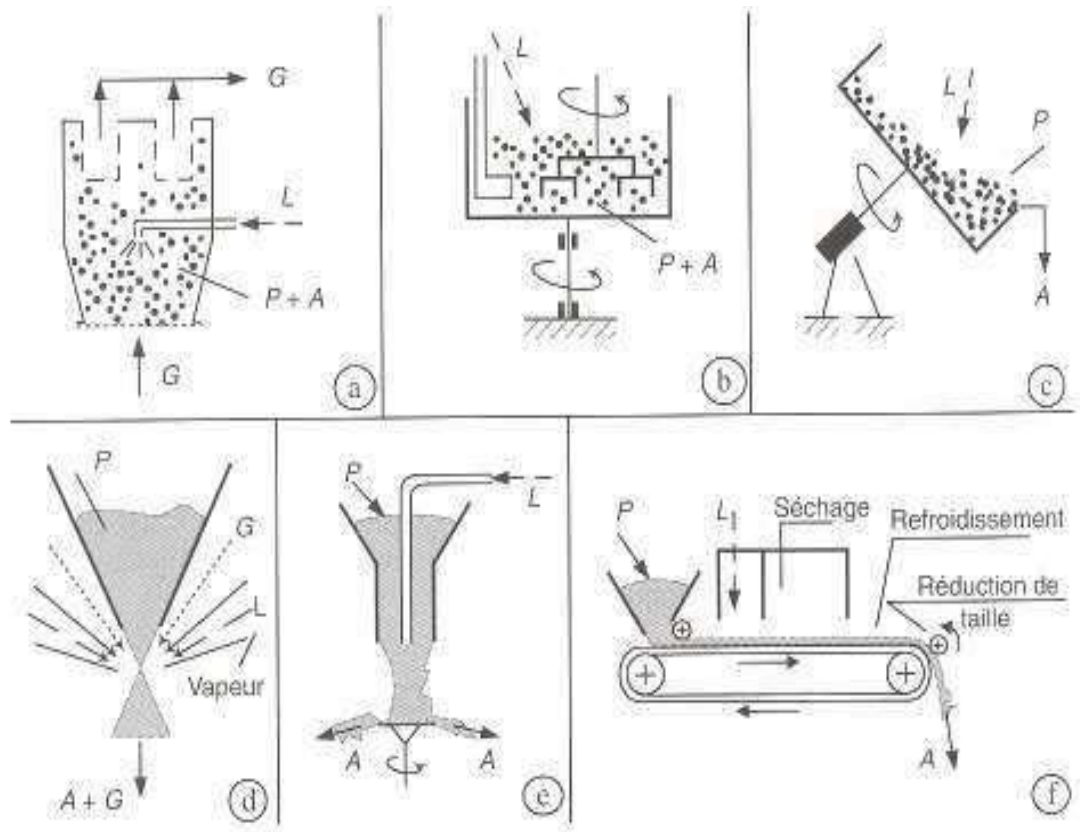
### I.3.2 Les procédés utilisant l'agitation

Dans ce type de procédés, l'adhésion entre les particules est réalisée par l'ajout de liants qui pourraient être simplement de l'eau ou d'autres liquides. La probabilité de collision entre les particules peut être accrue en induisant une concentration significative de celles-ci. De telles conditions sont réalisées avec certains appareils, par exemple :

- mélangeurs spéciaux (à socs, à broches, ...)
- assiettes inclinées (disques pelletiseurs)
- tambours rotatifs
- lits fluidisés.

La figure I.1 illustre un schéma représentatif de certains de ces appareils montrant les différentes techniques d'introduction des particules et des liants.

Dans les paragraphes suivants, nous allons présenter plus en détail ce type d'opération car il s'agit là de la méthode retenue dans le cadre notre étude. Nous présenterons d'abord les mécanismes responsables de la granulation par voie humide ensuite nous présenterons les caractéristiques techniques du type d'appareil que nous avons employé lors de notre étude expérimentale, en l'occurrence les lits fluidisés.



**Figure I.1** Schémas représentant certains procédés de manufacture des agglomérats par voie humide : lit fluidise (a), mélangeur à cisaillement élevé (b), Tambour rotatif (c), jet de vapeur (d), sur disque rotatif (e), sur bande (f). L : liquide, P : poudre, G : gaz, A : agglomérat. [6]

## II. Le mécanisme d'agglomération des particules solides par voie humide

Deux approches sont proposées pour la description des procédés:

### II.1 Approche traditionnelle

L'agglomération humide représente un processus complexe impliquant un grand nombre de paramètres mécaniques et physico-chimiques. En conséquence, de nombreux chercheurs ont initialement entrepris de décrire qualitativement ce processus avant de réaliser des tentatives de modélisation. La plupart de ces travaux se sont concentrés sur l'agglomération dans des mélangeurs à fort taux de cisaillement, bien que de nombreuses autres études aient également porté sur les mélangeurs à faible taux de cisaillement tels que les lits fluidisés. Une première explication du processus d'agglomération a été proposée par Sastry et Fuerstenau [7], mettant en avant cinq mécanismes qui se produisent simultanément présentés sur la figure I.2.A.

Les mécanismes énoncés peuvent être appréhendés comme une séquence de phénomènes de coalescence et de rupture, dont l'issue dépend de la taille du granulat et de la disponibilité de liquide à sa surface. Les cinq phases sont décrites comme suit :

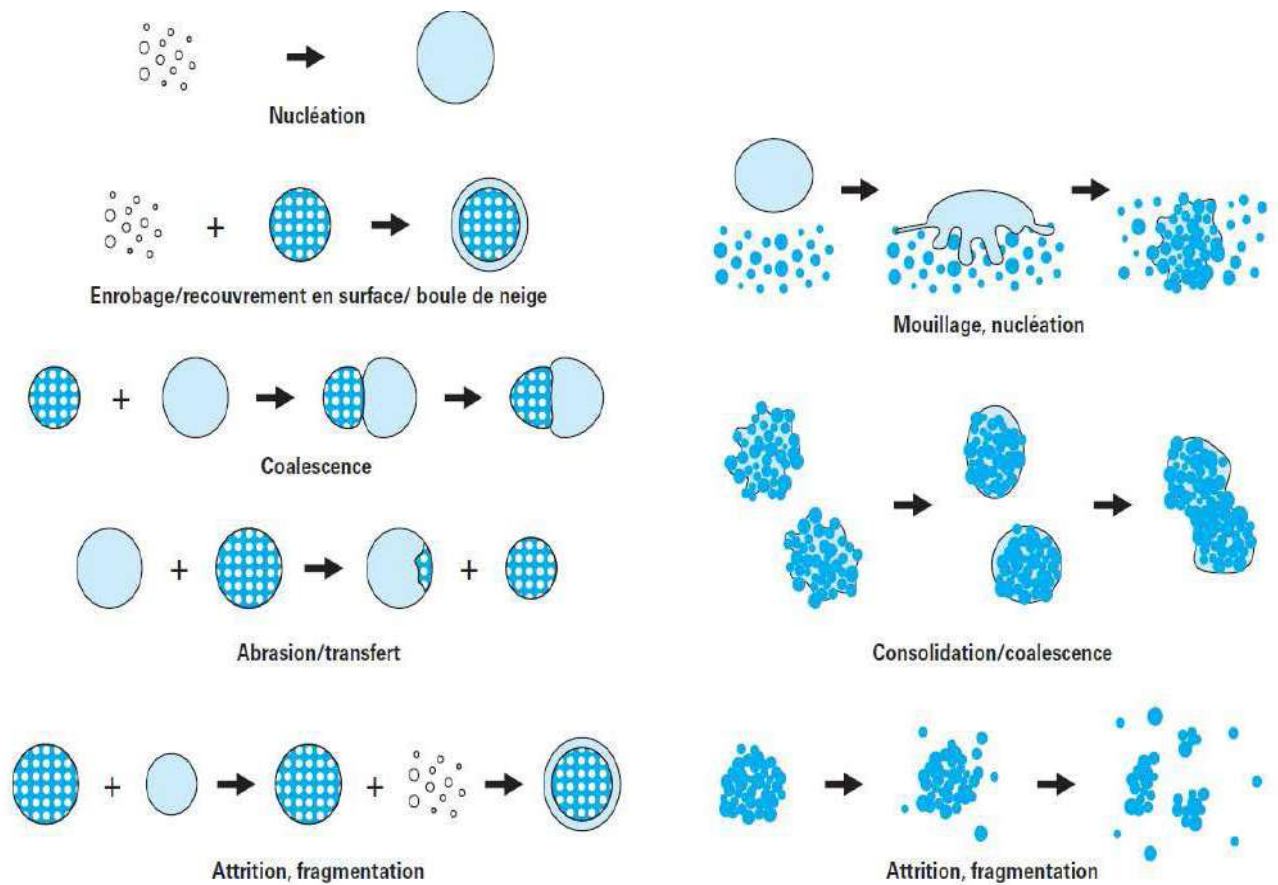
- (i) La nucléation, issue du regroupement de particules élémentaires humides par attraction capillaire, engendrant la formation des premières structures, appelées les « nucleis ».
- (ii) Le recouvrement en surface : les agglomérats formés servent d'amorces sur lesquelles viennent s'ajouter les particules élémentaires mouillées ou les nucleis. Ce mécanisme induit d'une part une augmentation continue de la taille des grains, et d'autre part une réduction du nombre de particules fines dans le mélange. Le nombre total de grains reste inchangé.
- (iii) La coalescence des grains conduisant à la formation de structures de tailles plus grandes.
- (iv) Le désagrègement d'une partie des fines par abrasion lors de chocs ou de collisions, sans aboutir à la rupture du grain.
- (v) Le transfert par fragmentation – enrobage qui consiste en la formation de fragments de grains qui sont ensuite redistribués sur d'autres grains. [8]

## II.2 Approche plus récente

Les différentes phases du processus d'agglomération sont définies par un équilibre entre les forces attractives, favorisant la cohésion des agglomérats, et les forces d'inertie, qui tendent à déstructurer l'agglomérat. Une approche plus contemporaine a été avancée dans le but d'approfondir la considération de la qualité de dispersion de la phase liquide et du rôle joué par le liquide de mouillage dans l'attraction des particules unitaires et des agglomérats.[9]

Trois mécanismes prédominants sont identifiés et reportés sur la figure I.2.B :

- (i) Le mouillage et la nucléation : des phases pendant lesquelles le liquide entre en contact avec la poudre sèche et se disperse au sein du lit,
- (ii) La consolidation et la croissance : Dans cette phase, les collisions entre agglomérats, entre agglomérats et poudre sèche, ou entre agglomérats et parois de l'équipement conduisent à leur compression et à leur croissance,
- (iii) La rupture et l'usure : stades au cours desquels les agglomérats formés mouillés ou secs se fracturent à cause des contraintes mécaniques engendrées par l'agitation ou à la suite de chocs avec d'autres agglomérats (Figure I.2.B).

**(A) Description classique****(B) Approche récente**

**Figure I.2 :** Les quatre processus principales contrôlés la granulation. Ceux-ci incluent le mouillage, la coalescence ou croissance, la consolidation et rupture. [9]

### II.3 Mouillage et nucléation

Cette étape vise à mettre en contact le liquide avec la poudre sèche et à le répartir de la manière la plus uniforme au sein de cette dernière. La compréhension des paramètres régissant la nucléation demeure encore limitée. Les phénomènes de mouillage et de nucléation se déroulent dans une région de l'équipement appelée zone de nucléation. C'est la région où le liquide et la poudre entrent en contact pour la première fois afin de former les noyaux initiaux. Deux étapes cruciales se déroulent dans cette zone : la formation des noyaux et la dispersion du liant. [10]

Le mouillage des particules se fait à l'aide d'un fluide. Il est fortement influencé par la pulvérisation, la distribution du fluide, ses propriétés ainsi que les propriétés des particules à agglomérer.



### II.3.1 La distribution du liquide de mouillage

Cette distribution s'opère à deux échelles : (i) à l'échelle macroscopique, où la distribution du liant dépend principalement des paramètres du procédé. Ceux-ci déterminent l'homogénéité et la finesse de la distribution du liquide (ii) à l'échelle microscopique, où la distribution du liant se réalise par capillarité en raison des interactions physico-chimiques entre les phases en contact [13]. Ainsi, deux modes de distribution du liant de granulation peuvent être distingués : le versement et la pulvérisation. Indépendamment de la méthode de distribution du liant, Knight et al. [14] ont démontré que la distribution du liquide de mouillage évolue d'un état très hétérogène au début de l'agglomération à un état relativement homogène à la fin du procédé. Il existe toujours une phase, relativement prolongée, au cours de laquelle la distribution de taille des particules constituant le lit de grains est bimodale [14]. Une distribution immédiatement uniforme du liquide de mouillage est impraticable. Un mélange adéquat et suffisamment prolongé est requis pour garantir la dispersion du liquide de mouillage.

Le temps requis pour parvenir à une distribution homogène augmente en fonction de la taille des gouttelettes de liquide lorsque ce dernier est pulvérisé en fines gouttelettes [15], ou lorsque le liquide est versé en une seule fois [14, 15]. L'hétérogénéité constatée au début du processus d'agglomération se caractérise par un taux de liquide nettement supérieur au sein des agglomérats de grandes tailles par rapport à ceux de petites tailles. Un processus de redistribution du liquide de mouillage à partir des grains de grandes tailles vers les grains de petites tailles peut alors se mettre en place. Ce processus implique l'échange tant du liquide de mouillage que de morceaux de grains entre les particules.

### II.3.2 La nucléation

Le terme "nucléation" est couramment employé pour décrire la coalescence des particules initiales. Cette étape implique l'ajout homogène de liquide (liant) en contact avec le lit de particules solides.

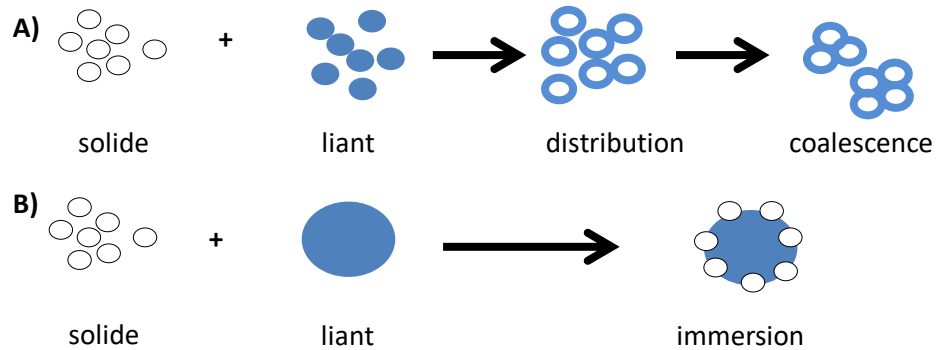
Selon le rapport entre la taille des gouttes et la taille des particules élémentaires, deux mécanismes de nucléation sont suggérés (Figure I.3).

- *nucléation par immersion* : Lorsque la taille des gouttes est significativement plus grande que celle des particules, la nucléation a tendance à se produire par immersion. Les nuclei formés dans ce cas présentent des pores saturés de liquide.

- *nucléation par distribution* : Lorsque la taille des gouttes est plus petite que celle des particules, la nucléation se produit préférentiellement par distribution. Les nuclei se forment

par coalescence suite à la collision entre les particules mouillées. Les agglomérats formés ont une structure poreuse contenant de l'air emprisonné.

- *Enfin*, lorsque la taille des gouttes est équivalente ou proche de celle des particules, les phénomènes de distribution et d'immersion peuvent intervenir de manière concomitante et équilibrée [8]



**Figure I.3** Les principaux mécanismes de nucléation :  
(a) Par distribution, (b) Par immersion [8]

Les recherches d'Abberger et al. [16] mettent en évidence l'impact de la relation entre la taille des gouttes et celle des particules élémentaires sur les mécanismes d'agglomération. Dans le cadre d'expériences où la taille des particules était toujours supérieure à celle des gouttes, une diminution de la taille des gouttes n'affecte pas le diamètre final des agglomérats obtenus. En effet, ces derniers sont toujours formés par la dispersion du liant à la surface des particules. Par contre, lors des expériences menés avec une taille de particules toujours inférieure à celle des gouttes, la variation de la taille des gouttes devient un paramètre déterminant, puisqu'un nuclei est censé être créé à partir d'une goutte.

## II.4 Consolidation et croissance

### II.4.1 La consolidation

Lors des impacts, il se produit une réduction de la taille des aggloméra suite à l'éjection de l'air emprisonné en leur sein ou de liquide à leur surface. Leur porosité est ainsi diminuée. Cette phase du processus d'agglomération est désignée sous le terme de « phase d'induction ».

L'influence de la consolidation sur la croissance des agglomérats est complexe et est dépendant des propriétés du liant et de la poudre à agglomérer. D'un côté, la consolidation induit une augmentation de la saturation des pores dans les agglomérats, accroissant ainsi la disponibilité en liquide à leur surface et, par conséquent, leur aptitude à la coalescence après le

contact [8]. De l'autre côté, la consolidation exerce un impact important et complexe sur les propriétés mécaniques des agglomérats : elle induit une diminution des possibilités de déformation à l'occasion d'impacts ultérieures avec d'autres agglomérats. Cela réduit la possibilité de la coalescence. La consolidation engendre également une augmentation de la saturation des pores, accentuant la plasticité des agglomérats et la disponibilité en liquide à leur surface. Par conséquent, l'effet de la consolidation sur la croissance des agglomérats demeure incertain et dépend des caractéristiques spécifiques du liant et de la poudre. [10]

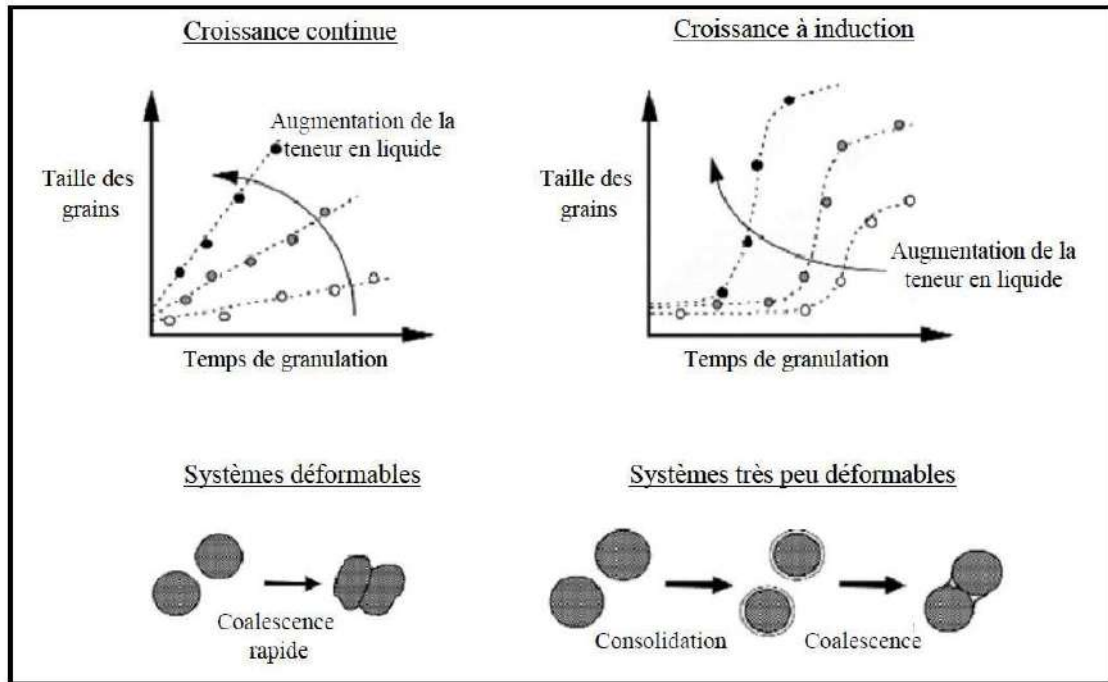
#### **II.4.2 La croissance**

Deux phénomènes principaux sont à l'origine de la croissance des agglomérats :

- Le *layering* qui implique l'adhésion de particules individuelles ou de petits agglomérats à la surface d'un agglomérat de plus grande taille.
- La *coalescence* se produit lorsque deux entités de tailles similaires entrent en collision.

Deux types de croissance peuvent être observés en fonction de plusieurs paramètres, en l'occurrence la nature du liant de granulation, les caractéristiques des particules initiales et les propriétés mécaniques agglomérats formés. Le premier type concerne les systèmes à croissance continue, où la taille de l'agglomérat augmente linéairement avec le temps, alors que le second type est relatif aux systèmes à croissance après induction, c'est-à-dire ceux pour lesquels il existe une période pendant laquelle la croissance se manifeste faiblement (Figure I.4).

Au cours de la croissance, la coalescence entre agglomérats ne peut se produire que si l'énergie cinétique de la collision est complètement dissipée lors de l'impact (choc non-élastique). Ce mécanisme peut être attribué à deux sources : (i) une dissipation visqueuse résultant des déplacements des agglomérats dans la couche liquide et (ii) une déformation plastique des agglomérats au moment de la collision, au point de contact solide-solide.



**Figure I.4 Mécanismes de croissance**[11]

## II.5 Rupture et usure

Cette phase s'inscrit de manière concomitante avec les étapes précédemment évoquées. Sa pertinence réside dans sa capacité à permettre une redistribution du liquide entre les différentes classes de taille des agglomérats. Elle peut également de réguler la distribution granulométrique finale, la taille maximale des agglomérats, ainsi que leur résistance [12]. Cependant, les conditions de rupture demeurent complexes et difficiles à prédire quantitativement. En plus du rapport entre les forces conservatrices et dissipatives, la capacité des agglomérats à se déformer constitue un facteur important à ne pas négliger [13]. Ainsi, il est possible de résumer ces étapes comme suit :

- La phase de nucléation pendant laquelle l'agglomérat initial prend forme.
- La période d'induction, où le nuclei se consolide sans pour autant croître en taille.
- La phase de croissance par coalescence, qui intervient soit dans le cas où les agglomérats sont suffisamment déformables pour coalescer sans présence de liquide en surface, soit lorsqu'ils sont suffisamment compacts pour générer une couche de liquide à leur surface susceptible de les lier.

- La phase de rupture et d'attrition qui peut se manifester dans les systèmes où les agglomérats sèchent et deviennent fragiles.

### III. L'agglomération des particules solides en lit fluidisé

L'opération de la fluidisation présente l'avantage de l'iso-thermicité de la couche entière, des taux de transfert de chaleur et de masse élevés et un taux de mélangeage des particules fort élevé. Cependant, l'opération de l'agglomération des poudres en lit fluidisé peut être bouleversée par quelques inconvénients en fonctionnant en présence des liquides de la pulvérisation comme le phénomène de défluidisation, dû à la formation de grands agglomérés. C'est potentiellement un problème grave car quand il se produit, le comportement du lit fluidisé change rigoureusement. Ceci ajoute un degré de risque au processus de fabrication qui pourrait avoir comme conséquence le rejet de l'intégralité du lot traité [5]. D'un autre côté, un bon contrôle est difficile à réaliser car le mouillage, le malaxage et le séchage se déroulent simultanément dans le même appareil.

#### III.1 Effets des paramètres du procédé.

##### III.1.1 Les conditions opératoires

Les divers équipements utilisés pour l'agglomération visent à favoriser le contact entre les particules et les gouttes de solution liante, puis les particules mouillées entre elles (Figure I.4). Le séchage est une étape intermédiaire indispensable lorsqu'on opère par grossissement progressif tout comme il constitue l'étape finale avant refroidissement. La vitesse de séchage constitue ainsi un paramètre important vis-à-vis du contrôle du processus.

L'environnement du procédé doit être sous contrôle, notamment la température et d'humidité du gaz de fluidisation, l'efficacité du mélange entre les particules (collisions) et l'injection de liant. Dans le secteur pharmaceutique, le fonctionnement en mode discontinu est privilégié. En chimie fine et dans l'industrie alimentaire, l'objectif est d'évoluer vers un procédé continu avec la possibilité de recycler les particules fines.[10]

##### III.1.2 Les propriétés des particules

Parmi les propriétés des particules influençant l'agglomération on cite :

### **III.1.2.1 La taille des particules**

Une réduction de la taille des particules provoque une diminution de la vitesse du processus de consolidation et de croissance en augmentant la densité des frictions inter-particulaires et en réduisant la taille des pores à travers lesquels le liant peut être expulsé [10]. Abberger et al. [16] ont constaté qu'une augmentation de la taille des particules entraîne une augmentation de la taille des agglomérats en améliorant la densification et le phénomène de coalescence. Ces observations ont été corroborés par d'autres recherches au cours desquelles les chercheurs ont observé une inversion de ce phénomène en fin de l'agglomération [10]. Cette inversion s'explique par la prédominance des phénomènes de rupture à ce stade du processus.

### **III.1.2.2 Distribution de taille des particules**

La distribution de tailles des particules a un impact sur la vitesse de croissance des agglomérats. Une distribution étroite entraînera une croissance relativement constante avec le temps. En revanche, pour des distributions plus larges, la vitesse de croissance augmente entre les phases de nucléation et de croissance par coalescence avant de diminuer par la suite. Le deuxième paramètre influencé par la distribution granulométrique est la résistance des agglomérats, qui sera d'autant plus marquée que la distribution granulométrique est étendue.

### **III.1.2.3 La mouillabilité**

La forme de contact entre les gouttes de liant et les particules est présentée par l'adhésion, l'angle de contact et la porosité (état de surface) des particules.

## **III.1.3 Les propriétés de liant utilisé**

### **III.1.3.1 Teneur en liant :**

L'élévation du contenu en liant mène à l'accélération du processus de consolidation [17, 18] en raison du pouvoir lubrifiant du liquide de granulation permettant une réorganisation des particules dans une configuration plus compacte. Au-delà d'un seuil spécifique, la poursuite du mouillage entraînera cependant une transition mécanique au cours de laquelle les agglomérats deviendront plus déformables [19].

### **III.1.3.2 Viscosité du liant :**

Lorsque la viscosité du liant est importante, cela entraîne une modification des mécanismes de nucléation, une altération de la distribution du liant dans le mélangeur et une facilitation de la coalescence par les dissipations visqueuses [18].

### III.1.3.3 Tension superficielle de liant :

En raison de sa relation avec la succion capillaire, la résistance des agglomérats diminue avec l'élévation de la tension superficielle du liant. De plus, il a été démontré dans les recherches d'Iveson et al. [18] que la vitesse de consolidation des agglomérats peut être accrue en réduisant la tension superficielle du liant.

## III.2 Principe de l'agglomération des particules solides en lit fluidisé

La granulation des particules dans un lit fluidisé est un processus de mise en contact de trois phases : liquide, solide et gaz. C'est un procédé complexe dans lequel plusieurs étapes compétitives se déroulent simultanément. Il s'agit notamment du mélange, de la pulvérisation, du mouillage, du séchage, etc. L'essor industriel de cette technique est principalement dû aux nombreux avantages de la fluidisation, en particulier les transferts très intenses de matière et de chaleur et le mélange intime du solide dans l'appareil.

Le principe de l'opération apparaît tout simple : un courant d'air chaud met en suspension les particules solides dans le lit et une solution contenant le liant est injectée dans celui-ci. L'air de fluidisation joue aussi le rôle du fluide caloporteur car il apporte la chaleur nécessaire à l'évaporation du solvant. Ceci est montré sur la figure I.5.

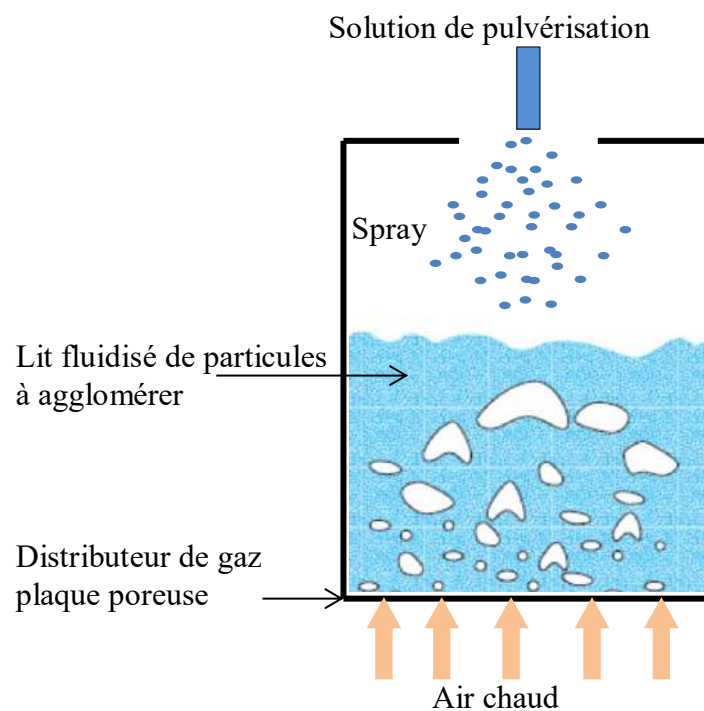


Figure I.5 : Schéma de principe de la granulation en lit fluidisé[13]

### III.3 Procédé de l'agglomération en lit fluidisé.

La croissance par agglomération (coalescence) est conditionnée par plusieurs facteurs :

- Les gouttes dispersées doivent atteindre les particules et ne pas sécher avant.
- Les conditions de séchage et d'agitation ainsi que la quantité et la viscosité du liquide à la surface des particules doivent favoriser le collage des particules, ce qui évite leur enrobage individuel (croissance par couche), leur mottage et leur prise en masse.
- Les ponts solides formés doivent présenter une résistance mécanique suffisamment importante pour éviter l'abrasion qui pourrait se produire lors des chocs entre agglomérats ou contre les parois de l'appareil.

Le processus d'agglomération en lit fluidisé implique les étapes suivantes :

- *La fluidisation des particules solides* : les particules solides sont mises en mouvement aléatoire dans un courant ascendant d'air chaud, favorisant leur individualisation.
- *La pulvérisation de la solution* réalisée à l'aide d'une buse d'injection pouvant être placée au sein ou au-dessus du lit de particules. L'objectif est d'humidifier de manière homogène et contrôlée la surface des particules fluidisées.
- *La formation des ponts liquides*, qui ne peut se produire que dans les conditions où il existe collision ou contact entre les particules mouillées en surface et un volume de solution pulvérisé adéquat. La force d'adhésion/collage entre les particules dépend de la taille des particules et des propriétés physiques de la solution utilisée.
- *Le séchage des ponts liquides* aboutissant à leur transformation en ponts solides par évaporation du solvant. Ceci mène à l'augmentation de la taille des particules par la formation d'agglomérats.
- *L'attrition des particules*, résultant des contraintes mécaniques (collisions entre particules ou avec les parois à cause de l'agitation intense au sein du lit) subies par les agglomérats dans le lit. [6]

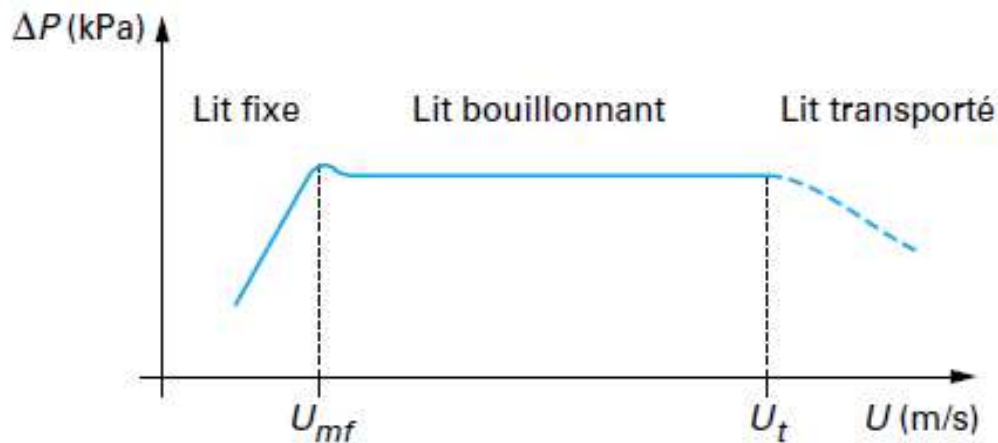
#### III.3.1 La fluidisation des particules

##### III.3.1.1 Le principe

C'est une opération qui implique le maintien en suspension d'une phase solide pulvérulente par le déplacement, dans la direction ascendante, d'un fluide à travers ce milieu solide. Il en résulte une expansion du lit de particules, et le système diphasique solide – fluide adopte des caractéristiques similaires à celles d'un fluide en mouvement. Le comportement hydrodynamique du lit fluidisé dépend de la taille et de la masse volumique des particules, ainsi que du débit d'air de fluidisation. La vitesse d'air nécessaire pour fluidiser un lit de particules doit



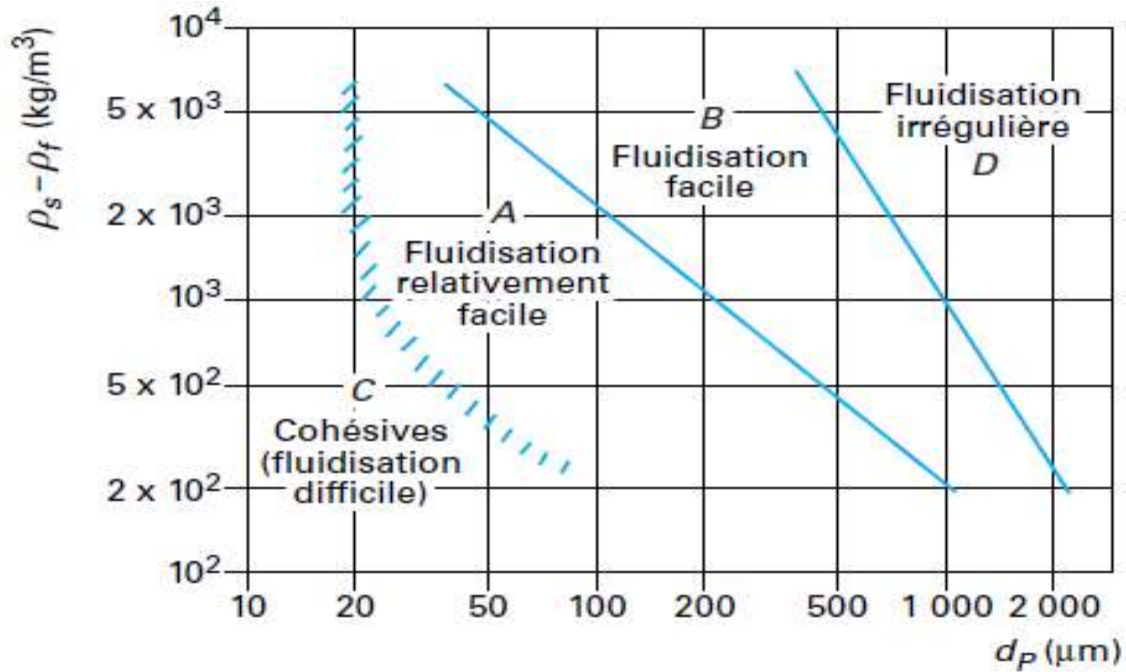
se situer entre deux valeurs limites : la vitesse minimale de fluidisation ( $U_{mf}$ ) et la vitesse terminale de chute libre des particules ( $U_t$ ). Ces paramètres sont illustrés dans la figure I.6.



**Figure I.6 :** Evolution de la perte de charge globale d'un lit de particule en fonction de la vitesse du fluide en circulation.

Une première classification des particules de nature diverse vis-à-vis de leur aptitude à être fluidisés a été réalisée par Geldart en 1973. En effet, cet auteur a proposé un diagramme empirique dans lequel les solides sont répartis en quatre catégories. La classification repose sur deux paramètres, à savoir le diamètre des particules ( $d_p$ ) et de la différence entre les masses volumiques des particules et du fluide comme indiqué sur la Figure I.7. On distingue les classes suivantes :

- Le groupe A : Ce groupe est constitué de particules fines (20 à 150 $\mu\text{m}$ ) et légères (masse volumique inférieure à 1500 kg/m<sup>3</sup>). Facilement fluidisables avec forte expansion du lit. Les catalyseurs de craquage d'hydrocarbures appartiennent à ce groupe.
- Le groupe B : Il renferme les particules de tailles moyennes, généralement comprise entre 80 et 800 $\mu\text{m}$  avec des masses volumiques variant entre 1500 et 4000 kg/m<sup>3</sup>. Ce sont aussi des particules facilement fluidisables et le lit résultant subit une faible expansion en fluidisation. Le sable appartient à cette catégorie.
- Le groupe C : Ce groupe est constitué de poudres très fines développant des forces de cohésion très importantes (<20  $\mu\text{m}$ ). Elles ne sont pas fluidisables, mais peuvent le devenir si on leur ajoute une certaine quantité de particules plus grosses. Des exemples de ce groupe sont la farine et le talc.
- Le groupe D : Constitué de poudres granuleuses de tailles importantes (> 800 $\mu\text{m}$ ), ce sont des particules fluidisables avec apparition d'une fluidisation turbulente. Parmi ces matériaux on peut trouver les grains et les agglomérats. [6]



**Figure I.7 :** Classification des particules selon le diagramme de Geldart

### III.3.2 La pulvérisation des gouttes

#### III.3.2.1 Le principe

Comme expliqué dans les paragraphes précédents, lors du processus de l'agglomération en lit fluidisé, la surface des particules est mouillée suite à la pulvérisation d'un liquide soit au-dessus du lit, soit directement en son sein. Une buse dispense un jet de liquide sous une forme dispersée qui entre en contact avec les particules en mouvement. Le liquide pulvérisé peut être de l'eau ou tout autre liant dont la viscosité varie en fonction de sa composition et de la température de l'opération.

Le mécanisme de pulvérisation génère des forces de friction de fortes intensités à la surface de la buse, entraînant la fragmentation du liquide en petites gouttelettes. La taille et la distribution de taille des gouttes formées constituent des paramètres cruciaux pour maîtriser le processus d'agglomération. [20]

La pulvérisation est intrinsèquement liée au type de buse employée, ainsi qu'à la nature, au débit, à la concentration et à la température du liquide à pulvériser. Ceux-ci constituent des facteurs déterminants pour la taille des gouttes résultantes et la configuration du jet. La zone du lit de particules impactée par les gouttes pulvérisées dépend par conséquent de ces multiples paramètres, ainsi que de la position relative de la buse vis-à-vis au lit. [21]

La cinétique d'agglomération est sensiblement influencée par trois paramètres liés au procédé : la configuration de la pulvérisation, la vitesse des gouttes et le degré de mélange entre les gouttes et les particules fluidisées qui lui-même est fonction du niveau de turbulence dans le lit fluidisé. En général, les conditions pratiques de la pulvérisation doivent être déterminées suite à des expériences préliminaires effectuées sur des équipements pilotes, car il n'existe pas de modèle simple établissant un lien direct entre la pulvérisation et la cinétique d'agglomération.

### *III.3.2.2 Types de buses.*

Le choix de l'atomiseur ne conditionne pas uniquement l'énergie nécessaire à la pulvérisation, mais également la taille et la distribution de tailles des gouttelettes, ainsi que la forme et la vitesse du jet liquide. Les types d'atomiseurs, ou buses, les plus couramment utilisés comprennent :

*a) Les atomiseurs à turbine* : le liquide est introduit au centre du disque muni d'un mouvement de rotation. Sous l'influence de la force centrifuge, le liquide suit une trajectoire jusqu'au bord du disque où il est fragmenté en fines gouttelettes (voir la figure I.8.a). Le jet présente un angle de  $180^\circ$  et le diamètre moyen des gouttes générées varie entre 1 et 600 micromètre.

*b) Les atomiseurs à pression (mono-fluides)* illustrés sur la figure I.6.b : Dans ces buses, le jet est formé par conversion de l'énergie de pression en énergie cinétique lorsque le liquide traverse la buse sous pression (de 5 à 7 MPa). Le liquide entre dans l'atomiseur de manière tangentielle et émerge de l'orifice sous la forme d'un jet avec un angle variant entre  $40^\circ$  et  $140^\circ$ . La gamme de diamètres des gouttelettes formées s'étend de 10 à 800 micromètres. L'énergie consommée par ce type d'atomiseur est nettement inférieure à celle nécessaires à d'autres types d'atomiseurs (à turbine ou pneumatiques). Ce type de buses est montré sur la figure I.8.b.

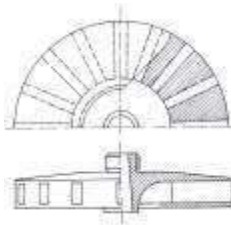
*c) Les atomiseurs pneumatiques (bi-fluides)* : Ces dispositifs sont employés pour des débits relativement faibles et offrent divers modes de pulvérisation, tels que le cône creux, le cône plein ou le jet plat. En fonction de la configuration de la buse, l'angle du jet de pulvérisation varie entre  $20^\circ$  et  $60^\circ$ . La pression de l'air comprimé employé se situe entre 0,15 et 0,8 MPa. La dispersion du liquide en gouttelettes fines (de 5 à 300 micromètres) est assurée par les forces de cisaillement induites par le gaz d'atomisation sur la phase liquide. Pour ce type d'atomiseur, l'écoulement de l'air dans l'espace annulaire de la buse prévient l'évaporation du liquide à l'intérieur de celle-ci. On distingue deux types des buses en fonction du lieu de mélange des flux de gaz et de liquide :

a. *Buses à mélange interne* : la dispersion du liquide en gouttes est effectuée à l'intérieur de la chambre de la buse (Figure I.8.c).

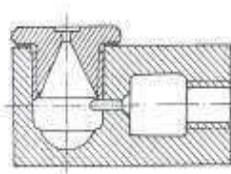
b. *Buses à mélange externe* : Les deux phases gaz et liquide se rejoignent à la sortie de l'orifice (Figure I.8.d). Ce type de buse est recommandé dans le cas de l'utilisation de liquides visqueux.

Certaines buses pneumatiques sont conçues pour comporter les deux configurations, en l'occurrence avec mélange interne et externe. Il s'agit notamment des buses à trois fluides utilisées pour des liquides très visqueux.

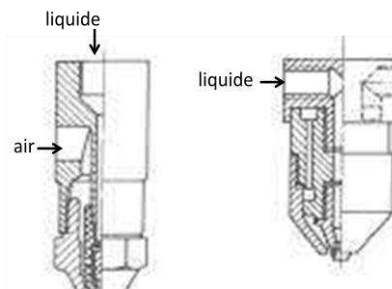
Il est à noter qu'il existe d'autres types d'atomiseurs employés pour des cas particuliers de pulvérisation : systèmes soniques, électrostatiques et flashing [22].



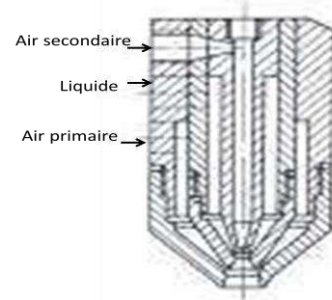
a. Turbine



b. Buse à pression (mono-fluide)



Buses pneumatiques bi-fluides :  
c. Mélange interne d. Mélange externe



e. Buse pneumatique combinée de mélange interne-externe (trois fluides)

**Figure I.8 : Types d'atomiseurs.**

### III.3.3 Les collisions en lit fluidisé

La formation des ponts liquides se produit uniquement en cas de collision entre des particules mouillées, condition liée à une agitation suffisante et à une concentration adéquate des particules au sein du lit fluidisé. C'est un phénomène qui est aussi tributaire de la disponibilité de volume de liant suffisant ainsi que d'une viscosité adéquate. La force d'adhésion entre particules est déterminée simultanément par la taille des particules et les caractéristiques physiques de la solution de liant pulvérisée. Dans ce qui suit, on va développer les phénomènes qui se produisent lors des différentes étapes du processus de formation des agglomérats.

#### III.3.3.1 Contact gouttes – particules solides

Cette première étape peut être subdivisée en trois niveaux :

1. *La collision entre les gouttes et les particules* : les gouttelettes et les particules doivent initialement entrer en contact avant de pouvoir adhérer. L'étude de Panda et al. [23] a montré qu'il est possible d'exprimer la vitesse de dépôt du liquide ( $\Delta m$ ) à la surface des particules comme le produit de la quantité de collisions ( $\eta c$ ) et de la quantité d'adhésion ( $h$ ). Ces grandeurs dépendent des paramètres du procédé et des propriétés physiques des particules et des gouttes.

$$\Delta m = \eta c \cdot h \dots\dots\dots I.1$$

Avec:

$$h = Ca^{0.7706} Re_g^{-2.1} \left( \frac{d_g}{d_p} \right)^{-1.0265}$$

$$Re_g = \frac{U_g d_g \rho_a}{\mu_a}$$

$$\eta c = Re_g^{-1} \left( \frac{d_g}{d_p} \right)^{-0.314}$$

$$Ca = \frac{U_g \mu_L}{\sigma_L}$$

Où  $U_g$  vitesse caractéristique du liquide (goutte),  $Ca$  est un nombre adimensionnel appelé nombre capillaire,  $Re_g$  est le nombre de Reynolds pour les gouttes.

2- Suite au contact entre la gouttelette et la particule, deux comportements peuvent se produire: soit le rebond soit l'attachement de la goutte sur la particule. L'efficacité de l'impact dépend fortement de la vitesse des gouttes. Au-dessus d'une vitesse dite critique et notée " $U_c$ ", les gouttes rebondissent à la surface des particules et il ne se produit pas d'adhésion. Une équation a

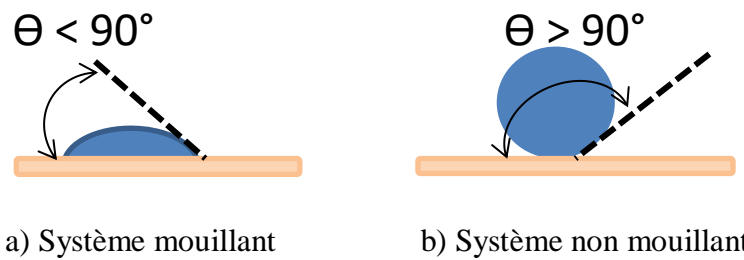
été établie par Link et Schlunder (1997) permet de déterminer cette vitesse critique dans le cas d'une goutte entrant en collision avec une surface horizontale sèche. Ils proposent :

$$U_c = \frac{4\mu_L}{d_g \rho_L ((3 \tan(\theta/2) + \tan^3(\theta/2))^{-2/3} (\tan^2(\theta/2)))} \dots \dots \dots \text{I.2}$$

où  $\mu_L$  représente la viscosité du liquide,  $d_g$  le diamètre de la goutte,  $\rho_L$  la masse volumique du liquide et  $\theta$  l'angle de contact entre la goutte et la particule.

La détermination de l'angle de contact " $\theta$ " entre le liquide et le solide (Figure I.7) permet d'évaluer la mouillabilité d'une surface plane par un liquide [13]

- ✓  $\theta = 0$ , le mouillage est parfait,
- ✓  $0^\circ < \theta < 90^\circ$ , le solide est mouillable (hydrophile) à des degrés divers ;
- ✓  $\theta > 90^\circ$ , le solide est non mouillable (hydrophobe).



**Figure I.9 :** Cas de figures concernant le mouillage d'une surface plane solide par un liquide [13].

3. L'adhésion des gouttes à la surface des particules est influencée par les caractéristiques du liquide, notamment sa composition, sa tension superficielle, sa viscosité et sa température, ainsi que par les propriétés de la surface solide et les conditions thermiques au sein du lit. [12]

### III.3.3.2 Collisions particule-particule

Dans leurs recherches, Ennis et al [18] ont identifié trois mécanismes de croissance des particules, et cela en fonction du nombre de Stokes. Le nombre de Stokes, donné par l'équation I.3, compare l'énergie cinétique de la collision avec l'énergie dissipée à cause de la viscosité du liquide. Une collision entre deux particules est considérée comme efficace si le nombre de Stokes est inférieur à la valeur critique  $St_c$  que l'on peut calculer par l'équation I.4. Plusieurs expressions sont établies pour le nombre de Stokes, mais celle de l'équation I.3 est la plus couramment utilisée.

$$St = \frac{\rho_p d_p U_p}{16\mu L} \dots\dots\dots I.3$$

$$\acute{S}t = \frac{8\rho_p r_p U^o}{9\mu L} \dots\dots\dots I.4$$

$U^o$  est la vitesse relative de collision entre les particules dans le cas particulier du lit fluidisé donné par l'équation :  $U^o = 6U_b d_p / d_b$ .

$U_b$  et  $d_b$  représentent respectivement la vitesse et le diamètre des bulles dans le lit fluidisé.  $d_p$  est le diamètre des particules, L est la distance entre l'extrémité de la buse et le faisceau laser.

Lorsque  $St < \acute{S}t$  pour toutes les particules constituant le système, le régime de croissance des particules est qualifié de "*noninertiel*". Dans ce cas, toutes les collisions sont efficaces et la croissance des particules par agglomération se produit d'une façon accélérée. Ainsi, la croissance va dépendre uniquement de la viscosité de la solution, de la taille des particules et de l'énergie de collision. A mesure que les particules commencent à grossir, *le nombre de Stokes* s'approche de la valeur limite pour certaines particules et le régime devient "*inertiel*". On assiste à un ralentissement de la croissance. Lorsque toutes les particules atteignent des valeurs du nombre de Stokes similaires à la valeur limite, cela signifie qu'elles croissent à un rythme équilibré. Cette croissance équilibrée implique à la fois la rupture et l'agglomération. [8].

### III.3.3.3 Ponts liquides

Dans leur étude, Newitt et Conway [24] ont identifié quatre états des ponts liquides et cela selon la quantité de liquide présente entre les particules. Il s'agit des états : pendulaire, funiculaire, capillaire et goutte que l'on peut voir sur la figure I.10.

Dans l'état pendulaire, le liquide forme des ponts aux points de contact entre les particules solides. Lorsqu'il y a plus de liquide, les particules ne sont pas aussi attirées les unes vers les autres ce qui rend le liquide dans l'état funiculaire. S'il y a suffisamment de liquide pour remplir les espaces entre les particules, on parle de l'état capillaire. Finalement, lorsque les particules sont totalement dispersées dans le liquide, on observe l'état de goutte.

En générale, les ponts liquides sont caractérisés par la force ( $F_{pliq}$ ) à laquelle participent la pression capillaire  $\Delta P_c$  et la tension superficielle  $\sigma_L$  entre le liquide (solution liante) et le gaz (Figure I.11). Dans le cas des ponts liquides pendulaires, cette force  $F_{pliq}$  est donnée par :

$$F_{pliq} = \pi \cdot \Delta P_c \cdot R_2^2 + 2\pi \cdot R_2 \cdot \sigma_L$$

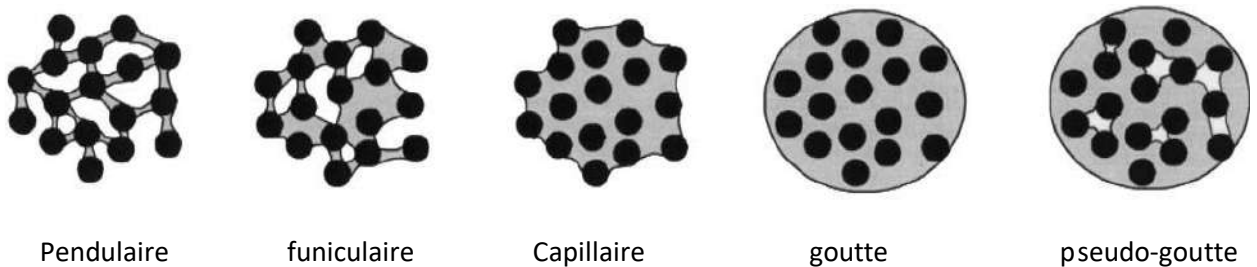
Où la pression capillaire est exprimée par :

$$\Delta P_c = \sigma_L \cdot \left( \frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right)$$

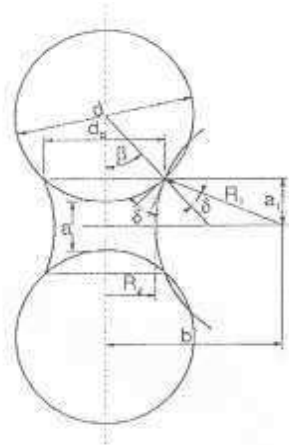
donc

$$F_{pliq} = \pi \cdot \sigma_L R_2 \cdot ((R_2/R_1) + 1)$$

L'augmentation en taille des particules au cours du procédé d'agglomération en lit fluidisé n'est faisable que si ces forces de liaison entre particules sont majoritaires. Les propriétés des matériaux jouent un rôle crucial dans la formation et la consolidation de ces liaisons. [6]



**Figure I.10** : Les différents états de saturation de liquide-bondissent des granules [4]



**Figure I.11** : Modèle d'un pont liquide. [6]

#### III.3.3.4 Consolidation par séchage

Le processus de séchage des particules agglomérées induit la transformation des ponts liquides en ponts solides. Cette consolidation des ponts mène à la croissance des agglomérats. La phase de séchage dépend du débit, de l'humidité relative du gaz de séchage dans le lit ainsi que de la vitesse et de l'aptitude de la solution liante à sécher.



L'ingénierie de l'étape de séchage est effectuée via l'écriture des bilans de matière et de chaleur dans le lit fluidisé. La résolution simultanée de ceux-ci permet d'établir les grandeurs suivantes : l'évolution de la température le long du lit, la température de sortie de l'air, la quantité de solvant évaporée, la teneur en eau dans les particules et l'humidité de l'air en sortie. La détermination de l'humidité des particules tout au long du processus de granulation permet d'identifier les conditions de débit de la solution de pulvérisation pour lesquelles le phénomène de granulation est prépondérant (mouillage des particules juste suffisant sans prise en masse).

Les agglomérats obtenus doivent posséder une résistance mécanique suffisante leur permettant de résister aux contraintes de production, manutention et transport. En contre-partie, pour les propriétés spécifiques d'instantanéisation, les ponts doivent pouvoir se rompre facilement dans le liquide de reconstitution [6].

### *III.3.3.5 L'attrition des particules*

L'usure (ou l'attrition) des particules résulte des contraintes mécaniques, telles que les collisions entre particules ou contre les parois, (engendrées par l'agitation intense au sein du lit fluidisé).

En guise de conclusion, principaux paramètres impactant le processus d'agglomération en lit fluidisé sont:

#### *Paramètres relatifs à l'appareil*

- Granulateur : taille et forme
- Grille de distribution d'air
- Buse de pulvérisation : position
- Pression positive ou négative

#### *Paramètres opératoires*

- Fluidisation : débit du gaz, sa température et son humidité.
- Charge initiale de particules
- Pulvérisation : type et configuration de buse, débit

#### *Paramètres relatifs au produit*

- Liant : nature et quantité
- Solution de liant : solvant, concentration, température
- Particules : diamètre, aptitude au mouillage, fluidisabilité, état de surface.

CHAPITRE II  
LE COUSCOUS

Au niveau de ce chapitre, on présente un recueil de données bibliographiques qui nous permettront de caractériser la matière première employée dans la fabrication du couscous, en l'occurrence "les céréales". Ensuite, une comparaison entre les processus artisanaux de fabrication de couscous et les processus industriels sera abordée. Nous terminerons par quelques précisions et grandeurs concernant la qualité du couscous.

## I. Les céréales

A travers le monde, 692 millions d'hectares de terres sont cultivés par des céréales. Cela représente plus de 15 % de la surface agricole mondiale d'après l'USDA (2011/2012) [25]. On voit à travers ces chiffres l'importance fondamentale de cette culture dans la nutrition contemporaine de l'humanité.

### I.1 Définition

Une céréale est une plante cultivée utilisée dans l'alimentation des humains et des animaux domestique souvent concassée sous forme de semoule ou de farine raffiné ou complète. Ces plantes peuvent aussi être consommées sous forme de fourrage, mais le mot céréales signifie spécifiquement les graines de ces plantes.

Ce mot englobe une large gamme des plantes comme le seigle, le maïs, le riz, le sorgho, l'orge et le blé. Ce dernier est la céréale principale utilisée pour la fabrication de couscous.

### I.2 Le blé.

C'est une plante monocotylédone classifiée dans le genre *Triticum* au sein de la famille des Gramineae. Il s'agit d'une céréale dont le grain est un fruit sec, appelé caryopse. Le grain est principalement constitué d'une graine et de téguments. Les deux variétés les plus couramment cultivées sont le blé dur (*Triticum durum*) et le blé tendre (*Triticum aestivum*). [28]

Les composants du grain de blé se répartissent de manière non homogène au sein des différentes fractions histologiques du grain. Une graine de blé est constituée de trois parties distinctes : l'amande (partie principale), l'enveloppe et le germe, chacune ayant une composition différente. Une caractéristique notable de cette graine est que les trois quarts des constituants minéraux et des vitamines se trouvent dans le germe et les enveloppes.

*L'amande* est caractérisée par sa richesse en gluten et en amidon. Le gluten étant la protéine responsable de l'aspect panifiable du pain en raison de son rôle dans l'élasticité de la pâte.

*L'enveloppe*, quant à elle, est riche en fibres alimentaires et en minéraux. Cela explique la teneur élevée en fibres des farines complètes.

*le germe* contient une fraction élevée en matières grasses, en enzymes et en vitamines liposolubles. [26]

Pour la production de pâtes, deux variétés de blé, distinctes du point de vue botanique, sont actuellement employées. Leurs caractéristiques sont regroupées comme suit :

<i><b>Blé tendre</b></i>	<i><b>Blé dur</b></i>
arrondie	Allongée
Blanc	Jaune ambré
friable à résistante	Très vitreuse et donc très résistante
	Teneur en protéines élevée

Le blé dur est indigène en Afrique du Nord, ainsi il sert de grain de céréale principal à plusieurs des préparations de nourriture, tel que le couscous.[28]

## II. Le couscous

### II.1 Définition - origine.

Le couscous est le produit fabriqué à partir de la semoule de blé dur, dont les grains sont agglomérés en granulés de 1 à 2 millimètres de diamètre. L'opération se fait en incorporant de l'eau potable, puis par sa soumission à des traitements physiques tels que le séchage et la pré-cuisson [27, 28, 29].

Originaire d'Afrique du Nord [30], le couscous est un aliment largement consommé à l'échelle locale, mais au fil du temps, sa popularité a de loin dépassé les frontières du continent africain. Bien que la variété la plus courante soit le couscous de blé dur à petits grains, les Maghrébins sont familiers avec d'autres variantes telles que le couscous à grains très gros "Barkoukch", à grains moyens "âiche" et le couscous à base d'orge.

### II.2 La valeur nutritionnelle

Le couscous est une bonne source d'hydrates de carbone complexes à faible teneur en matière grasse. C'est un aliment doté d'une teneur élevée en glucides, en phosphore, en fibres et en vitamine B, tout en présentant une faible teneur en lipides, en sodium et en certains acides

aminés essentiels comme la lysine. En revanche, sa concentration notable en amidon contribue à un apport calorique appréciable. [31]

En servant 1/2 tasse cuite, elle contient les nutriments reportés dans le tableau II.1 [32].

**Tableau II.1 : la valeur nutritionnelle de couscous**

Calories	88 calories
Hydrate de carbone	18 g
Cholestérol	0 mg
Fibre diététique	1 g
Graisse (total)	0 g
Protéine	3 g
Sodium	4 mg
Potassium	46 mg



**Figure II.1** le plat de couscous

### II.3 Historique

Le blé dur est indigène en Afrique du Nord, ainsi il sert de grain de céréale principal à plusieurs des préparations de nourriture dans ces pays [32], tels que le couscous. Ce dernier est un plat maghrébin, d'origine berbère, populaire dans plusieurs pays à travers le monde.

L'origine étymologique du terme "couscous" semble découler du son produit lors du tamisage des graines de couscous, qui fait un bruit caractéristique de "keskes"[30]. Il semblerait par ailleurs que ce mot vient à la fois de l'arabe KOUSKOUS et du berbère K'SEKSU, qui désigne au même temps la semoule de blé dur et le plat dont elle est l'ingrédient de base [33].

Ça reste une agrafe en Algérie, en Libye, au Maroc, en Egypte et en Tunisie. Puisque le processus de fabrication de couscous peut être réalisé à la maison, il est plus commun que les pâtes dans ces régions, et la capacité de le faire est une compétence admirée. [32]

## II.4 Qualité de la semoule dirigée vers la fabrication du couscous

Le couscous industriel est fabriqué en combinant une proportion d'un tiers de grosse semoule (630 à 800 micromètres) et deux tiers de semoule fine (250 à 630 micromètre) [28]. Dans les recommandations du Codex Alimentarius (FAO, 1996), la semoule utilisée pour la fabrication du couscous doit être soit une semoule appelée "grosse moyenne" dont le grain a un diamètre compris entre 183 et 700 micromètres, soit un mélange de 70 à 80 % de semoule grosse (475 à 700 micromètres) et 20 à 30% de semoule fine (130 à 183 micromètres) [34].

Une enquête menée par Derouiche [36] en Algérie a révélé que les ménagères orientent leur choix de semoule en fonction de trois critères principaux : la granulométrie, la couleur et la pureté. La majorité des ménagères choisissent l'emploi d'un mélange de semoule moyenne et de farine de blé dur pour la préparation du couscous, avec des proportions égales ou légèrement supérieures en faveur de la semoule moyenne.

La qualité couscoussière d'une semoule se caractérise par une teneur élevée en protéines (13,5 % en base humide) [28]. Cela se traduit peut-être chez les ménagères par l'attrance de la couleur jaune et la pureté de la semoule. Il est à noter qu'effectivement, la pigmentation jaune est d'autant plus marquée que la semoule ou le blé contienne d'avantage de protéines.

## II.5 Processus artisanal de fabrication.

La production artisanale du couscous impliquait autrefois la participation d'une main-d'œuvre importante. Selon la tradition, les femmes se réunissaient pendant plusieurs jours et préparaient les quantités requises pour la consommation annuelle de leurs familles. L'évènement prenait des airs de festivités. [34]



Figure II. 2 La production artisanale du couscous

La méthode traditionnelle pour fabriquer le couscous consiste à mélanger l'eau et la semoule de blé dur dans une *guessâa* ou tout autre plat à condition qu'il soit fabriqué en bois. Ensuite, il faudrait malaxer le mélange entre les paumes des mains pour former des agglomérés ou de granulés fins de formes irrégulières. Par la suite on procède à l'examen des granulés à la taille appropriée par des tamis spécifique, suivie d'une pré-cuisson à l'aide de la vapeur d'eau. Finalement le couscous sélectionné à la taille appropriée est séché à l'air libre par le soleil. Le couscous ainsi séché possède une longue durée de conservation. Chacune de ces étapes vise un objectif spécifique et est réalisée selon une certaine procédure. Dans ce qui suit, nous allons détailler ces étapes. [34]

### II.5.1 Préparation de la semoule

Il s'agit d'une opération de tri et de purification. La semoule est soumise au tamisage, permettant la séparation et la récupération de la semoule fine. La grosse semoule demeure au-dessus du tamis et est récupérée séparément. [34]

### II.5.2 Pré-cuisson de la semoule

C'est une étape pas vraiment nécessaire. Dans certaines régions, elle est éliminée des étapes de préparation. Cette étape est réalisée en vue de l'augmentation du rendement de l'opération par l'évitement de la formation des grosses boulettes mouillées pendant l'agglomération. Après, cette semoule est laissée au repos pour sécher pendant toute une nuit.

### II.5.3 Le roulage

C'est l'étape d'agglomération de la semoule. Elle se fait en trois étapes répétitives indépendantes :

- *L'étape 1* : La semoule grossière est disposée dans un vaste récipient en bois appelé *guessâa*. Cette semoule est humidifiée avec de l'eau et agitée à l'aide de doigts partiellement fléchis, des deux mains, créant ainsi un effet de râteau pour répartir uniformément l'humidité dans la semoule. Il est essentiel de désagréger les grumeaux qui se forment pendant l'hydratation-malaxage de la semoule à l'aide de tamis. Cette étape est parfois omise, en passant directement au mélange des trois ingrédients : semoule grossière, semoule fine et eau. De l'avis de certains auteurs [34], il s'agit d'une étape cruciale car c'est à ce stade que le noyau du grain de couscous prend forme, et la qualité couscoussière de la semoule est appréciée. Il s'agit donc d'une étape de "grenaison".

- *L'étape 2* : Cette phase se caractérise par l'ajout alterné d'eau et de semoule fine. Elle vise à grossir les grains formés lors de la première étape. L'eau est utilisée pour humidifier les grains

et faciliter l'adhésion des particules de la semoule fine en surface. Les grains de couscous constitués au cours de cette étape sont séparés par un tamis caractéristique dit mâaoudi (refus) et mis de côté pour éviter un agrandissement excessif. Le matériau passant par ce tamis subit les mêmes étapes décrites précédemment (ajout d'eau, puis de semoule fine ensuite roulage et tamisage) jusqu'à ce que le produit de la première étape soit presque entièrement transformé en couscous. Cette étape peut être qualifiée d'étape de "mise en forme". [34]

- *L'étape 3* : Les grains issus de la deuxième étape du processus de fabrication subissent d'abord une opération de calibrage au moyen de tamis « sekkat » puis « mâaoudi » afin de calibrer ces grains, tout en brisant ceux qui sont excessivement grands ou agglutinés. Pour réduire la formation de grumeaux au fond du tamis, une petite quantité de semoule fine est ajoutée, puis ceux-ci sont roulés dans la paume des mains. L'ultime étape serait la soumission du couscous au tamis « reffad » pour éliminer la semoule restante et les grains excessivement fins qui sont ensuite roulés à nouveau dans la « guesâa ». À ce stade, le couscous est prêt pour la cuisson.

#### II.5.4 Pré-cuisson à la vapeur

Généralement, la plupart des procédés de fabrication du couscous de blé dur incluent au moins une phase de pré-cuisson à la vapeur d'une durée de quelques dizaines de minutes.

#### II.5.5 Le séchage

Le couscous formé s'étale en couches minces sur des draps spéciaux pendant quelques jours (selon l'humidité relative) pour sécher à l'air libre et arriver à une teneur en eau finale réduite (ne dépassant pas 13,5 %).

### II.6 La fabrication de couscous à l'échelle industrielle.

Suite à son mélange avec de l'eau, la semoule est introduite dans un rouleur à tambour rotatif qui façonne les boules de couscous. Après plusieurs ajustements de calibrage, le couscous est acheminé vers un cuiseur à vapeur. À la sortie de cet équipement, le produit est séché dans un séchoir rotatif, puis refroidi dans un refroidisseur. En fin de ce processus, l'humidité est de 12,5%. Après refroidissement, le couscous est dirigé vers un tamiseur dont le rôle est de séparer les différentes tailles du couscous. Le couscous fin et moyen est enfin conditionné en vue de sa commercialisation. [35]

De façon plus détaillée, La fabrication industrielle du couscous implique six étapes distinctes :

- ✓ Mélange de 100 kg de semoule de blé dur, 30 litres d'eau et éventuellement 0,3 à 0,5 kg de sel. A titre d'exemple, dans le complexe "Latrache Yousef" d'El-harrouch – Algérie,



Cette opération, d'une durée d'environ 15 à 25 minutes, est réalisée dans une presse équipée de ce qui suit : Un agitateur doseur semoule, une mélangeuse double, une centrifugeuse horizontale et une centrifugeuse verticale [34]. La presse utilise une turbine à palettes tournant à grande vitesse (250 tr/min et 750 tr/min dans les centrifugeuses horizontale et verticale respectivement) pour homogénéiser l'humidification et agglomérer le mélange en petites granules.

✓ roulage des particules initiales de semoule pour provoquer l'agglomération en grains de dimensions variables, généralement dans la gamme de diamètre moyens situé entre 500 et 800  $\mu\text{m}$ , voire encore plus. Les cylindres alvéolés, qui prennent l'air de tambours rotatifs, permettent le roulage de la semoule par frottement des palettes sur une toile tournant dans le sens inverse du tambour. L'appareil assure ainsi deux fonctions, à savoir le roulage et le tamisage des grains. Le rôle du plansichter qui vient en aval et qui est composé de deux tamis à mouvement circulaire, est d'assurer le calibrage final du produit.

✓ Cuisson à la vapeur sur une durée d'environ une dizaine de minutes.

✓ Séchage pendant quelques heures à une température variant entre 50°C et 70 °C.

Le but est d'obtenir un produit qui présente une humidité finale comprise entre 12 et 14 % sur la base de la matière sèche. Le séchage est suivi d'un refroidissement du produit.

✓ Calibrage sur des tamis, générant deux catégories de couscous dans le cas de l'exemple du complexe sus-cité, à savoir couscous gros (1,25 mm à 2,24 mm de diamètre) et moyen (0,65 mm à 1,25 mm de diamètre).

✓ Recyclage des grains trop fins ou excessivement gros. [34]

La capacité de production des unités industrielles est de l'ordre de 500 kg/h [34].

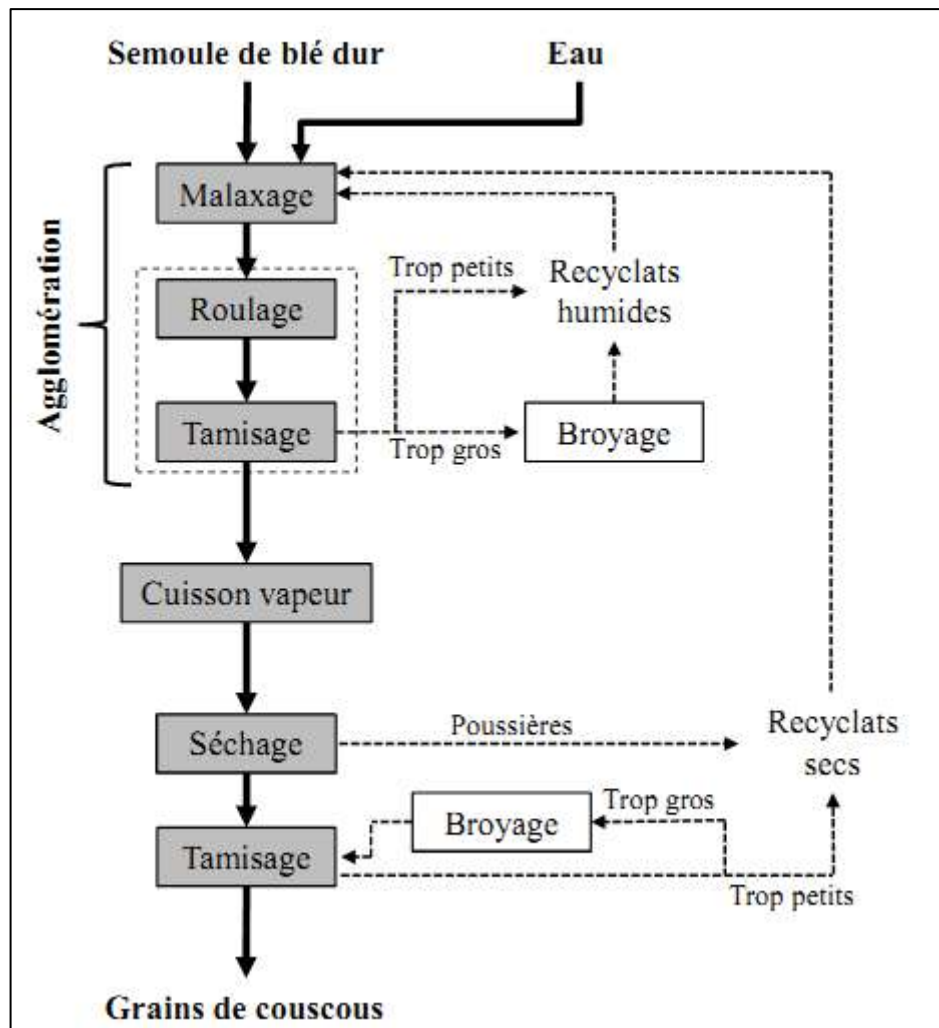


Figure II.3 Schéma de fabrication industrielle de couscous

### II.6.1 Mécanismes physico-chimiques mis en jeu aux différentes échelles.

Très peu d'études ont abordé la question de la fabrication du couscous aux échelles macroscopique, microscopique et moléculaire.

#### ➤ *Echelle macroscopique*

Trois étapes critiques de la fabrication méritent d'être soulignées, [38],

- L'étape d'**addition d'eau** et de **malaxage** est réalisée de manière à incorporer des quantités adéquates d'eau à la semoule sèche, en la distribuant de manière homogène au-dessus des particules. Les étapes d'hydratation et de roulage induisent une oxydation notable des pigments caroténoïdes suite à l'action des lipases et des lipoxigénases. Un brunissement attribuable au polyphénol oxydase peut aussi faire son apparition au cours de cette étape.

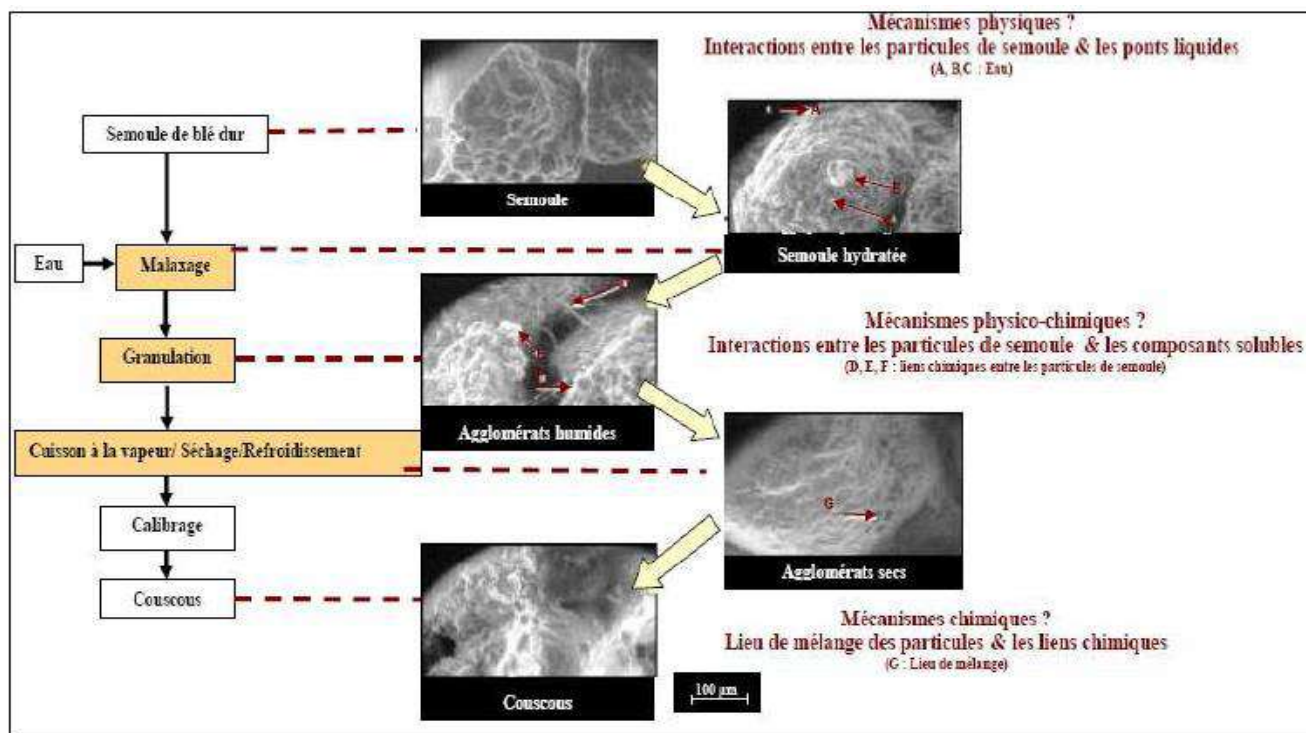
- L'étape de la **granulation** favorise l'agrégation des particules initiales de semoule pour former les grains de couscous. La granulation résulte de l'apport externe d'énergie mécanique lors du processus de malaxage et de roulage.

• Les étapes de **pré-cuisson à la vapeur** et du **refroidissement** ultime visent à gélatiniser l'amidon, alors que le rôle du **séchage** est à la fois la stabilisation du produit fini en réduisant sa teneur en eau et l'amélioration de la coloration du couscous produit.

### ➤ *Echelle microscopique*

Les études menées par Cuq et Abecassis [38] ont abouti à la présentation de microphotographies des particules de semoule sèche, de semoule après l'hydratation, et de granulés de couscous fins (Figure II.1). Pour tenter de comprendre le mécanisme engagé dans la formation des grains de couscous, ils ont avancé trois hypothèses. Selon eux, la transformation de la semoule en particules de couscous pourrait être due à un système complexe de :

- Interactions de natures physiques (entre les particules de semoule)
- Interactions de natures physico-chimiques (entre les composants de blé dur)
- Interactions de natures chimiques (entre les groupements réactifs présents dans les protéines).



**Figure II.4** Hypothèses du mécanisme de formation des grains de couscous [37]

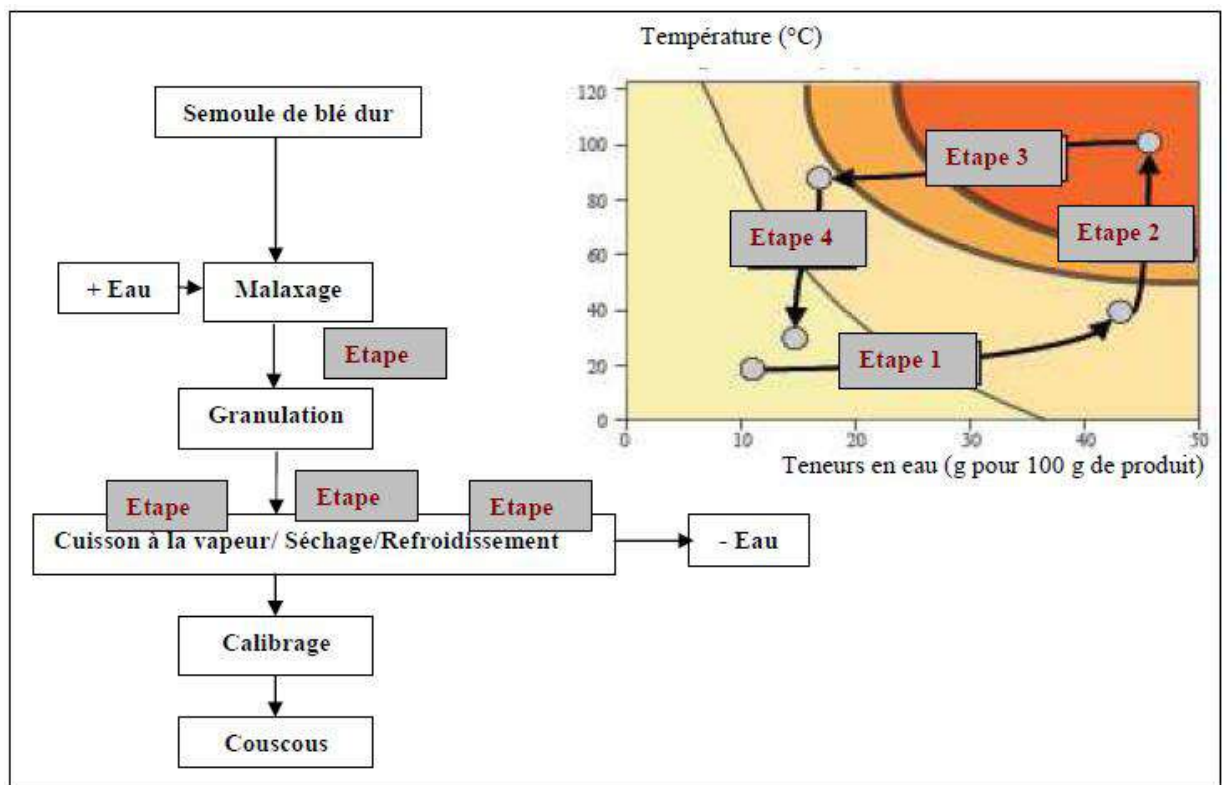
### ➤ *Echelle moléculaire*

Au niveau microscopique, la caractérisation du processus de fabrication du couscous est approfondie en tenant compte de la réactivité des composants du blé dur, notamment l'amidon

et les protéines. Sur la figure II.2, Les diagrammes d'état de l'amidon et des protéines sont juxtaposés à celui de la "température – teneur en eau". On voit apparaître les principaux changements chimiques suivants :

- La transition vitreuse des protéines ;
- La réticulation des protéines ;
- La gélatinisation de l'amidon.

Au cours du procédé de fabrication du couscous, les variations du contenu en eau et de la température engendrent des altérations significatives de la réactivité des composants de la semoule. Il est à noter toutefois que la formation d'un réseau de gluten n'a pas été observée pendant la fabrication du couscous, probablement en raison des faibles teneurs en eau et des niveaux limités de malaxage [38].



**Figure II.5** Juxtaposition des étapes de fabrication du couscous et le diagramme d'état des composants de blé dur, l'amidon et les protéines [37]

## II.7 Estimation de la qualité de couscous

La qualité d'un couscous est considérée comme satisfaisante lorsque :

- La taille de ses particules est homogène,
- Il n'y a pas d'odeurs étranges,
- Le couscous paraît jaune.

- Quand on le prépare, qu'on le cuit à la vapeur et qu'on y met de la sauce, ça ne colle pas.

Pour vérifier que la qualité de couscous est bonne, nous examinons sa taille, sa sensation et la façon dont il gonfle lorsque nous ajoutons de l'eau (il ne doit pas y avoir de prise en masse) ainsi que sa couleur et sa texture. On voit aussi s'il tient bien quand on le cuit ou qu'on y ajoute de la sauce. Ces critères sont aussi repris en totalité ou en partie par Guezlane et Abecassis [16] et par la norme française AFNOR (NF V 50-001 1992) [34].

## II.8 Paramètres exerçant une influence sur la qualité du couscous

### II.8.1 Paramètres relatifs à la matière première

La qualité du couscous est influencée significativement par des paramètres relatifs aux grains de semoule tels que la dureté, la concentration en protéines, la teneur en gluten et la granulométrie.

#### ✓ *Composition biochimique des matières premières*

##### *Protéines*

La relation entre les protéines et la qualité finale du couscous cuit a été beaucoup discutée dans la littérature et les résultats sont variés. Boudreau et Menard [28] ont montré une proportionnalité entre la qualité du couscous d'une part et la quantité de protéines et l'absorption d'eau par les grains formés au cours du roulage d'autre part. Debbouz et al. [39] ont montré que la teneur en protéines des semoules de blé dur agit de façon inversée sur l'aspect collant du couscous. Ils ont indiqué que plus la teneur en protéine est élevée, moins le couscous est collants. La matrice protéino-glucidique empêcherait l'amylose de l'amidon de migrer vers la surface des grains de couscous ou cours de la cuisson.

##### *Lipides*

Les recherches examinant l'effet des lipides sur la qualité finale de couscous sont mitigées. Matsuo et al ont démontré que la teneur en lipide de la semoule affect directement la couleur et les caractéristiques de cuisson des pâtes [40]. En ce qui concerne le couscous, deux études différentes sont mise en avant : Ounane et al [38] indiquent que la qualité des couscous cuits reste indépendante du contenu total en lipides des semoules utilisées [38], d'autre part Yesli [41] mettent en évidence que la fabrication de couscous à partir de semoules délipidées réduit le rendement, affecte la couleur du couscous, favorise le caractère collant et modifie la capacité d'hydratation.

### ***Amidon endommagé***

L'étude réalisée par Galiba *et al.* [43] a indiqué qu'il existe une corrélation positive entre le taux d'amylose dans les fines semoules et les quantités d'eau apportées aux étapes de roulage et cela au cours de la fabrication des couscous de sorgho. Les fortes corrélations constatées entre l'amidon endommagé d'une part, et le collant et le temps de réhydratation des couscous d'autre part peuvent avoir leurs origines dans les quantités de matériel solubilisé couvrant la surface du couscous. D'après ces auteurs, l'effet du temps de réhydratation sur l'aspect collant du couscous peut être attribué en partie aux quantités d'eau restant sur la surface des grains de couscous. En effet, il a été remarqué que le taux d'absorption de l'eau est relativement bas. Par opposition aux produits pastiers, le matériel solubilisé au cours de la cuisson du couscous n'est pas perdu. Il reste sur la surface du couscous et subit le traitement thermique à la vapeur d'eau. Ceci confère au couscous son caractère collant. Par ailleurs, les farines fines contenant des amidons composés en intégralité d'amylopectine donneraient des couscous extrêmement collant, inacceptables par les consommateurs. [37]

### ***Pigments caroténoïdes et Cendres***

Selon Derouiche [36], les femmes Algériennes tendent à orienter leur choix sur la semoule jaune pour fabriquer le couscous, car d'après l'expérience qu'elles ont acquis, la semoule jaune permet de préparer du couscous de bonne qualité. Ceci est confirmé par les études menées par Boudreau et Ménard [28] qui ont souligné que la valeur boulangère de la semoule de blé dur est directement liée à sa teneur en protéines.

D'autre part, concernant les cendres, l'étude de Benatallah *et al.* [37] a montré qu'il existait une relation inverse entre le caractère collant du couscous et sa teneur en cendres [37].

### ***✓ Taille des particules***

Dans la production de couscous, la granulométrie des matières premières utilisées pour fabriquer le couscous est très importante. Selon Dexter *et al.* [44], la semoule fine obtenue en augmentant le taux d'extraction (pendant le roulage) entraîne une augmentation de la teneur en protéines, de l'amidon endommagé et une coloration brune résultant d'une teneur élevée en cendres. Aussi, Debbouz *et al.* [39] ont montré que la semoule fine absorbe plus d'eau que la semoule moyenne ou grosse lors du mélange et d'agglomération. Cela affecte donc négativement le rendement du procédé de production de couscous et conduit à la formation de gros agglomérats.

### II.8.2 Influence des conditions de fabrication

#### ✓ Effet du procédé

Le couscous artisanal reste toujours, aux yeux des consommateurs, meilleur que le couscous industriel [45]. La technique adoptée lors du processus de fabrication est très importante pour la qualité culinaire du couscous (dureté, élasticité, collant). D'un point de vue technique, le couscous artisanal est plus homogène, possède une surface uniforme et plus lisse et de forme principalement ronde. Par contre, le couscous industriel est composé de particules à contours rugueux et possédant des formes irrégulières.

Les performances de cuisson et les tests gustatifs indiquent la supériorité du couscous fait de façon artisanale et cela en termes de la désintégration, du collant et de l'acceptabilité [34].

#### ✓ Effet des conditions mécaniques et hydro-thermiques

Les propriétés culinaires du couscous sont largement déterminées par les conditions de fabrication. Ainsi, l'indice de gonflement augmente significativement avec le taux d'hydratation de la semoule. Il a également été observé que la taille des grains de couscous augmente avec l'augmentation de la teneur en liquide [41]. Ceci a été confirmé aussi par Guezlane [45], qui a souligné qu'une hydratation insuffisante menait à une diminution significative du taux de roulage en faveur des fractions fines.

Il s'avère aussi qu'augmenter le temps de malaxage est très bénéfique pour le rendement du couscous [45]. Par contre, l'augmentation de la durée de malaxage conduit à une augmentation de la délitescence, tandis que l'indice de gonflement diminue.

La dégradation des pigments caroténoïdes est observée notamment lors de l'étape de l'hydratation et du roulage, avec une manifestation plus prononcée dans le cas du couscous industriel. Divers arguments suggèrent l'apparition d'un brunissement d'origine polyphénol oxydasique, ajouté au brunissement intrinsèque des produits, au cours de la transformation (notamment durant l'hydratation et l'élévation de la température au cours du séchage) des semoules insuffisamment purifiées. En revanche, la pré-cuisson du couscous favorise l'augmentation de l'indice de jaune. [34]

#### ✓ Effet du séchage

Le processus de séchage des pâtes à des températures élevées ou très élevées (70-100 °C) produit des effets techniques différents, en fonction de la teneur en eau des pâtes auxquelles la température est appliquée. Lorsque des températures élevées sont employées au début du processus de séchage (aux instants où la teneur en eau est élevée), elles génèrent une

amélioration de la coloration des produits, bien que leur qualité culinaire n'en soit que très peu affectée.

En revanche, l'application de températures élevées à la fin du séchage (à faibles teneur en eau) se traduit par une amélioration significative de la qualité culinaire, bien qu'une nuance rouge puisse apparaître dans la couleur de la pâte. Ces conditions peuvent favoriser la survenue de réactions de Maillard. [34]



# **PARTIE EXPÉRIMENTALE**

## CHAPITRE III

# MATERIEL ET METHODES

Dans ce troisième chapitre, les méthodes d'analyse et les appareils utilisés au cours des expériences seront présentés.

## I. Caractérisation de la semoule utilisée.

La matière première utilisée au cours de nos expériences est la semoule supérieure de blé dur que nous nous sommes procuré après des commerces. Elle a été produite le 10 Janvier 2016 par les moulins Bousbie (El-Taref - Algérie). Le lot de 25 kg est conditionné dans un emballage en fibres synthétiques et conservé à température ordinaire dans un endroit sec (humidité relative inférieure à 48 %).

### I.1 La teneur en eau

D'après la norme AFNOR NF V03-707 [16], le test de mesure de la teneur en eau se déroule selon les étapes suivantes :

- Peser un échantillon de semoule de 5 grammes et le mettre dans un dessiccateur.
- Transférer l'échantillon vers une étuve portée à une température de 130°C et le laisser durant une période de 120 min.
- Peser à nouveau l'échantillon.
- Calculer l'humidité de l'échantillon à partir de la formule suivante :

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_0}$$

H : Humidité absolue exprimé (en %).

$m_0$  : Masse de l'échantillon initial (g).

$m_1$  : Masse du récipient d'essai ajouté à celle de l'échantillon (g).

$m_2$  : Masse totale à la fin de l'étuvage (g).

Certaines références bibliographiques indiquent que la détermination du taux d'humidité dans la semoule utilisée sur la base de la matière sèche ( $w$ ) doit être faite à partir d'une expérience de séchage dans l'étuve à 105°C pendant 2 heures sous une humidité relative de 48 % [40].

## I.2 Taille moyenne et distribution de taille

La répartition granulométrique de cette semoule a été faite sur une tamiseuse (de marque CISA, modèle BA-200-N) présentée dans la figure III.1 . Le protocole décrit par Doukani [42] est celui retenu pour effectuer ce test. Ce protocole se présente comme suit : Une masse de 50 g de semoule est tamisée pendant 15 minutes avec une amplitude de vibration de 1,7 mm en utilisant six tamis. Dans notre cas, on a employé uniquement quatre tamis dont les ouvertures sont: 125, 250, 500 et 800  $\mu\text{m}$ .



Figure III. 1 Tamiseuse, CISA, modèle BA-200-N

Le diamètre moyen est calculé de la même manière qu'une moyenne statistique arithmétique. Le diamètre moyen de chaque classe de particules retenue dans un tamis est la moyenne arithmétique des ouvertures du tamis en question et du tamis juste au-dessus. Ainsi, on dispose de trois diamètres moyens de classes qui sont les suivants : 187,5  $\mu\text{m}$ , 375  $\mu\text{m}$  et 650  $\mu\text{m}$ . Si  $x_i$  désigne la masse de particules dans la classe "i", alors le diamètre moyen est déterminé comme suit :

$$\overline{d_p} = \frac{\sum d_{pi} \cdot x_i}{\sum x_i}$$

Où :

$d_{pi}$ : Diamètre moyen de particules de la classe "i" (borné par les diamètres de tamis successifs).

Par ailleurs, et afin d'obtenir des informations plus précises sur la distribution granulométrique de la semoule, un granulomètre laser de marque Malvern, modèle Mastersizer MS2000 (présenté dans la figure III.2) a aussi été utilisé. Les résultats concernant les diamètres caractéristiques seront présentés dans le chapitre des résultats (chapitre 4). Certaines autres propriétés physiques, notamment les densités apparentes et réelles de la poudre sont déterminées par le granulomètre laser.



Figure III.2 Microscope électronique à balayage.

### I.3 Vitesse minimale de fluidisation

Pour la détermination de la vitesse minimale de fluidisation de semoule, une masse de 140g de semoule est pesée utilisant une balance électronique (YP300 1N), cette masse est posée dans la colonne de l'appareil de fluidisation (gunt HAMBURG CE220) à chaque fois on fait varier le débit de l'air, une perte de charge est calculée et les résultats sont illustré dans la figure suivante:



**Figure III. 3** L'appareil de fluidisation (gunt HAMBURG CE220)

## II. Les solutions de liant.

Deux liants ont été utilisés : le chlorure de sodium (NaCl) et la farine de blé tendre. Les solutions employées possèdent des concentrations massiques de 10 et 5 grammes par litre de solution respectivement. Pour les essais d'agglomération non désignés, on pulvérise de l'eau déminéralisée pure. Notons que le chlorure de sodium utilisé est du sel de table iodé produit par l'entreprise nationale de sel (Enasel) et qui se présente sous la forme de grains emballé dans des paquets de 1 kg.

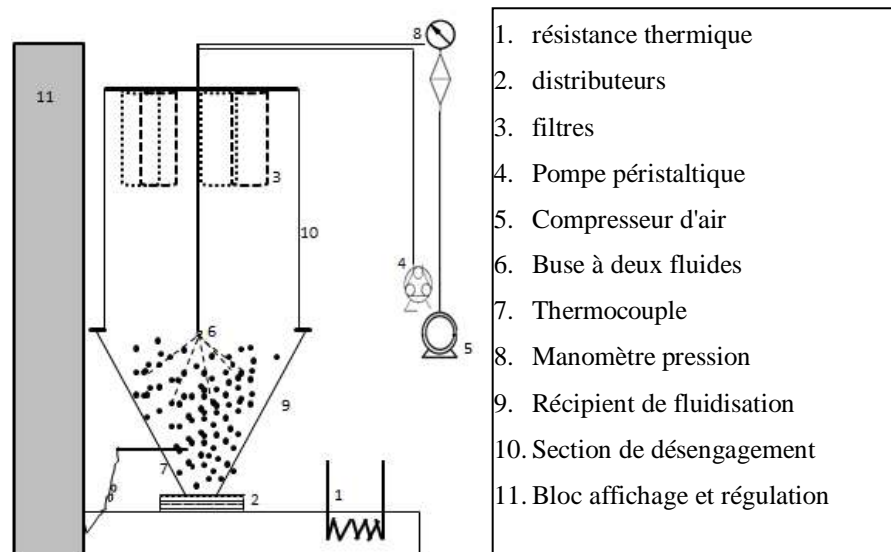
## III. Description de l'appareil utilisé.

### III.1 Présentation de l'appareil

L'agglomération humide de semoule se fait dans un sécheur granulateur à lit fluidisé de marque "Applied Chemicals 100N Fluid-Bed" montré sur la photo de la figure III.4 et illustré schématiquement sur la figure III.5.



**Figure III. 4:** L'appareil "100N fluid bed"



**Figure III. 5:** Schéma représentatif de l'appareil "100N fluid bed"

### III.2 Principe de fonctionnement de l'appareil

L'air ambiant est introduit par une soufflante à vitesse variable commandée grâce à un régulateur de débit placé sur le socle de l'appareil. Il passe successivement par une résistance (1) pour être chauffé ensuite par deux distributeur poreux de 6 % de porosité (2) pour pénétrer enfin dans le lit de poudre. Il ressort au sommet à travers des filtres (3) assurant la captation des très fines particules entraînées.

D'autre part une pompe péristaltique (4) nous permet d'ajuster le débit de liquide pulvérisé. A l'aide d'un compresseur (5), l'air sous pression est introduit pour pulvériser l'eau à partir d'une buse bi-fluide (6) placée à une certaine distance de la surface libre du lit. L'appareil est aussi muni d'un système d'affichage et de commande des différents paramètres de marche. Un système de prélèvement d'échantillons est aussi prévu dans l'appareil. Il permet de faire des prélèvements intermittents de la poudre afin de les analyser et évaluer l'évolution de la taille des granulés au cours du temps.

### III.3 Présentation des accessoires.

Un compresseur d'air de marque "Jennar" (présenté dans le figure III.6) délivrant de l'air à une pression maximale de 5 bars a été utilisé pour alimenter la buse de pulvérisation. L'autre fluide alimentant la buse de pulvérisation (la solution) est injecté grâce à une pompe péristaltique de marque Masterflex L/S, présenté dans le figure III..



Figure III.6 Compresseur d'air de marque "Jennar"



Figure III.7 Pompe péristaltique de marque Masterflex L/S.



## IV. Caractérisation des produits finis.

### IV.1 Teneur en eau

Un protocole de mesure a été présenté précédemment dans le paragraphe I.1. L'humidité est calculée juste après la récupération du produit de l'appareil.

### IV.2 Mesure de la friabilité

Le test de friabilité se fait en employant la tamiseuse présentée précédemment. Il consiste à placer dans un tamis d'ouverture plus petite que le diamètre moyen du produit une certaine quantité de couscous (une masse pesée à l'avance). L'appareil est ensuite mis en marche et un tamisage intensif avec une amplitude de 2 mm pendant 6 min est réalisé. Cette agitation soutenue conduit au désagrègement des granulés les plus fragiles et le passage des fines particules formées vers les tamis inférieurs. La friabilité est ainsi définie par le pourcentage massique de couscous diminué au cours du test.

### IV.3 Indice de gonflement.

Cet indice est déterminé en suivant le protocole suivant [48]:

- Peser 50 g de couscous ensuite déterminer son volume vrac ( $V_1$ ) en le versant dans éprouvette vide.
- Verser l'échantillon dans un bécher contenant 200 ml d'eau distillée et laisser reposer pendant 30 minutes.
- Procéder à la filtration de l'eau et évaluer le nouveau volume de couscous ( $V_2$ ).

L'indice de gonflement est calculé à température ambiante comme suit :

$$IG = \frac{V_2}{V_1}$$

$IG$  : Indice de gonflement.

$V_1$  : Volume de 50 g de l'échantillon sec (ml).

$V_2$  : Volume de l'échantillon gonflé après 30 minutes d'immersion dans l'eau (ml).

## V. Déroulement d'un essai type d'agglomération.

Les essais d'agglomération sont réalisés conformément à la démarche décrite dans le manuel d'exploitation et d'entretien de l'appareil. La procédure expérimentale comprend les étapes suivantes :

- Peser une masse de 500 g de semoule,
- Lancer le compresseur d'air,
- Mettre l'appareil sous tension,
- Ouvrir la section de désengagement,
- Remplir la cuvette en acier par la matière première,
- Fermer la section de désengagement,
- Démarrer la soufflante et engager la fluidisation pendant 3 minutes à température ambiante jusqu'à stabilisation de la vitesse de circulation du gaz,
- Mettre en marche le chauffage électrique (dans des cas des températures plus importantes que la température ambiante),
- Ouvrir la vanne d'air alimentant la buse d'injection du liquide liant,
- Mettre en marche la pompe et commencer la pulvérisation du liquide,
- Après 10 min arrêter l'appareil et récupérer le produit final.
- Procéder aux différentes analyses et mesures pour caractériser le produit.

## CHAPITRE IV

# RESULTATS ET DISCUSSIONS

Il sera question dans ce chapitre de la présentation des résultats de l'étude expérimentale effectuée. Cela concerne les tests préliminaires de granulation de la semoule en couscous, ensuite l'examen de l'influence de différents paramètres opératoires sur la quantité et la qualité de couscous produite.

Dans une première partie, nous allons présenter la caractérisation de la matière première utilisée, et plus spécifiquement les propriétés qui influencent la quantité et la qualité de couscous fabriqué. Puis, nous allons, présenter un exemple type d'expérience effectuée où nous présenterons le mode opératoire suivi ainsi que l'analyse des résultats obtenus. Ensuite, viendra l'étude de l'influence d'un certain nombre de paramètres liés au procédé sur la qualité du produit et le rendement de l'opération. On s'intéressera surtout à :

- La vitesse de fluidisation,
- Le débit de pulvérisation,
- La température du lit.

Une optimisation de ces paramètres afin d'améliorer la qualité de couscous produit et le rendement du procédé, défini par le taux de couscous par rapport aux masses totales traitées, sera effectuée.

## I. Caractérisation de la semoule.

### I.1 La teneur en eau

La teneur en eau de la matière première employée dans notre étude pour la fabrication de couscous est de **11,76 %**. Elle a été déterminée à partir de la procédure décrite dans le paragraphe I.1 du chapitre matériels et méthodes. Elle est plus petite que la valeur maximale indiquée dans la norme du codex alimentarius 178-1991(FAO, 1996), et à celle donnée par Hebrard et al [49,50], qui sont égales à 14,5 %. Par ailleurs, cette valeur est en accord avec les préconisations de Saad et al [51] qui ont montré que les teneurs en eau de la semoule de blé doivent être comprises entre 0 et 0,2. Une valeur plus faible du taux d'humidité peut être exigée dans le cas de certaines applications, compte tenu à la fois du climat et des durées du transport et du stockage (FAO, 1996) [50, 52].

## I.2 La granulométrie

Comme évoqué dans les chapitres bibliographiques, la distribution granulométrique de la semoule initiale est un facteur crucial car elle affecte directement les propriétés d'absorption de la poudre, et par conséquent elle conditionne la qualité du produit final [52, 29]. Dans le tableau IV.1, on présente les masses des différentes fractions issues du tamisage de 50 grammes de semoule. Selon la norme Codex Standard 202-1995 de la FAO (Food and Agriculture Organization of the United Nations) [27], la semoule utilisée contient **76,94 %** de semoule moyenne, **3,77 %** de semoule fine et **19,28 %** de semoule grosse. On pourra alors la qualifier de semoule moyenne, tout comme le nom commercial sous lequel elle est vendue dans les commerces.

**Tableau IV.1:** La distribution granulométrique massique de semoule utilisée

Etalement granulométrique ( $\mu\text{m}$ )	125-250	250-500	500-800
Masse correspondante (g)	1,9	38,7	9,7

Le diamètre moyen de la semoule utilisée calculé par la procédure indiquée dans la section I.2 du chapitre 3 est :

$$\bar{d}_p = \frac{1,9 \times 187,5 + 38,7 \times 375 + 9,7 \times 650}{1,9 + 38,7 + 9,7} = 529,34 \mu\text{m}$$

Par ailleurs, une autre analyse granulométrique de la semoule a été effectuée le granulomètre laser. Les résultats obtenus se présentent sous la forme de différents diamètres caractéristiques reportés dans le tableau IV.2. Les résultats complets de l'analyse sont reportés en annexe 2.

**Tableau IV.2 :** Les diamètres caractéristiques de la semoule utilisée

d90 ( $\mu\text{m}$ )	784,859
d10 ( $\mu\text{m}$ )	349,901
d(3,2) ( $\mu\text{m}$ )	499,398
d(4,3) ( $\mu\text{m}$ )	549,711

d10 et d90 : Diamètre correspondant à 10 et 90 % de la fréquence cumulée en nombre, masse ou volume.

d(4,3) : Diamètre moyen en volume. C'est le diamètre de la particule dont le volume représente la moyenne arithmétique de l'ensemble des volumes des particules constituant le lot. Ce diamètre est connu aussi sous le nom de diamètre de De Broukere et peut être calculé par la formule :

$$d(4,3) = \frac{\sum F_i d_i^4}{\sum F_i d_i^3}$$

$d(3,2)$  : Diamètre moyen surface/volume. C'est le diamètre de la particule dont le rapport surface/volume est identique à celui de la surface totale de tout le lot rapporté à son volume. Ce diamètre, appelé diamètre de Sauter, est calculé comme suit:

$$d(3,2) = \frac{\sum F_i d_i^3}{\sum F_i d_i^2}$$

avec  $d_i$  : diamètre de la classe "i" et  $F_i$  : nombre de particules dans la classe "i".

Il apparaît que les diamètres moyens déterminés par la granulométrie Laser (499,398  $\mu\text{m}$ ) est proche de celui déterminé par la méthode classique de tamisage (529.34  $\mu\text{m}$ ). L'erreur relative entre les deux valeurs est de l'ordre de **7 %**. Comme les ouvertures des tamis utilisés sont relativement éloignées les unes des autres, le diamètre moyen effectif de la semoule est plus proche de la valeur estimée par le granulomètre Laser.

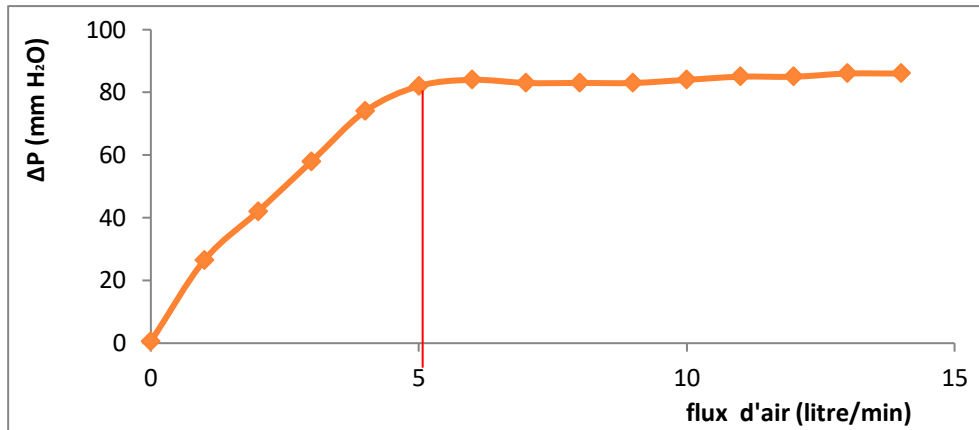
Les masses volumiques apparentes et réelles ainsi que les autres propriétés physiques de la semoule employée comme matière première sont regroupées dans le tableau IV.3.

**Tableau IV.3** : Propriétés physiques de la matière première.

Paramètres	Valeurs
Densité réelle ( $\text{kg/m}^3$ )	1207
Classification de Geldart [46]	B
Isotherme sorption [47]	type II
Densité apparente ( $\text{kg/m}^3$ )	724,2

### 1.3 La vitesse minimale de fluidisation

La vitesse minimale de fluidisation de semoule est calculée en utilisant un appareil de fluidisation cité dans le paragraphe III. La variation de la perte de charge en fonction du débit de l'air de fluidisation est illustrée sur la figure suivante:



**Figure IV.1** La variation de la perte de charge en fonction du débit de l'air de fluidisation.

À partir de graphe la vitesse minimale de fluidisation est  $V_{mf} = \frac{Q_{Vm}}{S}$

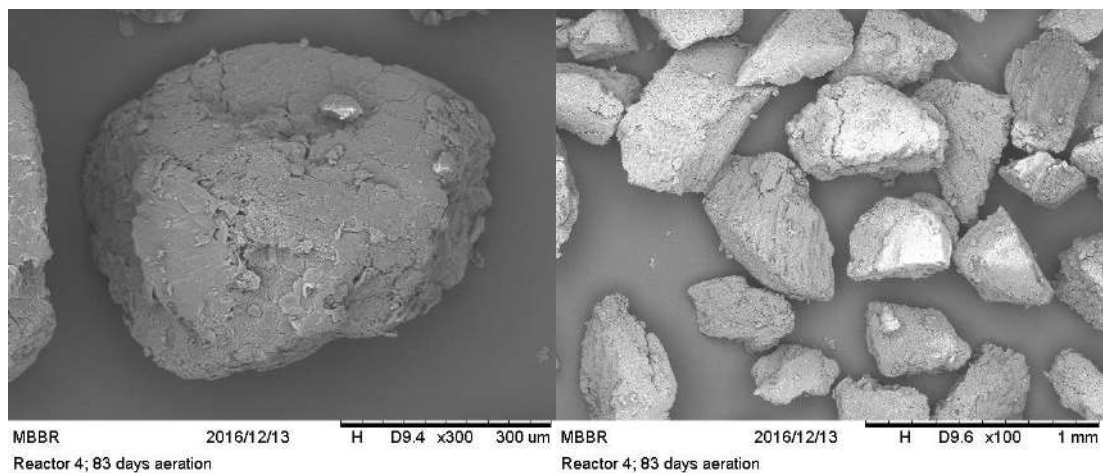
Tel que  $Q_{Vm}$ : le débit volumique correspond à

$S$ : la surface du colonne circulaire de diamètre  $d = 4,4 \text{ cm}$

$$V_{mf} = 0,0548 \text{ m/S}$$

#### I.4 La forme (analyse d'image)

Au moyen d'un microscope électronique à balayage MEB-EDX, des photographies de la surface des poudres ont été obtenues. Elles sont reportées sur la figure IV.2.



**Figure IV2 :** Images au MEB des particules initiales de la semoule de blé dur

Les photographies obtenues par MEB de la semoule utilisée font apparaître une population de particules extrêmement hétérogène en taille et en forme et indiquent que les particules

possèdent des arêtes vives et que leurs formes ne sont pas arrondies. L'agrandissement montre que les surfaces des grains sont rugueuses.

Par ailleurs, le MEB fournit aussi une cartographie des éléments chimiques présents en surface. Elle est reportée dans le tableau IV.4. On voit que la semoule est majoritairement constituée de carbone et d'oxygène. Les résultats complets de l'analyse sont reportés en annexe 5.

**Tableau IV.4 :** Cartographie des éléments chimiques de la semoule de blé en surface.

Carbone	Oxygène	Magnésium	Phosphore	Potassium
60,896	31,635	1,761	4,253	1,455

## II. Résultats des tests de granulation.

### II.1 Présentation d'un exemple type de granulation

La préparation du pilote avant l'essai ainsi que la procédure de démarrage de l'appareil et la réalisation d'une expérience se fait selon les étapes suivantes :

- ✓ Monter les distributeurs d'air sur la cuve en acier
- ✓ Lier le compresseur d'air à l'appareil (avec une vanne fermée).
- ✓ Lancer le compresseur d'air et attendre jusqu'à ce que la pression atteigne sa valeur maximale..
- ✓ Régler la buse de pulvérisation et la monter sur la cuve.
- ✓ Peser une masse de 500 g de la semoule à l'aide d'une balance électronique et répartir d'une façon homogène la charge de semoule sur la grille distributrice dans la cuve en acier (hauteur régulière).
- ✓ Monter les filtres à poussière puis placer la cuve chargée sur le pilote.
- ✓ Fermer la section de désengagement (cuvette en plexiglas) en enceinte isolée au mouvement d'air de l'ambiance.
- ✓ Brancher les différentes connections du pilote : l'air comprimé (avec une vanne fermée) et l'alimentation de liquide pour la buse bi-fluide, ainsi que le thermocouple pour la mesure de la température de la couche fluidisée dans le bol (située dans la cuve en acier à 6 cm du fond et 3 cm de la paroi).
- ✓ Mettre l'appareil sous tension.
- ✓ Placer un bécher contenant le liquide à pulvériser à température ambiante et plonger en son sein le tube d'aspiration de la pompe.



- ✓ Activer la pompe un court instant juste pour remplir le tuyau d'arrivée de liquide jusqu'à l'entrée dans la buse.
- ✓ Régler la pompe pour délivrer un débit fixé de liquide à pulvériser ainsi que la pression de l'air comprimé pour la pulvérisation à l'aide du détendeur.
- ✓ Introduire dans le régulateur de température du lit la valeur de la consigne désirée.
- ✓ Mettre en marche la soufflante : les aspirateurs de l'air commencent à fonctionner lentement jusqu'à atteindre la vitesse désirée fixée sur la consigne.
- ✓ Mettre en fluidisation pendant 3 minutes à température ambiante jusqu'à stabilisation de la vitesse d'injection de l'air.
- ✓ Mettre en marche le chauffage électrique (dans les cas où les températures exigées sont supérieures à la température ambiante).
- ✓ Mettre en marche la pompe et commencer la pulvérisation du liquide.
- ✓ Après 10 minutes, arrêter l'appareil et récupérer le produit final.

Avant d'entamer les essais de granulation proprement dits, et dans le souci de se familiariser avec le banc d'essais, un premier test de séchage conformément à la démarche décrite dans le manuel d'exploitation et d'entretien de l'appareil est réalisé (sans pulvérisation de liquide).

Un deuxième essai est réalisé afin de tester la faisabilité de l'agglomération de la semoule pour la fabrication de couscous en utilisant uniquement de l'eau distillée comme solution liante dans cet équipement.

Cet essai a été réalisé en employant une masse de 500 g de semoule moyenne sans changement de comportement granulaire. Il est à noter que le choix de cette masse de matière première a été décidé suite à plusieurs tests de fluidisation de semoule en mettant dans l'appareil des masses égales respectivement à 0,4 ; 0,5 ; 0,6 ; 0,7 et 1 kg. Visuellement, on a remarqué que la fluidisation se fait de façon homogène et convenable lorsque la masse ne dépasse pas 500 g. Le débit de pulvérisation, la pression d'air de pulvérisation et la température du lit sont fixés pendant cet essai et réglés sur les valeurs indiquées sur le tableau IV.5. Avant de commencer la pulvérisation, la poudre est fluidisée pendant 3 minutes pour atteindre une valeur de vitesse de fluidisation approximativement stable.

La vitesse de l'air de fluidisation a été fixée au début de l'expérience à une valeur égale à 149,2 pied/m (0,758 m/s), ce qui correspond à une vitesse égale fois la vitesse minimale de fluidisation des particules de semoule (celle du diamètre moyen). Cependant, à cause de

l'agglomération de la poudre initiale au fil du temps, sa vitesse minimale de fluidisation augmente et le rapport  $\frac{U_g}{U_{mf}}$  devient de plus en plus petit jusqu'à descendre en dessous de l'unité. On assiste dans ce cas au phénomène de dé-fluidisation du lit. Pour éviter cela, la vitesse de l'air de fluidisation est augmentée constamment au cours de l'expérience de 149,2 pied/m au début de l'expérience à 402,84 pied/m (2,046 m/s) à la fin de l'expérience. L'expérience a été arrêtée après 10 min de fluidisation.

**Tableau IV.5 :** Les conditions opératoires de l'exemple type

Vitesse de fluidisation (fpm)	149,2--- 402,84
Débit de la pompe (ml/min)	28
Position de la buse	Minimale
Masse de l'échantillon (g)	500
Température de lit	ambiante
Pression d'air de pulvérisation (bar)	1

Les résultats de l'analyse granulométrique de la poudre issue de cette expérience sont présentés dans le tableau IV.6.

**Tableau IV.6 :** La distribution granulométrique massique du produit de la granulation

Étalement granulométrique (mm)	$d_p < 0,8$	$0,8 < d_p < 2$	$d_p > 2$
La masse correspondante (g)	207,34	253,55	31,64
Pourcentage massique %	42,09	51,48	6,42

Les résultats indiquent qu'à la fin de la granulation, plus de la moitié de la masse de la matière première possède un diamètre compris dans l'intervalle 800-2000  $\mu\text{m}$ , correspondant à l'étalement granulométrique du couscous tel que défini dans les normes. Ceci prouve la faisabilité et l'efficacité du processus de la manufacture du couscous dans un lit fluidisé muni d'une buse de pulvérisation de liquide liant.

De plus, on a remarqué que pour une masse de 500 g de semoule, une vitesse de fluidisation inférieure à 1,5 m/s entraîne la formation des gros agglomérats menant à une dé-fluidisation rapide du lit. Ainsi, pour la suite des tests on a travaillé à des vitesses supérieures ou égales à 2 m/s.



**Figure IV.3** Photo de couscous obtenue lors d'une expérience

## II.2 Influence des paramètres opératoires.

Les influences de trois types de paramètres sur la qualité du produit final ont été examinés :

- Des paramètres relatifs à l'appareil de granulation : pression de l'air de pulvérisation, débit de liquide pulvérisé et vitesse et température de l'air de fluidisation.
- Des paramètres relatifs au liquide pulvérisé : addition de sel ou de farine.
- Des paramètres relatifs à la matière première : proportions des classes granulométriques.

Le rendement en couscous formé est jugé à travers la fraction massique de produit aggloméré possédant la granulométrie relative au couscous. En effet, Les agglomérats obtenus sont classés en trois groupes : la classe des fines particules (dimension caractéristique inférieure à 0,650 mm), la classe couscous (dimension caractéristique entre 0,650 et 2 mm) [27] et la classe des grosse particules (dimension caractéristique supérieure à 2 mm).

La pression de l'air de pulvérisation est fixée à 1 bar pour toutes les expériences. Une pression inférieure à cette valeur cause le mouillage d'une partie étroite du lit et forme une surface sur-mouillée, par contre, une pression plus élevée génère un élargissement de l'angle de pulvérisation et cause le mouillage des parois du récipient (section cylindrique en plexiglas). Une quantité considérable de semoule vient alors se coller à ces parois.

### II.2.1 Influence de la vitesse de l'air de fluidisation

La vitesse de fluidisation est un paramètre clé pour la stabilisation du système. C'est aussi l'un des paramètres importants qui déterminent le taux de croissance et les caractéristiques des

granulés puisqu'il affecte le mélange des particules, la dispersion du liant pulvérisé, et le taux de séchage.

Des essais d'agglomération ont été effectués afin d'examiner l'influence de ce paramètre sur le rendement du procédé. La vitesse de l'air de fluidisation a été variée entre 1,895 m/s et 2,596 m/s car nous avons remarqué qu'en dessous de cette valeur minimale, il se produit un phénomène de dé-fluidisation du lit avec formation de blocs de tailles importantes après quelque minute de pulvérisation. Par contre, son augmentation au-dessus de la vitesse maximale indiquée entraîne la formation de granulés de plus petites tailles à cause de l'évaporation prononcée du liquide pulvérisé.

Les conditions et les résultats de l'ensemble des expériences sont regroupés dans le tableau IV.7.

**Tableau IV.7:** influence de la vitesse de fluidisation sur l'agglomération de semoule en couscous

Expérience	T (°C)	U <sub>f</sub> (m/s)	Q (ml/min)	$\bar{d}_p$ ( $\mu\text{m}$ )	% de couscous	% de grosses particules	% de fines particules
1	35	1,895	42,5	1150,03	42,2	12,504	45,288
2		2,34		1028,21	48,9	5,16	45,93
3		2,413		938,83	46,01	2,86	51,11
4		2,596		802,69	49,877	0,546	49,576

Pour un débit de pulvérisation de liquide et une température de lit fixés respectivement à 42,5 ml/min et 35°C, une augmentation de la vitesse de fluidisation provoque une diminution du diamètre moyen des agglomérats. La raison probable est qu'une augmentation du débit d'air de fluidisation génère une augmentation de l'évaporation de certaines fines gouttelettes de liquide pulvérisé, qui ont pu être balayées du lit avant qu'elles n'atteignent les particules. Ceci est conforme aux observations relatées dans la référence [53].

Une autre raison possible est qu'une agitation intense du lit fait apparaître un phénomène de rupture suite aux impacts forcés entre les particules, donc une désagrégation des agglomérats peu compacts aura lieu. Par conséquent, la probabilité de coalescence des particules pendant la collision est réduite.

Concernant la fraction de couscous formé, les résultats indiquent qu'une augmentation de la vitesse de fluidisation provoque initialement une augmentation de cette fraction ensuite une stabilisation puis une diminution. En parallèle on remarque aussi que la fraction massique des grosses particules diminue alors que celle des fines augmente ensuite se stabilise. Ce comportement montre qu'initialement à cause de la faible agitation du lit, il se forme préférentiellement de gros agglomérat (couscous plus gros blocs). Ces résultats sont confirmés par les recherches de Tsutsumi et al [55]. Avec l'augmentation de la vitesse de fluidisation, le phénomène de rupture due à la turbulence induite par un débit d'air plus élevé prend de l'ampleur et génère un transfert de matière de la classe des gros agglomérats vers la classe couscous. Après une vitesse critique, l'intensité des chocs inter-particulaires provoque la désagrégation du couscous et conduit à l'augmentation de la fraction massique de la classe des fines particules. Aussi le fait que l'augmentation de la vitesse de l'air de fluidisation entraîne une augmentation de la quantité de particules fines est attribué au taux d'évaporation croissant des gouttelettes de liant. L'ensemble de ces résultats est conforme avec ceux trouvés par Vengateson et al [53] et Charinpanitkul et al [56]. Aulton et Banks [57] ont également rapporté la même tendance de réduction de la taille des granules avec l'augmentation de la vitesse de l'air.

### II.2.2 Influence du débit de liquide de pulvérisation " $Q_l$ "

Le débit de l'eau pulvérisée est ajusté à l'aide de la pompe péristaltique. Le temps de pulvérisation a été modifié de telle sorte que le volume de solution pulvérisé soit toujours le même.

L'influence de ce paramètre a été évaluée à travers trois expériences effectuées à des débits de 34; 42,5 et 51 ml d'eau distillée par minute. Notons que l'augmentation du débit de pulvérisation conduit à une réduction du temps de l'opération de 15 à 12 à 10 min respectivement. Les autres conditions opératoires sont maintenues constantes. Dans le tableau IV.8, les conditions opératoires ainsi que les résultats des essais sont reportés.

Aucune agglomération notable ne s'est produite au cours des essais où le débit de pulvérisation a été inférieur à 34 ml/min pour une quantité global d'eau injectée de 510 ml. Cette observation a également été reportée par Hémati et al. en 2003 [5] où ces auteurs ont montré que la vitesse de pulvérisation n'a aucun effet sur la croissance des granules lorsqu'elle était inférieur à une valeur critique. Ceci indique que la majeure partie de l'eau pulvérisée est évaporée par l'air de fluidisation.

**Tableau IV.8:** Influence de débit de pulvérisation sur l'agglomération de semoule en couscous

Expérience	T (°C)	U <sub>f</sub> (m/s)	Q <sub>l</sub> (ml/min)	$\bar{d}_p$ (µm)	% couscous	% grosses particules	% fines particules
1	35	2,596	34	648,66	36,65	0,373	62,973
2			42,5	802,69	49,877	0,546	49,576
3			51	1251,63	29,064	21,442	49,493

Ormos et al. [58] ont indiqué qu'il existe une marge de débit de liquide en dessous de laquelle celui-ci est complètement évaporé, et au-dessus de laquelle, la fluidisation est impossible en raison de la cohésion dans le lit. Ordinairement un débit de liquide entre ces deux extrêmes est utilisé.

Le tableau IV.8 montre que l'augmentation de débit de liant de 34 à 51 ml/l conduit à une croissance de diamètre moyenne des particules de 648,66 à 1251,63 µm. Cela est dû au fait que l'augmentation du débit de liant entraîne une plus grande disponibilité du liant à mettre en contact avec les particules de lit et donc plus de mouillage et de collage des particules. Les auteurs Tan et al. [17] ont aussi trouvé que le diamètre moyen des particules augmente avec l'augmentation du débit de liant pour un temps de pulvérisation constant.

Cependant, un taux de croissance élevé entraîne également une dé-fluidisation plus précoce. Par exemple, lorsque du liant est ajouté à raison de 56,67 ml / min, l'expérience doit être arrêtée après 3 minutes en raison de la dé-fluidisation. Des résultats expérimentaux similaires ont été trouvés par Vengateson et al. [53].

L'observation du tableau IV.8 montre qu'à partir de 34 ml/min on observe une augmentation de la fraction de couscous. Ceci indique que l'augmentation de la taille des gouttes générée par l'augmentation du débit d'eau pulvérisée et la réduction du temps de l'opération, donc diminution de la quantité d'eau évaporée, conduisent simultanément à l'apparition du phénomène de granulation.

Ensuite et à partir de 42,5 ml/min jusqu'à 51 ml/min le pourcentage correspondant à la taille de couscous diminue de 49,88% jusqu'à 29,06% avec l'augmentation des grosse particules pour atteindre 21,44 %. La raison en est qu'une élévation de la taille des gouttes implique une

augmentation de la taille des granulés formés comme l'ont montré Schaafsma et al. [59], Seo et al. [60] et Tan et al [17]. Par ailleurs, selon Saleh et al 1999 [22], à une pression d'air de pulvérisation constante, une augmentation de débit de liquide génère une augmentation de la taille des gouttes de liquide pulvérisé. Il apparaît ainsi qu'il existe une taille limite maximale des gouttes de liquide en-dessous de laquelle c'est la formation du couscous qui est favorisée.

Selon Davies et al. [61], cette croissance de la taille des granulés peut par ailleurs être attribuée à une augmentation des capacités de pénétration et de mouillage par la solution de liant aqueuse, qui a été provoquée par l'augmentation du flux de liquide à travers la buse d'atomisation. De plus grosses gouttelettes de solution pulvérisée par unité de temps ont entraîné un taux d'évaporation globalement plus lent du liquide.

### II.2.3 L'effet de la température de l'air de fluidisation

La température du gaz de fluidisation pendant la granulation est d'une importance majeure pour le succès de l'opération.

A l'aide d'une résistance électrique et des thermocouples placés au sein de la couche fluidisée et à l'entrée du lit, la température de ce dernier est régulée entre 22 et 33 °C. Les conditions opératoires et les résultats de ces essais sont regroupés dans le tableau IV.9.

**Tableau IV.9:** Influence de la température sur l'agglomération de la semoule en couscous

Expérience	T (°C)	U <sub>f</sub> (m/s)	Q (ml/min)	$\bar{d}_p$ (µm)	% de couscous	% des grosses particules	% des fines particules
1	22	2,596	42,5	1654,84	26,967	37,236	35,976
2	28			930,28	56,777	0,73	42,494
3	31			698,55	22,659	2,008	75,332
4	33			624,14	13,092	1,435	85,471

Ce tableau montre que l'accroissement de la température de 22 à 33 °C provoque une diminution du diamètre moyen des agglomérats obtenus. Il est à noter qu'aux faibles températures, il a été observé que les granulés étaient plus gros, qu'il s'est produit un collage des fines sur les parois de la colonne de fluidisation et qu'une partie des particules étaient aussi collées contre le distributeur. Des observations similaires ont été reportées dans la littérature tout

en notant que ces phénomènes entraînaient l'échec de la fluidisation après quelques minutes de pulvérisation [56].

Par ailleurs, lorsque la température de la couche fluidisée passe de 22 à 28 °C, le pourcentage de couscous augmente de 26,97 à 56,77 % alors que le pourcentage des gros agglomérats diminue de 37,23 à 0,73%. Ce comportement indique qu'à 22 °C, la formation des gros agglomérats augmente, alors que lorsque la température est augmentée l'évaporation du liquide réduit la taille des gouttes qui atteignent la surface du lit. La quantité de liant atteignant la surface est juste suffisante pour amorcer l'agglomération sans provoquer une immersion des particules. A des températures supérieures à 28 °C, l'évaporation des gouttes de liquide est plus intense et le séchage rapide des particules mouillées devient plus rapide que leur agglomération comme l'ont reporté certains auteurs [47]. Ces phénomènes conjugués réduisent la quantité d'eau atteignant la surface libre du lit fluidisé et entraîne une réduction de la fraction de semoule agglomérée.

Il est à noter que pour des températures plus faibles (inférieures à 22°C) des blocs se sont formés et le lit s'est dé-fluidisé. Par contre, à des températures supérieures à 35°C, on constate que le diamètre moyen qui est de 624,14 µm est plus important que celui de la semoule utilisée (420,94 µm) mais reste inférieur à la taille minimale requise pour le couscous. Ainsi, à cause de températures élevées du milieu de fluidisation, la vitesse d'évaporation du solvant de la solution de liant augmente, réduisant l'étendue du mouillage et de la pénétration de liquide pulvérisé dans le lit fluidisé de poudres.

La dépendance inverse de la taille des granulés formés vis-à-vis de l'augmentation de la température de l'air de fluidisation a été aussi observée par Davies et Gloor [61] ainsi que par Crouks et Schade [62].

#### **IV.4. Friabilité du couscous fabriqué.**

On a vu dans la partie théorique que la majeure partie de la résistance mécanique des granulés était établie au cours de la période de la pulvérisation de la solution de liant. Les agglomérats peuvent subir une consolidation pendant l'étape du séchage qui précède la pré-cuisson. Cette propriété est d'une grande importance lorsqu'il est question de la stabilité du produit pendant sa manipulation, son transport et son utilisation finale.

Le test de friabilité est basé sur l'hypothèse que les granulés faiblement liés se désintègrent lorsqu'ils sont agités dans un dispositif à secoueur, tandis que les granulés forts perdront seulement leur rugosité de surface.



La friabilité des couscous fabriqués a été jugée à travers les pourcentages des masses de couscous désagrégés après l'opération d'agitation (celle indiquée dans le paragraphe IV.2. du chapitre matériels et méthodes). Les mesures expérimentales relatives à différents tests sont regroupées dans le tableau IV.10. Pour le test d'agglomération avec de l'eau additionnée de farine, il a été procédé à la pré-cuisson des grains de couscous après réparation par tamisage. La pré-cuisson a été faite grâce à de la vapeur d'eau (en employant une couscoussière) pendant 20 minutes. Le test de friabilité a été effectué pour les deux types de couscous avec farine intégrée : avec et sans pré-cuisson.

**Tableau IV.10:** La friabilité des couscous fabriqués.

Expérience	$U_f$ (m/s)	Q (ml/min)	T (°C)	% diminué après le test	solution pulvérisée	Remarque
1	2,596	51	22	12,15	Eau distillée	
2				20,83		
3	27,82					
4	2,342	42.5	25	17,78		
5	2,596	51	22	10,61	Solution de NaCl à 5 g/l	
6				6,08	Solution contenant de la farine à 10 g/l	
7				4,94		

Une augmentation de la vitesse d'air de fluidisation de 2,342 m/s à 2,596 m/s génère une diminution du pourcentage des particules friables de 27,82 % à 20,83 %. Cette diminution s'explique par le fait que les grains de couscous formés à débits élevés ont déjà subi des ruptures au cours de leurs formations et le processus de désagrégation des plus fragiles s'est déjà opéré. Ces grains sont ainsi plus compacts et plus résistants que ceux formés à des vitesses de fluidisation plus faibles. Ces résultats montrent que l'agitation intense du lit entraîne une meilleure répartition du liquide liant dans le milieu granulaire qui permet de réduire le surmouillage localisé tout en formant des granulés plus rigides. Benali et al. [1] ont montré aussi que la friabilité des granulés secs a diminué lorsque la vitesse de rotation de leur tambour rotatif a été augmentée, indiquant que les granulés deviennent plus forts à mesure que la vitesse de la

rotation augmente. Aussi, on trouve dans la littérature des recherches qui indiquent que l'augmentation de la vitesse d'agitation favorise les mécanismes de consolidation conduisant, à la fois, à une réduction de la porosité et du taux de friabilité des grains [47, 74, 63].

Pour le débit de liquide de pulvérisation, les résultats montrent que son augmentation de 42,5 ml/min à 51 ml/min entraîne une diminution de l'indice de la friabilité de 20,83 à 12,15 %. Ceci s'explique par le fait qu'à débits d'eau plus élevés, les gouttelettes possèdent des tailles plus importantes mouillant bien les surfaces de la semoule et pénétrant dans ses pores. Après agglomération et séchage, les ponts solides formés sont plus résistants. Ces résultats sont compatibles avec ceux de Jiménez [47]. Les résultats des tests de friabilité de Davies et al. [61] montrent une friabilité réduite avec des taux d'addition accrus de la solution de liant. Tout comme la taille des granulés peut être augmentée par la plus grande capacité de mouillage du liant à des taux d'addition plus élevés, des granulés moins friables sont formés en augmentant les capacités de mouillage et de pénétration de la solution de liant.

Concernant la température, on voit qu'elle n'a pas une grande influence sur la friabilité du couscous. L'augmentation de la température de 22 à 25 °C diminue le pourcentage des particules désagrégées aux cours du test de 20,8 à 17,7 %.

Pour conserver les propriétés des agglomérats pendant la manipulation de la poudre, leur dureté doit être améliorée. Cela peut être fait en modifiant les conditions d'agglomération. Dans notre situation, au lieu de pulvériser de l'eau pure, des solutions de NaCl et de farine sont utilisées pour créer des ponts solides plus robustes entre les particules. L'examen du tableau IV.10 montre que les plus faibles taux de friabilité du couscous ont été obtenus pour des solutions de liant contenant le NaCl et la farine avec les valeurs de 10,61 % et 6,08 %.

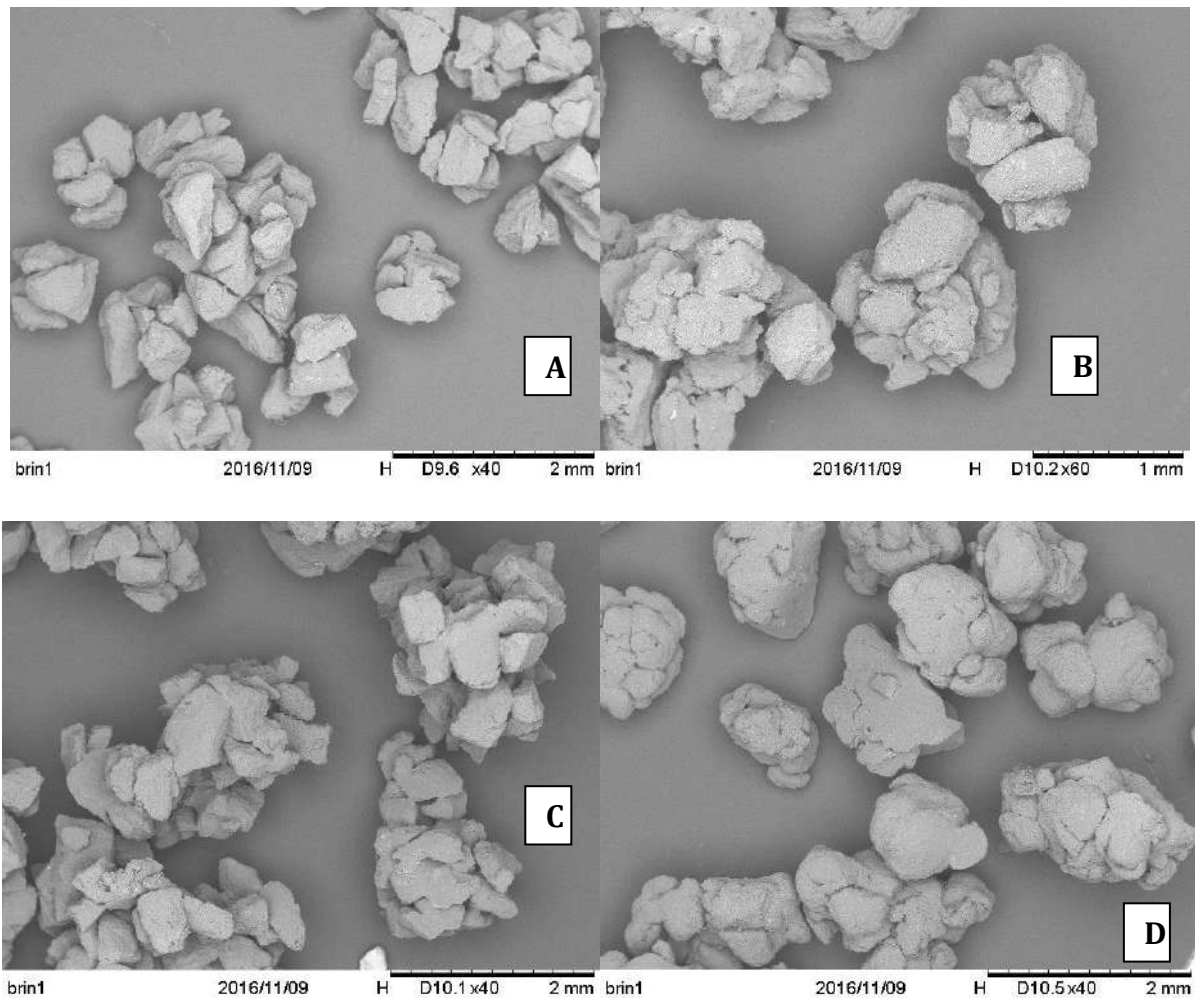
Un dernier point concerne l'effet de la pré-cuisson sur la robustesse des grains. Le tableau IV.10 montre que lorsque le couscous est précuit à la vapeur d'eau, le taux de désagrègement est le plus bas, avec une valeur de 4,94 %. Ceci montre bien que le traitement à la vapeur améliore la résistance mécanique des agglomérats par l'initiation des réactions de transformation de l'amidon (gélatinisation) comme le montre la figure IV.3.B.

#### **IV.5. Morphologie et état de surface des agglomérats**

La morphologie des granulés est une caractéristique importante lorsqu'on doit considérer l'emballage et la circulation des poudres. La technique la plus directe pour caractériser la morphologie d'une poudre est l'analyse par microscopie électronique. La microscopie

électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour les poudres dont les diamètres des grains ne sont pas inférieurs au micromètre.

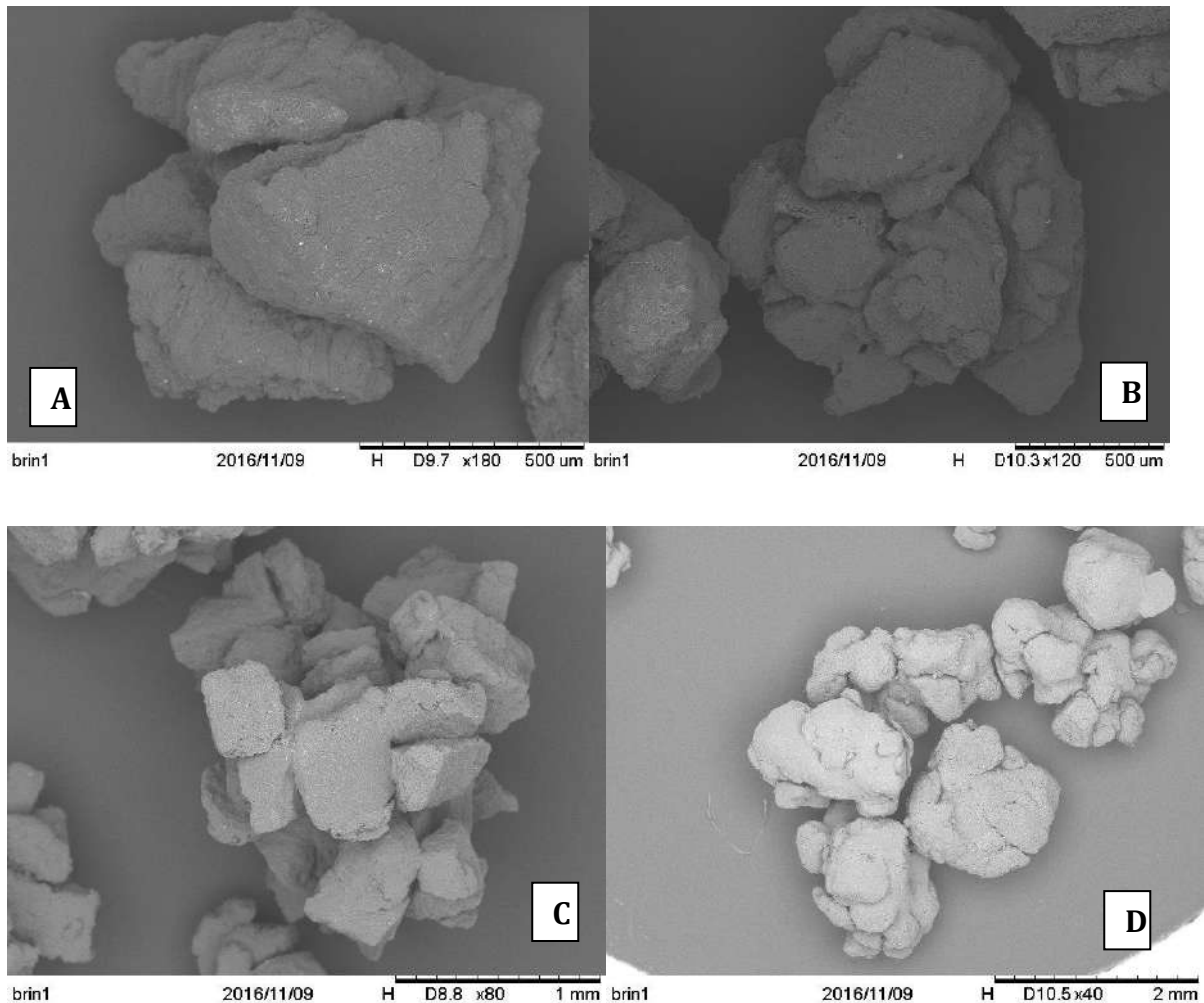
En utilisant cette technique, les photographies des agglomérats obtenues ainsi que celle d'un couscous industriel Algérien ont été observées. Elles sont présentées sur la figure IV.4. Des grossissements de ces images sont aussi reportés sur la figure IV.5. Les figures A correspondent à une pulvérisation d'eau distillée, les figures B : eau distillée additionnée de NaCl à une concentration massique de 10 g/l et les figures C : eau distillée additionnée de farine à la concentration massique de 5 g/l. Les figures D sont celles du couscous industriel.



**Figure IV.4** : photographies MEB des agglomérats obtenus (A, B, C) et d'un couscous industriel (D)

Les photos obtenues par MEB font apparaître une population de particules extrêmement hétérogène en taille et en forme. Ces photographies des agglomérats fournissent de précieuses indications concernant la morphologie des agglomérats produits. On voit clairement une

différence des morphologies des agglomérats produits avec ceux du couscous industriel notamment au niveau de la forme et de la rugosité de la surface. Le couscous industriel paraît plus rond et de surface plus lisse. Notons que ces deux critères sont très importants pour les consommateurs lorsqu'il faut choisir entre les produits disponibles. Par ailleurs, il apparaît que la granulation en présence de farine dans l'eau génère de grains de couscous de meilleure qualité.



**Figure IV.5 :** photographies MEB des agglomérats obtenus (A, B, C) et un couscous industriel (D), avec agrandissement.

Il a été indiqué dans la bibliographie que la morphologie des granulés dépendait de la concentration de liant [3]. En effet, comme en témoigne l'observation au MEB des granulés dans le cas de l'utilisation de la solution de NaCl ou de farine, on voit que les fines particules de farine et les microcristaux de NaCl remplissent les pores entre les grains de semoule.

### Conclusion.

Les résultats pratiques de cette étude ont permis de mettre en évidence que l'agglomération de la semoule de blé dur en vue de la production de couscous peut être réalisée dans un lit fluidisé muni d'un système de pulvérisation d'une solution liante. Les grains formés sont assez irréguliers mais assez compacts.

Il existe une taille critique des gouttes de liquide en dessous de laquelle l'agglomération de la semoule se fait majoritairement par immersion. Dans ce cas, la formation de couscous est favorisée. Par contre, lorsque la taille des gouttes dépasse cette valeur critique, c'est le phénomène de distribution qui devient prépondérant favorisant la formation de gros agglomérats.

Concernant la vitesse de fluidisation, les résultats ont montré qu'il faut travailler à des vitesses modérées car à des vitesses plus faibles, il se produit une dé-fluidisation du lit. Par contre, à des vitesses plus élevée, il se produit deux comportements : l'agitation intense du lit entraîne la rupture des agglomérats et l'évaporation du liquide, ce qui empêche la formation du couscous. C'est le rendement qui est ainsi diminué.

D'autre part, l'ajout d'une faible quantité de farine au liquide de pulvérisation permet d'obtenir des granulés plus résistants comme il conduit à une améliorer de l'aspect externe des granulés obtenus. Ceux-ci deviennent plus arrondis avec des surfaces externes plus lisses.

# CONCLUSION GENERALE

L'agglomération de la semoule issue du blé dur afin de produire du couscous est un procédé important dans l'industrie alimentaire, notamment dans les pays nord Africains, et en particulier l'Algérie. Les procédés industriels actuels utilisent soit des rouleurs à tambours rotatifs soit des mixeurs à fort taux de cisaillement. Les travaux présentés dans cette thèse concernent l'étude de l'agglomération de la semoule par voie humide pour produire du couscous en utilisant la technologie des lits fluidisés. L'agglomération en lit fluidisé possède l'avantage d'être un procédé flexible offrant plusieurs modes de fonctionnement (continu, discontinu, semi-continu) en plus d'être un milieu homogène à cause du mélange intense des particules. De plus, il est possible de rassembler plusieurs étapes dans un seul appareil.

L'étude bibliographique a permis de comprendre et de mesurer de la complexité des phénomènes engagés ainsi que des défis liés à l'opération de l'agglomération par voie humide s'opérant en lit fluidisé. Aussi elle met en exergue les procédés industriels et artisanaux de préparation de couscous ainsi que les paramètres qui permettent de juger la qualité de produit.

Les travaux expérimentaux effectués et présentés dans ce document ont été d'abord orientés vers la vérification de la faisabilité du procédé d'agglomération de la semoule de blé par voie humide en lit fluidisé pour la production de couscous, car cela n'a jamais été fait lors des études antérieures. Les résultats obtenus après un certain nombre d'essais ont montré que ce procédé réalisé dans un petit lit fluidisé de laboratoire muni d'un tube de pulvérisation est tout à fait possible avec des rendements acceptables (de l'ordre de 55%). L'efficacité de l'opération est jugée à travers la proportion massique du couscous formé par rapport à la masse de matière première utilisée.

Concernant leur aspect externe, les grains formés sont assez irréguliers mais plutôt compacts. Leur friabilité peut être réduite en choisissant un jeu de conditions opératoires adéquat, notamment la température et le débit du liquide liant. En effet, il a été remarqué que le pourcentage de grains désagrégés lors d'un test de friabilité diminue de 20,83 % à 12,15 % lorsque le débit de liquide pulvérisé est augmenté de 42,5 à 51 ml/min.

La température du lit influe directement la taille des granulés formés et par conséquent, la proportion de couscous et l'efficacité du procédé. Un accroissement de la température de la couche fluidisée à partir de la température ambiante jusqu'à une valeur optimale de  $T \approx 30 \text{ }^\circ\text{C}$  entraîne une augmentation du rendement en couscous (pour une vitesse de fluidisation et débit de pulvérisation fixés). A des valeurs supérieures à cette température optimale, le rendement commence à diminuer. Le même comportement a été observé pour le débit du fluide liant

pulvérisé à travers une buse de pulvérisation au-dessus du lit fluidisé, c'est-à-dire qu'il existe une valeur du débit qui permet d'obtenir un rendement optimal en couscous.

Les résultats de l'étude expérimentale réalisée ont également permis de montrer que l'ajout d'une petite quantité de farine au liquide (5 g/l) de pulvérisation améliore l'aspect extérieur des grains de couscous obtenu tout en réduisant leur friabilité.

En conclusion, l'ensemble de nos investigations ont permis de montrer la possibilité de produire du couscous à partir de la semoule de blé dur par agglomération humide dans un lit fluidisé équipé d'une buse de pulvérisation. L'influence des principaux paramètres opératoires sur l'efficacité de l'opération ainsi que sur la qualité des grains obtenus a été étudié et expliquée. Afin d'améliorer ce procédé, il serait judicieux à l'occasion de futures investigations de chercher à améliorer l'aspect physique extérieur des grains obtenus peut être par l'ajout de quantités plus importantes de farine, d'amidon ou même de semoule très fine. D'autre part le remplacement de l'air de fluidisation par de la vapeur d'eau après la fin de la granulation pourrait mener à la précuisson du couscous formé. Un autre basculement vers de l'air chaud insaturé comme fluide de fluidisation permettrait de réaliser le séchage du produit formé. Ainsi, on aurait regroupé toutes les étapes de fabrication du couscous dans un seul et même appareil (l'agglomération, la pré-cuisson et le séchage). Cette approche permettra de minimiser la consommation d'énergie.



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Benali M, Gerbaud V, Hemati M "Effect of operating conditions and physico-chemical properties on the wet granulation kinetics in high shear mixer", *Powder Technol* 190(1–2):160–169, (2009)
- [2] Litster J.D., Ennis B.J. "The Science and Engineering of Granulation Processes", Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (2004)
- [3] Rajniak P, Mancinelli C, Chern R, Stepanek F, Farber L, Hill B "Experimental study of wet granulation in fluidized bed: impact of the binder properties on the granule morphology" *Int J Pharm* 334(1–2) 92–102, (2007)
- [4] Iveson S.M., Litster J.D., Hapgood K., Ennis B.J., "Nucleation, growth and breakage phenomena in wet granulation processes", *Powder Technology* 117, 3–39 (2001)
- [5] Hemati M, Cherif R, Saleh K, Pont V, "Fluidized bed coating and granulation: influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics *Powder Technology*" 130, 1–3, 19 (2003),
- [6] Munguia M. T.J., "Agglomération de particules par voie humide en lit fluidisé" . Sciences de l'ingénieur [physics]. ENSIA (AgroParisTech), 2007.
- [7] Sastry K.V.S., Fuerstenau D.W. "Mechanisms of agglomerate growth in green pelletization" *Powder Technol.*, 7, 97-105 (1973)
- [8] Mandato S., "Génie des procédés d'agglomération de poudres alimentaires : éléments de phénoménologie des apports d'eau et d'énergie mécanique", These pour obtenir le grade de Docteur du Centre International d'Etudes Supérieures en Sciences Agronomiques de Montpellier, 2012
- [9] Snow, R. H. Advisor, E. "Size Reduction and Size Enlargement", 20–23. In: Perry R, Green D (eds) *Perry's chemical engineers handbook*. (1999).
- [10] Rondet. E, "texturation capillaire de milieux granulaires humides", Thèse université montpellier ii, (2008).
- [11] Abberger T., Seo A., Schaefer T., "The effect of droplet size and powder particle size on the mechanisms of nucleation and growth in fluid bed melt agglomeration", *International Journal of Pharmaceutics*, 249, 185-197, (2002).
- [12] Barkouti A., "Agglomération humide de poudres à réactivité de surface - Approche mécanistique de la morphogénèse de structures alimentaires agglomérées" these pour obtenir le grade de DOCTEUR DE L'UNIVERSITE MONTPELLIER II, 2012
- [13] Saleh K., Guigon P., "Mise en œuvre des poudres :Techniques de granulation humide et liants", *Techniques de l'ingénieur* article. J2254, 2009b.
- [14] Knight P.C., Instone T., Pearson J.M.K, Hounslow M.J., "An investigation into the kinetic of

- liquid distribution and growth in high shear mixer agglomeration", *Powder technology*, 97, 246-257, (1998).
- [15] K. Ax, H. Feise, R. Sochon, M. Hounslow, A. Salman, "Influence of liquid binder dispersion on agglomeration in an intensive mixer", *Powder Technology*, 179, 190-194, (2008).
- [16] AFNOR , *Contrôle de la qualité des produits alimentaires : Céréales et produits céréaliers*, AFNOR / DGCCR , 3<sup>ème</sup> ed., Paris, 360 p , 1991.
- [17] H.S. Tan, A.D. Salman, M.J. Hounslow, "Kinetic of fluidised bed melt granulation: The effect of process variables". *Chemical Engineering Science*, 61: 1585-1601, (2006).
- [18] Iveson, S.M., Litster, J.D., Ennis, B.J., "Fundamental studies of granule consolidation: part I. Effects of binder viscosity and binder content". *Powder technology*, 88, 15-20, (1996).
- [19] Knight P., "An investigation of the kinetics of granulation using a high shear mixer". *Powder technology*, 77: 159-169, (1993).
- [20] Waldie B. "Growth mechanism and the dependence of granule size on drop size in fluidized bed granulation", *Chem. Eng. Sci.* 46(11), 2781-2785 (1991).
- [21] Becher R. et Schlünder E. "Fluidized bed granulation : gas flow, particle motion and moisture distribution". *Chem. Eng. Process.* 36, 261-269. (1997)
- [22] Saleh, K., Cherif, R., & Hemati, M. "An experimental study of fluidized-bed coating: influence of operating conditions on growth rate and mechanism. *Advanced Powder Technology*", 10(3), 255–277 (1999)
- [23] Panda R.C., Zank J. et Martin H. "Modelling the droplet deposition behavior on a single particle in fluidized bed spray granulation process" *Powder Technol.* 115, 51-57 (2001)
- [24] D.M. Newitt, J.M. Conway-Jones, "A contribution to the theory and practice of granulation", *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 36, 422–441, (1958).
- [25] S.M. Kaups, C. E. W. "Cereal foods world". American Association of Cereal Chemists (1986).
- [26] [www.nutrifizz.fr](http://www.nutrifizz.fr) consulté le Le 10/05/2014
- [27] "Norme pour le couscous", Codex Standard 202-1995
- [28] Boudreau A., Matsuo R. R., Raing W. "Les industries des pâtes alimentaires : Le blé : éléments fondamentaux et transformation". Les presses de l'université de Laval, Sainte-Foy, Canada 439 p (1992)
- [29] Dick J. W. et Matsuo R.R., "Durum wheat and pasta products", pp: 507-547. In « Wheat Chemistry and Technology ». Ed. AACC. St. Paul Minnesota. USA (1988).

- [30] B.B. Amina "Couscous connexion : l'histoire d'un plat migrant"
- [31] D. Amel, B.Lynda, S.N.Amar, D.Soumeya , H.Djazia . Haouari Samiha "Etude de l'impact de l'incorporation de la spiruline sur les propriétés nutritionnelles, technologiques et organoleptiques du couscous artisanal" *Revue Nature et Technologie*, 4.1, 40-50(2012)
- [32] [www.lanutrition.fr/couscous-sec](http://www.lanutrition.fr/couscous-sec), le 12/11/2017
- [33] [www.markal.fr](http://www.markal.fr) consulté Le 02/09/2014
- [34] Boucheham N., "Aptitude technologique de trois formules à base de riz pour la fabrication de couscous sans gluten", *Mémoire Magister* , Université Mentouri de constantine p.13 (2009).
- [35] ANSEJ - Fabrication de pâtes alimentaires et couscous, (2012).
- [36] Derouiche M., "Couscous : enquête de consommation à Constantine, fabrication artisanale et qualité". *Mémoire de Magister*. Université Mentouri Constantine, (2003).
- [37] Benatallah L., Benchikh E. F., "Couscous et pain sans gluten pour malades cœliaques : aptitude technologique de formules à base de riz et de légumes secs", *Thèse en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences*, UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE, 2009
- [38] Ounane G., Cuq B., Abecassis J., Yesli A., Ounane S. M., "Effects of physicochemical characteristics and lipid distribution in algerian durum wheat semolinas on the technological quality of couscous". *Cereal Chem.* 83(4): 377-384 (2006).
- [39] Debbouz A. et Donnelly B.J., "Process effect on couscous quality : Engineering and processing". *Cereal chem.* Vol. 73. P : 668-671, (1996).
- [40] Fatoumata H, Pierre S et Bréhima D, "Evaluation de la qualité et de l'acceptabilité de couscous à base de trois formulations de farines composites enrichies au soja (Glycine max) et au moringa (Moringa oleifera) " *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 10(6): 2497-2510, (2016)
- [41] A. Yesli , "Etude de l'influence des lipides sur la qualité technologique de quelques variétés de blé algérien", *Thèse de Magister*, INA. El-Harrach, Alger, (2001).
- [42] K. DOukani, "Etude comparative entre le couscous industriel et le couscous à base de glands", *Nature & Technology*, 13.2, 2015
- [43] Galiba M., Waniska R.D., Rooney L.W. et Miller F.R., "Couscous quality of sorghum with different kernel characteristics". *Cereal Science.* Vol 7. P : 183-193 (1988).
- [44] Dexter, J. E. et Matsuo, R. "Effect of semolina extraction rate on semolina characteristics and spaghetti quality". *Cereal Chem.* 55 : 841-852 (1978).
- [45] Guezlane L., "Mise au point de méthodes de caractérisation et étude des modifications physico-chimiques sous l'effet des traitements hydrothermiques en vue d'optimiser la qualité du couscous de blé dur". *Thèse de Doctorat d'Etat*. INA, El Harrach, Algérie, (1993).

- [46] Toumi, L. B., Rezzak, S., & Allia, K. "Wet granulation of cereal grains in a tapered fluidized bed". *Chemical Engineering Transactions*, 32, 2149–2154 (2013).
- [47] Jiménez, T., Turchiuli, C., & Dumoulin, E. "Particles agglomeration in a conical fluidized bed in relation with air temperature profiles, *Chemical Engineering Science*, 61, 5954–5961 (2006).
- [48] J. Abecassis, "La mouture de blé dur : Biotransformation des produits céréaliers", APRIA/INRA, ed., Tec et Doc Lavoisier, Paris, (1991).
- [49] Hebrard, A., Oulahna, D., Galet, L., Cuq, B., Abecassis, J., Fages, J. "Hydration properties of durum wheat semolina: Influence of particle size and temperature". *Powder Technology*, 130, 211–218 (2003).
- [50] A Hebrard, D Oulahna, L. Galet, J. Fages, M.F. Samson, "Etude morpho-granulometrique et structurale des semoules de ble dur proprietes d'hydratation et d'agglomeration". 3<sup>ème</sup> Colloque Science et Technologie des Poudres, 15 (77), pp.489-496, (2001).
- [51] Saad M., Barkouti A., Rondet E., Ruiz T. et Cuq B. "Study of agglomeration mechanisms of food powders : Application to durum wheat semolina", *Powder Technology*, Vol 208, p: 399-408. (2011).
- [52] Mezroua L., "Etude de la qualité culinaire de quelques couscous industriels et artisanaux et effet d'adjonction de la matière grasse durant la cuisson", Mémoire présenté pour l'obtention du diplôme de Magister en Sciences Alimentaires,
- [53] U. Vengateson, Ratan M., "Experimental and modeling study of fluidized bed granulation: Effect of binder flow rate and fluidizing air velocity", *Resource-Efficient Technologies* (2016).
- [54] M. Ganesapillai, P. Simha, K. Desai, Y. Sharma, T. Ahmed, "Simultaneous resource recovery and ammonia volatilization minimization in animal husbandry and agriculture, *Resource-Efficient Technologies*, 2, 1, 1-10, (2016),
- [55] A. Tsutsumi, H. Suziki, Y. Saito, K. Yoshida, R. Yamazaki, "Multi component granulation in a fast fluidized bed", *Powder Technol.* 100, 237–241, (1998)
- [56] T. Charinpanitkul, W. Tanthapanichakoon, P. Kulvanich, K.S. Kim, "Granulation and tabletization of pharmaceutical lactose granules prepared by a top-sprayed fluidized bed granulator", *J. Ind. Eng. Chem.* 14, 661–666, (2008)
- [57] Aulton, M., and M. Banks, "The Factors Affecting Fluidised Bed Granulation", *Manufacturing Chemist and Aerosol News*, 54 (1978).
- [58] Ormos Z, Pataki K, Csukas B. "Studies on granulation in fluidized bed. II : The effects of amount of the binder on the physical properties of granule formed in fluidized bed", *Hung. J. Ind. Chem.*, 1-307, (1973).
- [59] Schaafsma S. H., Vonk P., & Kossen N. W. F. "Fluid bed agglomeration with a narrow droplet size distribution". 193, 2, 175-187 (2000)

- [60] Seo A., Holm P., & Schæfer T. "Effects of droplet size and type of binder on the agglomerate growth mechanisms by melt agglomeration in a fluidised bed". 16, 3, 95-105 (2002)
- [61] W.L. Davies, W.T. Gloor, "Batch production of pharmaceutical granulations in a fluidized bed 1: effect of process variables on physical properties of final granulation", J. Pharm. Sci. 60 (12) 1869–1874, (1971)
- [62] Crooks, M.J. and Schade, H.W., "Fluidized bed granulation of a microdose pharmaceutical powder", Powder Tech., 19, 103–108, (1978)
- [63] D. Oulahna, F. Cordier, L. Galet, J.A. Dodds, "Wet granulation : the effect of shear on granule properties", Powder Technology, 130, 238-246, (2003)
- [64] Ohno, S. Hasegawa, S. Yada, A. Kusai, K. Moribe, K. Yamamoto, "Importance of evaluating the consolidation of granules manufactured by high shear", 338, 1–2, 79-86, 2007
- [65] Turchiuli, C., M. Fuchs, M. Bohin and C. Ordonaud, "Oil encapsulation by spray- drying and fluidised bed agglomeration". Int. Food Sci. Emerg. Technol. 6, 29-35, (2005).

# ANNEXES

## Annexe I

### L'appareil "100N Fluid Bed"



- Récipient : Un bol de capacité 5 litres.
- Distributeur : Plaque perforée de diamètre 4 pouces et d'ouverture 6 %.
- Instruments de mesures (en unités SI ou unités Anglaises) :
  - ✓ Indicateur digital du d'bit de l'air de fluidisation
  - ✓ Indicateurs des pressions différentielles à travers le distributeur, le lit de particules et les filtres.
  - ✓ Indicateur digital de la température de l'air entrant dans la chambre de fluidisation.
  - ✓ Indicateur digital de la température de l'air sortant de la chambre de fluidisation.
  - ✓ Alarme pour les températures élevée avec indicateur lumineux.
  - ✓ Indicateur de la température du produit dans le lit fluidisé.
- Soufflante d'air à vitesses variables pour un contrôle optimal du débit d'air avec régulation par potentiomètre. Plage de débits : jusqu'à  $2 \text{ m}^3/\text{min}$  à une pression de  $1016 \text{ kg/m}^2$
- Élément de chauffage calorifugé de capacité 3 kW pour le chauffage de l'air de fluidisation jusqu'à une température maximale de  $120 \text{ }^\circ\text{C}$ .
- Système de pulvérisation du liquide en acier inoxydable constitué de :
  - ✓ Système de fixation de la buse par le haut de l'appareil.
  - ✓ Régulateur de débit d'air introduit dans la buse de pulvérisation.



- Quatre filtres de type "Goretex coated Nomex" pour récupération des particules de diamètres inférieurs à 0,3 microns.
- Système de nettoyage des filtres par injection de pulsions d'air (Automatique ou manuelle)
- Système d'ouverture et de fermeture motorisé pour faciliter l'accès au bol.
- Construction en acier inoxydable.

### **Dimensions et spécifications techniques.**

**Dimensions:** 30 pouces de largeur, 20 pouces de profondeur et 39 pouces de hauteur (762x508x991 mm). L'unité nécessite un espace de 1219 mm de hauteur à laquelle il faudrait ajouter 76 mm d'espace libre à droite et à gauche. Prévoir aussi un espace additionnel en haut pour le système de pulvérisation.

**Poids :** 250 lbs (114 kg)

**Masse typique de la charge :** 0,2 à 3 kg selon la matière.

**Débit volumique de l'air :** 70 cfm (2 m<sup>3</sup>/min)

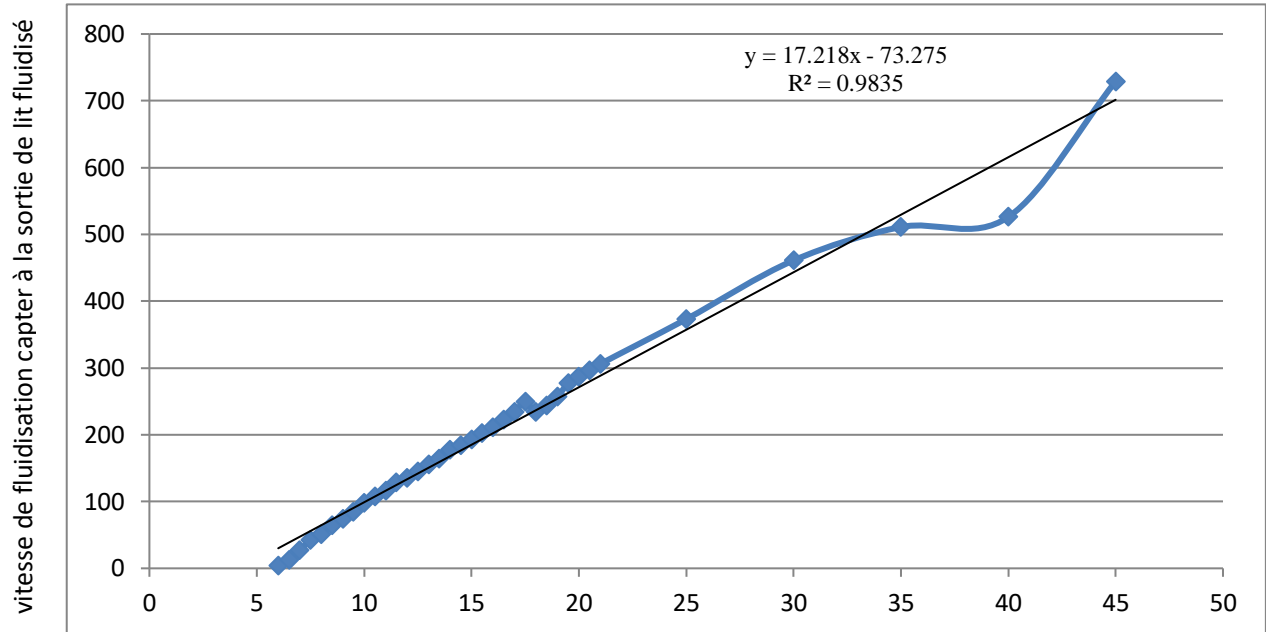
**Moteur de la soufflante :** 1,5 kW – 2 HP

**Système de chauffage :** 3 kW - 10,200 Btu/hr

**Pression de l'air :** 4 bar recommandé

**Energie :** 220V mono-phasique, 60 Hz

## Annexe II

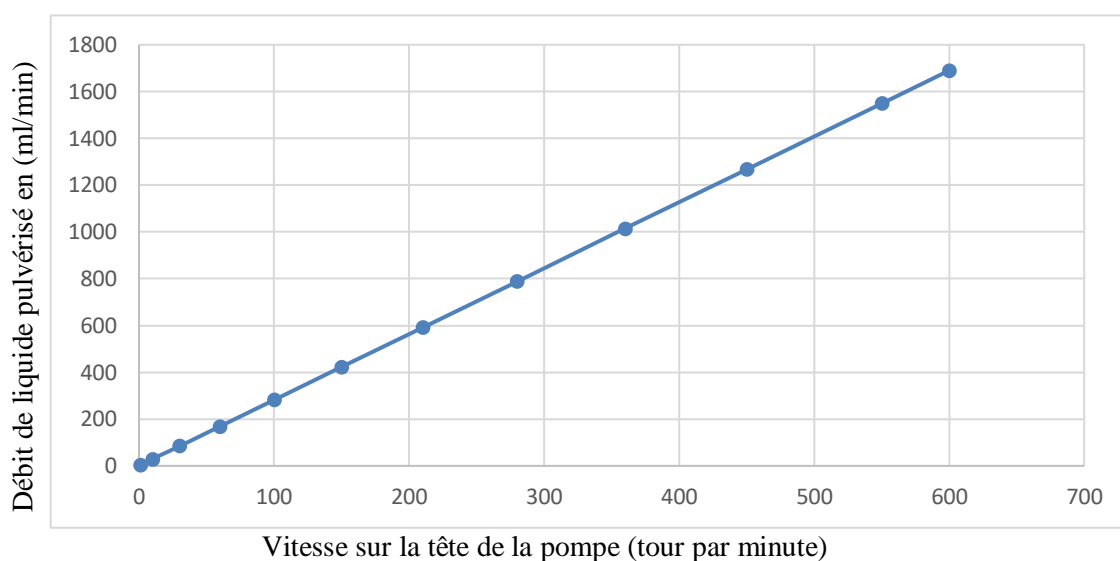
**Étalonnage du régulateur de la vitesse de l'air de fluidisation**

## Annexe III

### La pompe de pulvérisation

La pompe est de marque Masterflex L/S<sup>®</sup> avec régulation et affichage digital de débit délivré. La vitesse de rotation peut atteindre 600 tr/min. Alimentation électrique : 115/230 VAC.

Cette pompe (tête numéro 77200-62) peut être utilisée avec la tuyauterie L/S 15, 24, 35, 36. Pour toutes nos expériences, le tuyau utilisé est L/S<sup>®</sup> 24. La courbe d'étalonnage est la suivante:



## Annexe IV

### Granulomètre laser



Cette méthode implique la mesure de l'intensité de la lumière diffusée lorsqu'un faisceau laser traverse un échantillon de particules dispersées. Les données obtenues sont ensuite analysées pour déterminer la taille des particules responsables de la diffraction, conformément à la théorie de diffraction de Mie et de Fraunhofer.

Le granulomètre se compose de trois composants principaux :

1. **Banc optique** : L'échantillon dispersé traverse la zone de mesure du banc optique, où le faisceau laser éclaire les particules. Des détecteurs mesurent précisément l'intensité de la lumière diffusée par les particules sur une large gamme angulaire.
2. **Préparateurs d'échantillons (accessoires)** : L'échantillon est dispersé par des unités de dispersion sèche et en voie liquide, assurant que les particules atteignent la zone de mesure du banc optique avec une concentration correcte et dans un état de dispersion stable et approprié.
3. **Logiciel de l'instrument** : Le logiciel du granulomètre contrôle le système pendant la mesure et l'analyse les données de diffusion afin d'aboutir à la distribution granulométrique.

Le système optique breveté du granulomètre Mastersizer offre une plage de mesure variant entre 10 nm à 3500  $\mu\text{m}$  en utilisant un unique trajet optique. Le granulomètre Mastersizer effectue des mesures séquentielles en lumière rouge puis bleue pour couvrir l'ensemble de la gamme de tailles des particules.

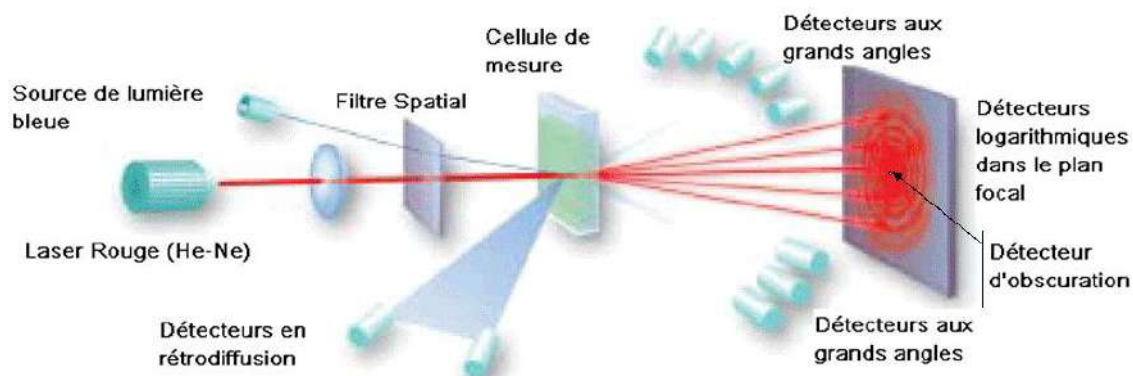
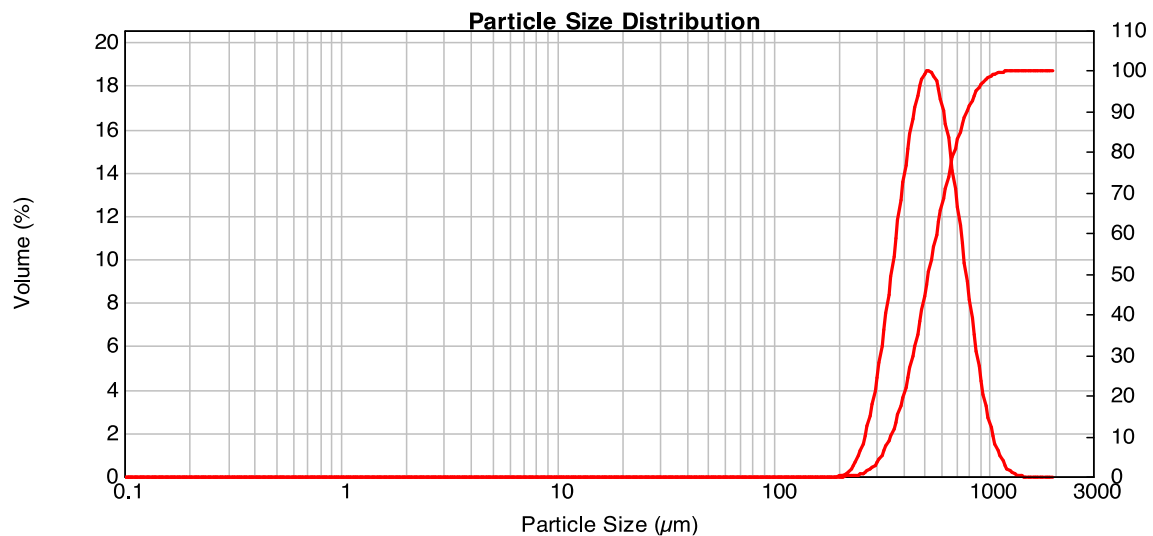


Figure III : Principe de fonctionnement du Mastersizer 2000 – Disposition des détecteur

## Annexe V

## Résultats d'analyse par granulométrie laser EDX de la semoule utilisée

D(0.10) : 349.90  $\mu\text{m}$ D(0.50) : 523.58  $\mu\text{m}$ D(0.90) : 784.86  $\mu\text{m}$ D(1.00) : 1319.09  $\mu\text{m}$ 

Size ( $\mu\text{m}$ )	Vol Under %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Vol Under %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Vol Under %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Vol Under %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Vol Under %	Size ( $\mu\text{m}$ )	Vol Under %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	0.00	120.226	0.00	1258.925	99.97
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.00	13.183	0.00	138.038	0.00	1445.440	100.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.00	15.136	0.00	158.489	0.00	1659.587	100.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.00	17.378	0.00	181.970	0.00	1905.461	100.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.00	19.953	0.00	208.930	0.00	2187.762	100.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.00	22.909	0.00	239.883	0.20	2511.886	100.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.00	26.303	0.00	275.423	1.48	2884.032	100.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.00	30.200	0.00	316.228	5.09	3311.311	100.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	0.00	34.674	0.00	363.078	12.37	3801.894	100.00
0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	0.00	39.811	0.00	416.869	23.90	4365.158	100.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	0.00	45.709	0.00	478.630	39.09	5011.872	100.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	0.00	52.481	0.00	549.541	55.93	5754.399	100.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	0.00	60.256	0.00	630.957	71.83	6606.934	100.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	0.00	69.183	0.00	724.436	84.55	7585.776	100.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	0.00	79.433	0.00	831.764	93.04	8709.636	100.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	0.00	91.201	0.00	954.993	97.62	10000.000	100.00
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	0.00	104.713	0.00	1096.478	99.49		