

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -



Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de Mathématiques

Mémoire de Master

Filière : Mathématiques

Spécialité : Recherche Opérationnelle

Thème

Sur les plans d'expériences et leur application à
l'optimisation du procédé de séchage d'aliments

Présenté par :

— LADJI AOUBA

— LARBI HANANE

Devant le jury composé de :

Président *M^r* Demouche Nacer MAA U. A/M/O Bouira.

Encadreurs *M^r* L'hadi BOUGHANI MAA U. A/M/O Bouira.

M^r Birouche Madjid MAA U. A/M/O Bouira.

Examinateurs *M^r* El-ghani IFTISSEN MAA U. A/M/O Bouira.

M^r Ait Yala Nabil MAA U. A/M/O Bouira.

2020/2021

Remerciements

Nos remerciements vont tout premièrement à ALLAH , le généreux qui a enseigné à l'homme ce qu'il ne savait pas et aussi de nous avoir donné la force afin d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à adresser nos sincères remerciements et le plus grand respect à nos chers promoteurs M. BOUGHANI L'HADI ET BIROUCHE MADJID pour avoir accepté de diriger ce travail ainsi que pour ses conseils, et toute l'aide qu'il nous rapporté.

Nous exprimons nos remerciements aux membres du jury qui ont accepté de juger notre travail, en l'occurrence MR. DEMMOUCHE NACER président le jury de soutenance et MRS. IFTISSEN ELGHANI ET AIT YALA NABIL examinateurs de ce travail.

Nous adressons nos remerciements à tous les professeurs du département Mathématiques qui nous ont fournis les outils nécessaires à la réussite de nos études.

Nous remercions aussi tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la mise en œuvre de ce travail.

Mecri à Tous

Dédicaces

Je rends un grand hommage à travers ce modeste travail, en signe de respect et de reconnaissance :

À mes chers parents pour tous les sacrifices et leur soutien moral et matériel dont ils ont fait preuve afin que je réussisse.

Une spéciale dédicace pour :

Mes frères et ma sœur .

Mes nièces et neveux.

Ma sœur et ma collègue de travail Ladji Aouba

À mes très chères copines : Rima, Ibtissem, Amel, Babako, Ahlem, Houda, Nadia, Yasmin, Khawla et Amina.

À ma chère Sabrina.

À tous mes amis et mes proches Houda, Bahia et Djahida, ceux qui m'ont souhaité la réussite du fond de leur cœur.

Hanane

Dédicaces

*J*e dédie ce modeste mémoire qui est l'accomplissement de longues années d'études, en premier lieu :

À ma très chère mère, à qui je dois beaucoup pour ces sacrifices, son amour, son aide et son soutien pour me voir ainsi arriver à ce que je suis devenue aujourd'hui.

À mon très cher père, pour ces conseils, son soutien matériel et moral et pour tout ses efforts et les faveurs qu'il m'a accordé et qui m'ont donné la volonté de réaliser et de finir ce travail.

À mes chers grands parents .

À mes très chers frères Said et Bachir .

À ma sœur, mon cœur Zahia.

À mes très chers oncles et tantes.

À tous mes cousins et cousines.

À mes chers petits Sylina et Mayas.

À ma chérie et ma binôme Larbi Hanane.

À tous mes fidèles amis.

À toute ma grande famille "Ath Arabe w lehadj" :
Sans oublier tous nos professeurs du début de notre cursus jusqu'à sa fin et tous les étudiants de notre promotion.

Aouba

Table des figures

1.1	Domaine des facteurs	6
1.2	Domaine d'étude à deux facteurs et deux niveaux	7
1.3	Surface de réponse	7
1.4	Les meilleurs emplacements des points expérimentaux.	16
1.5	L'effet du facteur 1 est la variation de la réponse entre le centre du domaine d'étude et le niveau haut du facteur 1.	17
2.1	Cinétiques de séchage de l'ail et des petits pois sur micro-ondes à 100w	26
2.2	cinétiques de séchage es petits pois dans un micro-ondes réglé à différentes puissances	26
3.1	Plan factoriel complet à deux niveaux des cinétiques de séchage d'aliment sur micro-ondes	31
3.2	Plan d'expérience et résultats expérimentaux	32
3.3	modèle mathématique non linéaire	32
3.4	Résumés statistiques du modèle	33
3.5	Plan factoriel complet à deux niveaux des cinétiques de séchage d'aliment sur micro-ondes à deux essais	33
3.6	Plan d'expériences à deux essais et résultats expérimentaux	34
3.7	modèle mathématique	34
3.8	Résumés statistiques du modèle à deux essais	35
3.9	Carrés des estimations par le modèle à deux essais	35
3.10	Tableau d'analyse de la variance du modèle à deux essais	36
3.11	Graphe des effets des facteurs sur les cinétiques de séchage	36

Liste des tableaux

1.1	Tableau <i>ANOVA</i> : analyse de régression.	12
1.2	Plan d'expériences (unités codées).	15
1.3	Plan d'expériences et résultats expérimentaux.	16
3.1	Estimation de k pour les données du premier essai de l'expérimentation	29
3.2	Estimation de k pour les données du deuxième essai de l'expérimentation	29

Abstract

In this work, we applied the theory of full factorial design Experiments to explain the effect of changing the nature of the food and the heating power on the variation of drying kinetics. As results, it was found that the latter are more affected by the nature of the food than the temperature; and therefore any innovative food drying technology (for example microwave drying) has an interest in respecting this order in its design for optimal purposes (lower cost, minimum of resources, ... etc).

Key words : Dsign experiments, full factorial design, factor, drying kinetics, heat power, nature of the aliment.

Table des matières

Liste des figures	1
Liste des tableaux	2
Introduction Générale	2
1 Plans d'expériences	5
1.1 Notions de plans d'expériences	5
1.1.1 Réponse	5
1.1.2 Facteur	6
1.1.3 Domaine du facteur	6
1.1.4 Domaine d'étude	7
1.1.5 Notion de surface de réponse	7
1.2 Modélisation mathématique a priori de la réponse	8
1.2.1 Modélisation mathématique	8
1.2.2 Modélisation expérimentale	8
1.2.3 Système d'équations	9
1.3 Méthodologie expérimentale des plans d'expérience [2]	10
1.4 Statistiques sur les plans d'expériences	11
1.4.1 Analyse de la variance	11
1.4.2 Statistiques sur les coefficients du modèle	13
1.5 Plans factoriels complets à deux facteurs	14
1.5.1 Plans factoriels complets :	14
1.5.2 Plans factoriels complets à deux niveaux	15
1.5.3 Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux 2^{m-q}	18
2 Généralités sur le séchage	19
2.1 Comprendre le séchage	19
2.1.1 Objectif de séchage	20
2.1.2 Principe du séchage	20
2.1.3 Efficacité d'une technique de séchage	20

2.1.4	Avantage et inconvénients du séchage	21
2.1.5	Techniques du séchage	21
2.1.6	Avantages spécifiques des micro-ondes	23
2.2	Cinétiques de séchage	24
2.2.1	Variation suivant la nature de l'aliment	25
2.2.2	Variation suivant la température exercée	26
3	Maîtrise des cinétiques de séchage par micro ondes par le biais des plans d'expériences factoriels	28
3.1	Les données expérimentales	28
3.1.1	Ajustement des séries obtenues	28
3.2	Préparation du plan d'expérience	29
3.2.1	Définition de l'objectif de l'étude	29
3.2.2	Description des éléments sur lesquels va porter l'étude	29
3.2.3	Choix du plan	30
3.3	Construction du plans sur R	31
3.3.1	Création du plan	31
3.3.2	Importation des données et vérification	31
3.3.3	Estimation des effets des facteurs sur les cinétiques de séchage	32
3.4	Résultats et discussion	36
	Conclusion générale	37
	Annexe : Script R d'élaboration d'un plan factoriel pour les cinétiques de séchage.	38
	Bibliographie	39

Introduction Générale

La filière de l'optimisation des procédés industriels couvre l'ensemble des solutions (produits ou services) permettant d'optimiser les processus industriels et la performance environnementale de l'industrie. Tous les domaines de l'environnement peuvent être concernés (réduction de consommation de ressources, les émissions dans l'air, l'eau et le sol et les déchets. . .).

L'optimisation des procédés peut être mise en œuvre de diverses façons : sur le plan technologique (intégration d'équipements « classiques » présentant une meilleure performance environnementale ou par le recours à des technologies innovantes) et/ou sur le plan méthodologique et organisationnel.

Le séchage est l'une des anciennes méthodes de conservation des aliments. Elle est par définition l'opération dont l'objectif est d'éliminer l'eau d'un corps humide (solide ou liquide).

Il joue un rôle important dans les industries agro-alimentaires, à la fois par les qualités mécanique, sensorielles et nutritionnelles des produits, par les possibilités qu'il offre de créer des produits ayant de nouvelles fonctionnalités et par son poids économique : réduit l'emballage, le stockage et les frais de transport.

Ces dernières années, le séchage au micro-ondes a été introduit et a montré son efficacité surtout qu'il réduit le temps de séchage à plus de 99% comparé par des autres méthodes du séchage (soleil, l'étuve . . .).

Son intérêt a incité les théoriciens autant que les praticiens à travailler sur des modèles mathématiques et mécaniques à fin de contrôler ce processus et l'utiliser dans les conditions optimales.

L'un des axes les plus étudiés pour décrire ce processus est les cinétiques de séchage représentées par le transfert de masse lors du processus de séchage (perte en masse due à l'évaporation de l'humidité contenue dans l'aliment après absorption de la chaleur émise par le micro-ondes).

Ce travail et la suite des travaux réalisés dans [1, 7, 5]. Dans ces derniers, les auteurs ont essayé plusieurs modèles d'ajustements et de séries temporelles pour décrire les cinétiques de séchage suivant le facteur temps.

Pour compléter cette modélisation on s'intéressera à l'effet du changement de

la température de séchage et la nature de l'aliment sur ces modèles via la méthodologie des plans d'expériences.

Les plans d'expérience sont de plus en plus utilisés dans l'industrie et dans les laboratoires de recherche. Ils permettent en effet de modéliser au mieux un phénomène aléatoire, le plus souvent complexe, à l'aide d'un minimum d'essais. Ils s'inscrivent donc dans la démarche constante d'amélioration de la qualité ou de la productivité[15].

L'expérimentation pour la maîtrise des cinétiques de séchage de sa part présente quelques difficultés, entre autre, le coût élevé et donc le manque de données expérimentales. Ainsi les plans d'expérience peuvent intervenir pour remédier au problème de manque de données.

Ce travail va s'articuler sur trois chapitres principaux :

- Le premier étant réservé à la description de la méthodologie des plans d'expérience dans la modélisation et la présentation de ses outils essentiels
- Quand au deuxième chapitre, on y trouvera des généralités sur le séchage, et les notions nécessaires pour comprendre le processus de séchage d'aliments, entre le transfert de masse et de chaleur.
- Au dernier chapitre, on donnera une application de la méthodologie des plans d'expériences à deux facteurs pour la modélisation des cinétiques de séchage.

Le travail sera conclut par quelques perspectives.

Chapitre 1

Plans d'expériences

Introduction

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et procédés industriels, à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt y et des variables x_i .

Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :

$$y = f(x_i) \quad (1.1)$$

Avec les plans d'expériences on obtient un maximum de renseignements avec un minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse.[4]

1.1 Notions de plans d'expériences

Définition 1 [9]

Un plan d'expérience est un objet mathématique présenté sous forme de matrice comportant autant de colonnes que de facteurs (m) et autant de lignes que d'expériences (n), de niveaux ou de modalités retenus pour l'expérimentation. L'élément x_{ij} de la matrice correspond au niveau que prend le $j^{\text{ème}}$ facteur à la $i^{\text{ème}}$ expérience.

Les composantes définissant un plan d'expérience sont :

1.1.1 Réponse

On qualifie de réponse la grandeur qui est observée pour chaque expérience réalisée. En d'autres termes, c'est le résultat mesuré d'une étude. La valeur d'une ré-

ponse ne peut être modifiée que de manière indirecte en faisant varier les facteurs[2].

Mathématiquement la réponse est toute valeur prise par la variable y de l'équation 1.1.

1.1.2 Facteur

On qualifie de facteur toute variable, obligatoirement contrôlable, susceptible d'influer sur la réponse observée.

Toute valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes : La borne inférieure, dite niveau bas du facteur, codée généralement par -1 , et la borne supérieure, appelée niveau haut, qui est codée par $+1$.

Dans l'équation (1.1), les facteurs sont représentés par les variables x_i . Il y a deux types de facteurs :

- Facteurs quantitatifs : Facteurs dont la valeur est mesurable, souvent à variation continue et rarement à variation discontinue.
- Facteurs qualitatifs : Facteurs dont la valeur est non mesurable, comme la qualité, le type, la marque, le procédé ou d'autre caractéristique qu'on ne peut quantifier[2].

1.1.3 Domaine du facteur

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le domaine du facteur. Un facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (figure 1.1)[4].

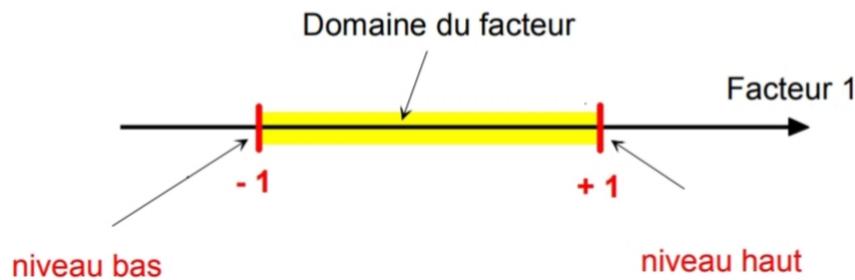


FIGURE 1.1 – Domaine des facteurs

1.1.4 Domaine d'étude

Le regroupement des domaines des facteurs définit le « domaine d'étude ». Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude (figure 1.2)[4].

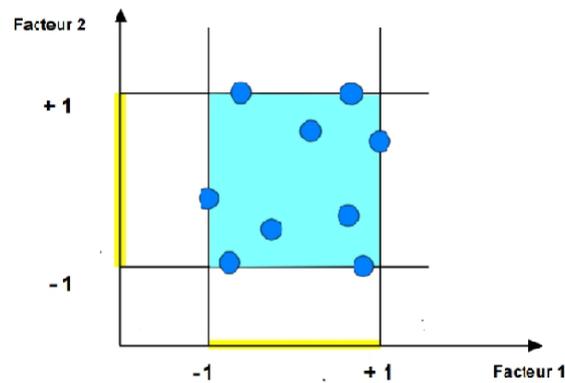


FIGURE 1.2 – Domaine d'étude à deux facteurs et deux niveaux

1.1.5 Notion de surface de réponse

À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui forme une surface appelée surface de réponse (Figure 1.3)[4].

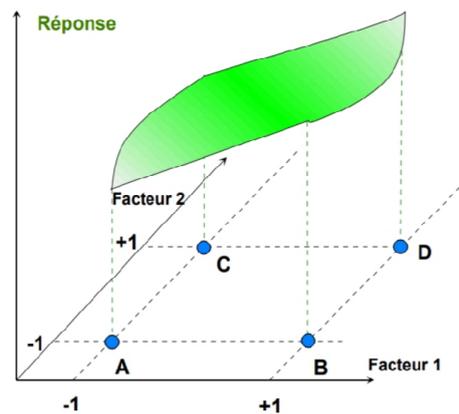


FIGURE 1.3 – Surface de réponse

1.2 Modélisation mathématique a priori de la réponse

1.2.1 Modélisation mathématique

On choisit a priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de **Taylor-Mac Laurin**. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y_k = \alpha_0 + \sum \alpha_i x_i + \sum \alpha_{ij} x_i x_j + \sum \alpha_{ii} x_i^2 + \dots, k = \overline{1, n} \quad (1.2)$$

où :

- y est la grandeur à laquelle s'intéresse l'expérimentateur : c'est la réponse ou la grandeur d'intérêt.
- x_i représente un niveau du facteur i .
- x_j représente un niveau du facteur j .
- $\alpha_0, \alpha_i, \alpha_{ij}, \alpha_{ii}$ sont les coefficients du polynôme.

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences. Ce modèle est appelé le modèle a priori ou le modèle postulé [8].

1.2.2 Modélisation expérimentale

Deux compléments doivent être apportés au modèle purement mathématique précédemment décrit :

- Le premier complément est le manque d'ajustement : Cette expression traduit le fait que le modèle choisi par l'expérimentateur avant les expériences est probablement un peu différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement, on le note par la lettre Δ .
- Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. En effet, dans le cas général, si l'on mesure plusieurs fois une réponse en un même point expérimental, on n'obtiendra pas exactement le même résultat. Il y a une dispersion des résultats. Les dispersions ainsi constatées sont appelées erreurs aléatoires ou erreurs expérimentales et on les note par la lettre ε .

Ces deux écarts, manque d'ajustement et erreur expérimentale, sont souvent réunis dans un seul écart, notée e . Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'écrit alors [8] :

$$y = \alpha_0 + \sum \alpha_i x_i + \sum \alpha_{ij} x_i x_j + \sum \alpha_{ii} x_i^2 + \dots + e \quad (1.3)$$

1.2.3 Système d'équations

Chaque point expérimental apporte une valeur de la réponse. Or cette réponse est modélisée par un polynôme dont les coefficients sont les inconnues qu'il faut déterminer. À la fin du plan d'expériences, on a un système de n équations (s'il y a n essais) à p inconnues (s'il y a p coefficients dans le modèle choisi a priori).

Ce système s'écrit d'une manière simple en notation matricielle par :

$$y = X\alpha + e$$

où :

— y est le vecteur des réponses.

$$y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \cdot \\ \cdot \\ y_n \end{bmatrix}$$

— X est la matrice de calcul des coefficients ou matrice du modèle qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le plan et du modèle postulé :

$$X = \begin{bmatrix} 1 & x_{11} & x_{12} & \cdot & x_{1p-1} & x_1^2 & x_1x_2 & \cdots & x_1x_{p-1} \\ 1 & x_{21} & x_{22} & \cdot & x_{2p-1} & x_2^2 & x_2x_1 & \cdots & x_2x_{p-1} \\ \cdots & \cdot & \cdot & \cdots & \cdot & \cdot & \cdot & \cdots & \cdot \\ \cdots & \cdot & \cdot & \cdots & \cdot & \cdot & \cdot & \cdots & \cdot \\ \vdots & \vdots & \vdots & \cdots & \vdots & \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ 1 & x_{n1} & x_{n2} & \cdots & x_{np-1} & x_n^2 & x_nx_1 & \cdots & x_nx_{p-1} \end{bmatrix}$$

— α est le vecteur des coefficients :

$$\alpha = \begin{bmatrix} \alpha_0 \\ \alpha_1 \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ \alpha_{p-1} \end{bmatrix}$$

— e est le vecteur des écarts.

Ce système possède un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues. Il y a n équations et $p + n$ inconnues. Pour le résoudre, on utilise une méthode de

régression basée sur le critère des moindres carrés.

On dit que $\hat{\alpha}$ est l'estimateur des moindres carrés de α si et seulement si $\hat{\alpha}$ minimise la fonction :

$$Q(\alpha) = \|Y - X\alpha\|^2 \quad (1.4)$$

$$= (Y - X\alpha)'(Y - X\alpha) \quad (1.5)$$

$$= Y'Y - \alpha'X'Y - Y'X\alpha + \alpha'X'X\alpha \quad (1.6)$$

et

$$\frac{\partial Q(\alpha)}{\partial \alpha} = -2X'Y + 2X'X\alpha \quad (1.7)$$

et puisque $\frac{\partial^2 Q(\alpha)}{\partial \alpha \partial \alpha'} = 2X'X$ (définie positive), la condition de convexité de la fonction $Q(\alpha)$ étant satisfaite, le minimum est obtenu par annulation des dérivées premières, d'où le système dit des équations normales :

$$(X'X)\hat{\alpha} = X'Y$$

Si X est de plein rang, $X'X$ est inversible, la solution est donnée par :

$$\hat{\alpha} = (X'X)^{-1}X'Y,$$

où X' est la matrice transposée de X . Deux matrices interviennent constamment dans la théorie des plans d'expériences :

- la matrice d'information $X'X$.
- la matrice de dispersion $(X'X)^{-1}$. [8]

Dans la pratique, on utilise des logiciels de statistiques pour le calcul des valeurs des coefficients.

1.3 Méthodologie expérimentale des plans d'expérience [2]

La démarche à respecter est la suivante :

- Définition de l'objectif.
- Choix des réponses expérimentales.
- Choix des facteurs et du domaine expérimental d'intérêt.
- Etablir la stratégie expérimentale.
- Construction de la matrice d'expériences.
- Construction du plan d'expérimentation.
- Expérimentation.
- Calcul des estimations des informations recherchées.
- Interprétation des résultats.

1.4 Statistiques sur les plans d'expériences

1.4.1 Analyse de la variance

Une fois le modèle ajusté, le problème de la qualité de l'ajustement obtenu se pose alors. Il est possible d'obtenir des indicateurs numériques permettant de quantifier ceci à l'aide des techniques dites d'analyse de la variance (ANOVA). Ces techniques reposent sur des décompositions judicieuses en sommes de carrés.

Désignons dans la suite \bar{y} par y la réponse moyenne observée et par y^* le vecteur des réponses observées centrées (i.e. le vecteur ayant pour éléments $y_i - \bar{y}$ pour $i = 1, \dots, n$). Remarquons que si 1_n est l'indicatrice d'ordre n (i.e le vecteur de R^n dont toutes les composantes sont égales à 1) alors [15] :

$$\bar{y} = \frac{1}{n} 1_n y$$

et

$$y^* = y - \bar{y} 1_n$$

Pour faire cette analyse, plusieurs grandeurs doivent être préalablement définies : Soit SCT la somme des carrés totale :

$$SCT = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2$$

Cette somme peut être décomposée comme une somme de deux termes, SCM , la somme des carrés due à la régression ou variation expliquée par le modèle et SCE , la somme des carrés des résidus ou variation inexpliquée par le modèle :

$$SCT = SCE + SCM$$

SCM est la somme des carrés des erreurs entre les réponses estimées et la moyenne des réponses mesurées :

$$SCM = \sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2$$

SCE est la somme du carré des écarts entre les réponses mesurées et estimées :

$$SCE = \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2$$

Un test statistique visant à rejeter l'hypothèse (H_0) selon laquelle le modèle ne permet pas de décrire la variation des essais sera par la suite réalisé. Ce test

repose sur la statistique F_c décrite dans l'équation (1.8) qui suit, sous (H_0) , une loi de **Fisher** avec respectivement $(p - 1)$ et $(n - p)$ degrés de liberté.

$$F_c = \frac{\frac{SCM}{p-1}}{\frac{SCE}{n-p}} \quad (1.8)$$

Ainsi, l'hypothèse H_0 est rejetée avec une probabilité α si :

$$F_c > F_{(\alpha, p-1, n-p)} \quad (1.9)$$

Dans l'équation (1.9), $F_{(\alpha, p-1, n-p)}$ est le $(1 - \alpha)$ quantile d'une loi de **Fisher** avec $(p - 1)$ et $(n - p)$ degrés de liberté.

Ces données conduisent à la construction du tableau (1.2) d'analyse de la variance récapitulant ces différents résultats.

Il est ainsi possible de conclure quand à la capacité de description des variations des essais du modèle.

Le point suivant consiste en la définition du pourcentage de variation totale expliquée par le modèle au moyen du coefficient de détermination R^2 , prenant des valeurs dans l'intervalle $[0, 1]$:

$$R^2 = \frac{SCM}{SCT} = 1 - \frac{SCE}{SCT}$$

source de variation	Degrés de liberté	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F_c
Régression	$p - 1$	SCM	$\frac{SCM}{p-1}$	$\frac{\frac{SCM}{p-1}}{\frac{SCE}{n-p}}$
Résiduelle	$n - p$	SCE	$\frac{SCE}{n-p}$	
Totale	$n - 1$	SCT		

TABLE 1.1 – Tableau ANOVA : analyse de régression.

Quand $R^2 = 1$, les estimations \hat{y}_i coïncident avec les mesures alors que pour $R^2 = 0$ les données ne sont pas du tout alignées (i.e ils sont dispersés). Le coefficient de détermination indique donc le degré d'alignement des données expérimentales sur le modèle de régression. Ainsi, pour $R^2 = 0.8$, 80% de la variation des essais est expliquée par le modèle.

Cependant, en présence de plusieurs variables explicatives, ce qui est souvent le cas pour les régressions multiples, le coefficient de détermination augmente naturellement et ne permet pas de comparer significativement différents modèles. Il est

donc usuel d'introduire et d'utiliser le critère du R^2 ajusté, R_{ajust}^2 , qui est maximal quand l'estimateur des erreurs s^2 définie par l'équation (1.10), est minimale.

$$s^2 = \frac{SCE}{n-p} \quad (1.10)$$

R_{ajust}^2 est défini par :

$$R_{ajust}^2 = 1 - \left(\frac{SCE}{n-p}\right)\left(\frac{n-1}{SCT}\right)$$

La qualité du modèle sera donc d'autant meilleure que R_{ajuste}^2 sera proche de 1.

1.4.2 Statistiques sur les coefficients du modèle

Les différents paramètres du modèle peuvent aussi être analysés statistiquement. Chaque coefficient est soumis à un test de validité, pour affirmer l'effet du facteur correspondant sur la réponse, et dans lequel l'hypothèse nulle (H_0) suppose que ceux-ci sont nuls.

Ce test repose sur la statistique t_c de **Student** qui dépend de l'estimation de l'écart type de $\hat{\alpha}(i)$, $s(\hat{\alpha}(i))$ calculée par :

$$t_c = \frac{\hat{\alpha}(i)}{s(\hat{\alpha}(i))}$$

Or, cet écart type est estimé à partir des termes diagonaux c_{ii} de la matrice de dispersion $(X^t X)^{-1}$:

$$s(\hat{\alpha}(i)) = \sigma_r \sqrt{c_{ii}}$$

Soit la variance des résidus, σ_r^2 , l'estimation de la variance expérimentale :

$$\sigma_r^2 = \frac{SCE}{n-p}$$

Ce qui conduit au calcul de t_c

$$t_c = \frac{\hat{\alpha}(i)}{\sigma_r \sqrt{c_{ii}}}$$

Il est possible de montrer que sous (H_0), t_c suit une loi de **Student** à $(n-p)$ degrés de liberté. La propriété (H_0) va alors être rejetée au niveau de signification α si :

$$|t_c| > t_{(\frac{\alpha}{2}, n-p)} \quad (1.11)$$

Dans l'équation (1.11) la valeur critique $t_{(\frac{\alpha}{2}, n-p)}$ est le $(1 - \frac{\alpha}{2})$ quantile d'une loi de **Student** à $(n-p)$ degré de liberté. Il est alors possible de déterminer quels sont

les coefficients qu'il faut conserver.

Enfin, la normalité des erreurs va être testée. Pour cela, le tracé du QQ-plot des résidus donne des informations sur la distribution des résidus. Il s'agit d'ordonner de façon croissante les résidus e . Soit \tilde{e} ce vecteur des erreurs avec \tilde{e}_1 le plus petit résidu et \tilde{e}_n le plus grand :

$$\tilde{e}' = (\tilde{e}_1 \ \tilde{e}_2 \ \tilde{e}_3 \ \dots \ \tilde{e}_n)$$

À chacun de ces résidus \tilde{e}_i est ensuite associé le $\frac{i}{n+1}$ quantile q_i d'une loi normale centrée réduite.

La fonction quantile d'une variable aléatoire est l'inverse de sa fonction de répartition. Pour une loi normale centrée réduite, les valeurs de la fonction quantile sont tabulées. Le graphe avec les quantiles q_i en abscisse et les résidus ordonnés \tilde{e} en ordonnée peut alors être tracé. Si les résidus sont normalement distribués (comme c'est le cas par hypothèse), les points doivent être alignés[3].

1.5 Plans factoriels complets à deux facteurs

Il existe trois grandes familles de plans d'expériences :

- **Les plans de criblages** : dont l'objectif est de découvrir les facteurs les plus influents sur une réponse donnée en minimum d'expériences.
- **Les plans pour surface de réponse** : dont l'objectif est de trouver une relation mathématique (modèle) qui lie les réponses mesurées aux variables associées aux facteurs soit via une démarche mathématique analytique ou purement matricielle. Ce modèle peut être aussi utilisé à des fins d'optimisation du processus étudié.
- **Les plans de mélange** : dont l'objectif est le même que la deuxième famille mais où les facteurs ne sont pas indépendants.[13]

1.5.1 Plans factoriels complets :

Pour m facteurs, on appelle plan d'expérience factoriel complet toute configuration constituée des éléments suivants :

1) tous les sommets du cube $[-1, 1]^m$

2) n_0 répliques éventuelles du centre du domaine expérimental.

Les sommets du cube $[-1, 1]^m$ constituent la partie factorielle du plan alors que les (éventuelles) répliques du centre du domaine constituent la partie centrale.

Du point de vue mathématique, la partie factorielle est donc l'ensemble des points obtenus à l'aide des produits cartésiens suivants :

$$[-1, 1] \times [-1, 1] \times \dots \times [-1, 1] = [-1, 1]^m$$

Le nombre d'expériences à réaliser avec un plan factoriel complet est alors : $n = 2^m + n_0$. Dans bon nombre d'ouvrages on désigne par plan d'expérience factoriel complet la seule partie factorielle présentée ici (c'est-à-dire que $n_0 = 0$). Cette définition est plus générale car réaliser des répliques centrales peut s'avérer d'un grand intérêt pratique.[15]

1.5.2 Plans factoriels complets à deux niveaux

Ces plans possèdent un nombre de niveaux limité à deux pour chaque facteur. Toutes les combinaisons de niveaux sont effectuées au cours de l'expérimentation. Ces plans peuvent être utilisés indistinctement pour les variables continues et pour les variables discrètes.

Pour deux facteurs, le domaine d'étude est un carré. Le modèle mathématique postulé est un modèle du premier degré par rapport à chaque facteur :

$$y = \alpha_0 + \alpha_1 x_1 + \alpha_2 x_2 + \alpha_{12} x_{12} + e \quad (1.12)$$

- y est la réponse
- x_i représente le niveau attribué au facteur i .
- α_0 est la valeur de la réponse au centre du domaine d'étude.
- α_1 est l'effet (ou effet principal) facteur 1.
- α_2 est l'effet (ou effet principal) du facteur 2.
- α_{12} est l'interaction entre les facteurs 1 et 2.
- e est l'écart.

On démontre que les meilleurs emplacements des points d'expériences sont situés aux sommets du domaine d'étude (figure 1.4).

* Représentation d'une étude sous forme de tableau

N° d'essai	Facteur 1	Facteur 2
1(A)	-1	-1
2(B)	1	-1
3(C)	-1	1
4(D)	1	1

TABLE 1.2 – Plan d'expériences (unités codées).

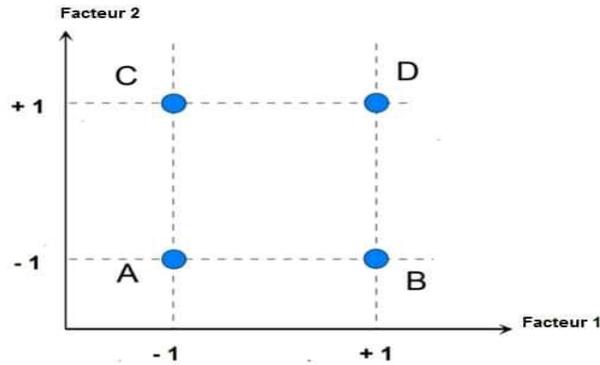


FIGURE 1.4 – Les meilleurs emplacements des points expérimentaux.

*Présentation des résultats d'essais

A chaque essai, l'expérimentateur mesure la réponse qu'il a choisie. Par exemple, la réponse de l'essai $n^{\circ}1$ est y_1 . Celle de l'essai $n^{\circ}2$ est y_2 , et ainsi de suite. Ces réponses sont indiquées en face chaque essai et sont rassemblées dans la colonne "Réponse" (table1.3).

N° d'essai	Facteur 1	Facteur 2	Réponse
1(A)	-1	-1	y_1
2(B)	1	-1	y_2
3(C)	-1	1	y_3
4(D)	1	1	y_4

TABLE 1.3 – Plan d'expériences et résultats expérimentaux.

* Calcul des coefficients

Les quatre points d'expériences apportent quatre équations.

$$y_1 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,-1} + \alpha_2 x_{2,-1} + \alpha_{12} x_{1,-1} x_{2,-1} + e_1$$

$$y_2 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,1} + \alpha_2 x_{2,-1} + \alpha_{12} x_{1,1} x_{2,-1} + e_2$$

$$y_3 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,-1} + \alpha_2 x_{2,1} + \alpha_{12} x_{1,-1} x_{2,1} + e_3$$

$$y_4 = \alpha_0 + \alpha_1 x_{1,1} + \alpha_2 x_{2,1} + \alpha_{12} x_{1,1} x_{2,1} + e_4$$

La résolution de ce système donne la valeur des coefficients :

$$\hat{\alpha}_0 = \frac{1}{4} [y_1 + y_2 + y_3 + y_4]$$

$$\begin{aligned}\hat{\alpha}_1 &= \frac{1}{4}[-y_1 + y_2 - y_3 + y_4] \\ \hat{\alpha}_2 &= \frac{1}{4}[-y_1 - y_2 + y_3 + y_4] \\ \hat{\alpha}_{12} &= \frac{1}{4}[+y_1 - y_2 - y_3 + y_4]\end{aligned}\tag{1.13}$$

Connaissant les coefficients, on peut écrire le modèle de régression qui servira à faire des prévisions :

$$\hat{y} = \hat{\alpha}_0 + \hat{\alpha}_1 x_1 + \hat{\alpha}_2 x_2 + \hat{\alpha}_{12} x_1 x_2\tag{1.14}$$

- **Signification de $\hat{\alpha}_0$:** Si l'on donne à x_1 et à x_2 la valeur zéro, on définit le centre du domaine d'étude. La relation 1.14 devient alors :

$$\hat{y} = +\hat{\alpha}_0$$

Le coefficient $\hat{\alpha}_0$ est la valeur calculée de la réponse au centre du domaine d'étude.

- **Signification de $\hat{\alpha}_1$:** Plaçons nous maintenant au niveau moyen du facteur 2, pour cela donnons la valeur zéro à x_2 . La relation 1.14 devient alors :

$$\hat{y} = +\hat{\alpha}_0 + \hat{\alpha}_1 x_1$$

Cette relation permet de tracer l'évolution de la réponse prédite dans un plan de coupe $x_2 = 0$ (Figure 1.5). L'effet du facteur 1 apparaît comme la variation de la réponse quand on passe du niveau zéro au niveau haut du facteur 1.

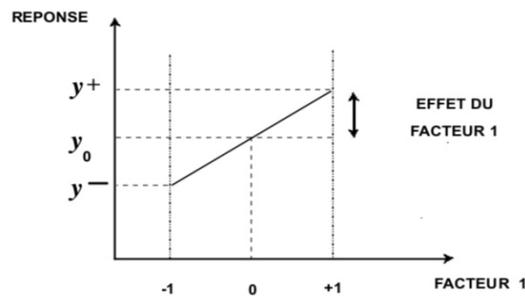


FIGURE 1.5 – L'effet du facteur 1 est la variation de la réponse entre le centre du domaine d'étude et le niveau haut du facteur 1.

- **Signification de $\hat{\alpha}_{12}$** : La relation 1.13 peut s'écrire

$$\hat{\alpha}_{12} = \frac{1}{2} \left[\frac{1}{2} (y_4 - y_3) - (y_2 - y_1) \right] = \frac{1}{2} [+ef^+ - ef^-]$$

L'interaction apparaît comme la demi différence entre l'effet du facteur 1 au niveau haut du facteur 2 (effet noté ef^+) et l'effet du facteur 1 au niveau bas du facteur 2 (effet noté ef^-). Elle traduit une variation de l'effet d'un facteur en fonction du niveau d'un autre facteur.[4]

1.5.3 Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux 2^{m-q}

Les plans factoriels fractionnaires sont des plans factoriels qui permettent d'étudier tous les facteurs mais dont le nombre d'essais est réduit par rapport aux plans factoriels complets. Un plan factoriel fractionnaire à 2 fois moins, ou 4 fois moins ou 2^q fois moins d'essais que le factoriel complet correspondant. A la fin d'un plan factoriel fractionnaire, on a un système de n équations à p coefficients inconnus avec p plus grand que n . On ne sait pas résoudre un tel système. Comme on ne peut pas augmenter le nombre d'équations, il faut diminuer le nombre d'inconnues. On y arrive en utilisant un artifice : on regroupe les coefficients de telle manière qu'il y ait n inconnues. On résout donc un système de n équations à n groupes de coefficients. On appelle ces groupes de coefficients, des contrastes ou des alias et on dit que les coefficients sont aliasées dans les contrastes[4].

Chapitre 2

Généralités sur le séchage

Introduction

Le séchage est l'une des méthodes les plus anciennes de conservation des aliments. Il consiste en sujets d'évaporation de l'eau et de composés volatils, réduisant la croissance des micro-organismes et des réactions chimiques non désirées telles que le brunissement enzymatique afin d'augmenter la vie du produit. Il aide à obtenir un produit sec et homogène à l'extrémité du séchage.

Plusieurs facteurs décide de la qualité du produit séché et ce durant le processus de séchage, entre autre la température exercée et la nature constitutionnelle de l'aliment.

La maîtrise et le développement de cette technique est devenue une nécessité absolue avec le développement de la technologie et diversité des techniques de séchages.

Ce chapitre exposera les notions de base pour la compréhension et la maîtrise du processus de séchage.

2.1 Comprendre le séchage

Le séchage est une opération unitaire qui consiste à éliminer totalement ou partiellement un liquide imprégnant un matériau par rapport d'énergie thermique. Il consiste en sujets d'évaporation de l'eau et de composés volatils, réduisant la croissance des micro-organismes et des réactions chimiques non désirées telles que le brunissement enzymatique afin d'augmenter la durée de vie du produit. Il aide à obtenir un produit sec et homogène à l'extrémité du séchage. ce qui permet de réduire considérablement la masse et le volume des produits et facilite leur transport, stockage et manutention[10].

2.1.1 Objectif de séchage

L'objectif principal du séchage est de diminuer l'activité de l'eau de divers matériaux périssables qui consiste de convertir ce dernier en produits stabilisés. Il consiste à enlever l'excès d'humidité d'un produit par évaporation de l'eau qu'il contient aux valeurs < 0.5 , afin de permettre leur stockage à la température ambiante[11].

2.1.2 Principe du séchage

La première idée qui vient à l'esprit pour sécher un produit est de le porter à la température d'ébullition de l'eau, qui alors se vaporise. En réalité, ce principe n'est pas le plus employé et l'on préfère souvent opérer à température moins élevée en utilisant l'air comme gaz d'entraînement. Trois modes de séchage peuvent être distingués[14]

Mode Mécanique : C'est l'élimination du liquide par des forces purement mécaniques (pressage, centrifugation, ...). Certains processus de pré concentration et de pré séchage peuvent se réaliser sans transfert thermique mais par simple transfert de quantité de mouvement.

Mode Chimique : C'est un procédé basé sur l'utilisation de produits déshydratants (chlorure de calcium, ...) pour extraire l'eau.

Mode Thermique : Ce type d'opération est essentiellement un transfert de masse nécessitant au préalable une "activation" de l'eau par une certaine quantité d'énergie apportée par un transfert de chaleur.

Les deux transferts se dédoublent en une phase externe et une phase interne :

- Transfert de chaleur interne, de la source de chaleur vers la surface du produit.
- Transfert de chaleur externe, de la surface vers le cœur du produit.
- Transfert de masse interne, du cœur vers la surface du produit.
- Transfert de masse externe de la surface du produit vers le milieu extérieur.

2.1.3 Efficacité d'une technique de séchage

L'efficacité d'une technique de séchage se mesure à deux niveaux, à savoir[11]

La qualité du produit obtenu La qualité hygiénique, nutritionnelle, praticité, sensorielle comme flaveur, couleur, texture du produit séché dépend du processus adopté, des pré traitements éventuels (il s'agit principalement de l'imprégnation pour les légumes et fruits), du taux d'élimination de l'eau, de l'état du fruit ou

du légume impliquant le degré de maturité, mais également la taille des découpes (entiers, coupées, purée), ainsi que du matériau d'emballage utilisé.

La performance du procédé utilisé Elle est évaluée en termes de consommation d'énergie, cinétique, coût d'équipements et coût total ainsi qu'en terme de son impact sur l'environnement.

2.1.4 Avantage et inconvénients du séchage

Les principaux avantages du procédé de séchage sont :

- La simplicité de la méthode avec généralement un bon rendement.
- L'universalité du procédé, accessible à tous, y compris pour les particuliers.
- Une durée de conservation des aliments déshydratés qui peut être de plusieurs mois .
- La désactivation des enzymes responsables de la dégradation des aliments .
- L'inhibition de la croissance des micro-organismes grâce à la réduction de l'activité d'eau .
- Sa capacité à être utilisé à des fins commerciales permettant de limiter les pertes de récoltes.
- La diminution des coûts financiers et environnementaux liés au transport des marchandises en raison de la réduction massique[14].

Les inconvénients du séchage Comme tous les traitements thermiques, le séchage peut entraîner, en particulier, des pertes d'arômes, de vitamines et de pigments, des réactions de brunissement, des durcissements superficiels, des modifications irréversibles de texture et donc de capacité à la réhydratation, des pertes de constituants volatils et la modification de la répartition de l'humidité dans le produit. En général, le séchage a globalement moins d'inconvénients que d'autres procédés de conservation (appertisation, congélation ou traitement aseptique). Le séchage des fruits, des légumes et des épices reste encore une méthode très répandue de conservation de ces aliments[14].

2.1.5 Techniques du séchage

Pour extraire l'eau d'un produit, différents modes peuvent être utilisés comme[10] :

Séchage par entrainement

Lorsqu'un corps humide est placé dans un courant d'air suffisamment chaud et sec, il s'établit spontanément entre ce corps et l'air un écart de température et de pression partielle de vapeur d'eau . Il s'ensuit un transfert de chaleur de l'air

vers le produit, sous l'effet de l'écart de température et un transfert d'eau en sens inverse du fait de l'écart de pression de vapeur d'eau entre la surface du produit et l'air environnant. Le séchage est dit « isenthalpique » si l'énergie nécessaire à la vaporisation de l'eau est exactement égale à celle apportée par l'air chaud.

Séchage par ébullition

Un séchage par ébullition a lieu lorsque le flux thermique transféré au produit est très intense à cause d'un écart de température très élevé entre la source chaude et le produit (par conduction sur une surface chaude (séchoir cylindre), par rayonnement (séchoir microondes), par convection (séchoir à vapeur d'eau surchauffée), par immersion dans de l'huile chaude). Dans toutes ces conditions la température du produit atteint un niveau tel que la pression de vapeur d'eau (p) de ce produit est égale ou dépasse à la pression totale ambiante (p_t) : $p \geq p_t$. L'ébullition proprement dite s'observe difficilement dans les solides ou les corps pâteux que dans les liquides.

Séchage à l'air libre

Cette méthode est la plus ancienne et elle est utilisée jusqu'à nos jours. Elle est basée sur un transfert de l'eau de la matrice voulue séchée vers l'air ambiant. En effet, une faible humidité relative de l'air correspond à une température élevée, ce qui lui confère une plus grande capacité d'entraînement de l'humidité. Ainsi l'augmentation de la température de l'air ambiant est sans effet sur sa teneur en vapeur d'eau, mais les variations de température dans une matrice hydratée aura une incidence sur le contenu en vapeur d'eau de cette dernière.

Séchage à l'étuve

Il faut préciser la consigne de température de l'étuve, le temps de séjour et la taille de l'échantillon testé. Même si cette taille n'est pas en générale critique, le temps de séjour dans l'étuve doit être adapté au rapport surface/volume. La meilleure durée est « jusqu'à poids constant » pour atteindre la masse sèche. La perte de poids est calculée par la différence de pesée avant et après séchage. L'air présent dans l'étuve peut être augmenté par la vapeur émise par les échantillons séchés en fonction du renouvellement de l'atmosphère interne de l'étuve c'est pour cela les étuves ventilées sont les meilleur et les plus utilisés.

Séchage par micro-ondes

Les micro-ondes ou hyperfréquences sont des ondes électromagnétiques. Une onde électromagnétique est composée d'un champ électrique et d'un champ ma-

gnétique. Les micro-ondes se situent dans les fréquences allant de 300 MHz à 300GHz ce qui correspond à des longueurs d'onde d'un mètre à un millimètre. Le fonctionnement d'un four à micro-onde est simple. L'énergie électrique apporté alimente le magnétron qui convertie l'énergie électrique en champ électromagnétique et par un guide d'onde (tube rectangulaire en métal), les micro-ondes produites sont dirigées vers l'agitateur d'onde et pénètrent dans l'enceinte métallique où se trouve l'aliment à chauffer sur une plaque tournante, qui permet au produit alimentaire d'être exposé aux micro-ondes qui pénétrant l'aliment pour atteindre les molécules d'eau[11].

2.1.6 Avantages spécifiques des micro-ondes

Le séchage par micro-onde présente bels avantages, entre autre comme une opération très rapide dans le temps, permettant des économies d'énergie, et une qualité du produit plus élevée. Ce séchage est très élargi dans divers applications comme l'inactivation, la stérilisation enzymatique et la pasteurisation des produits alimentaire (jus de fruit, laits, purée alimentaire, viande). L'absence d'inertie permet une régulation et un asservissement aisé, la production de la chaleur étant liée à la nature de la matière elle-même et en fin le chauffage est sélectif seul le produit est chauffé, et non l'environnement[11].

Mécanisme de séchage par microondes Le phénomène fondamental responsable du chauffage microondes (appelé aussi chauffage par hystérésis diélectrique) est la dégradation par dissipation d'une partie de l'énergie transportée par l'onde électromagnétique. Un matériau diélectrique est un isolant donc un mauvais conducteur d'électricité. Il s'échauffe du fait de la polarisation et de la rotation de ses dipôles puis de leur relaxation lorsqu'ils sont soumis à des champs électriques alternatifs. Le dégagement de chaleur résultant diffère fondamentalement du chauffage par effet Joule qui est provoqué par des frictions internes entre les électrons et les molécules. De plus, contrairement au chauffage classique, il a lieu dans le volume, d'où son appellation de « chauffage volumique »[10].

Paramètres influençant le séchage microondes

— 1. Propriétés diélectriques des aliments

Dans le traitement microondes, seules les propriétés électriques du matériel à chauffer sont importantes pour la dissipation de l'énergie électrique en chaleur.

— 2. Puissance microondes dissipée

La puissance microondes est en réalité une densité de puissance (ou puis-

sance volumique) dissipée dans le produit. L'énergie microondes en elle-même n'est pas une énergie thermique. La chaleur provient plutôt de la conséquence de l'interaction entre l'énergie des microondes et le matériau.

— **3. Profondeur de pénétration des microondes**

L'absorption progressive de la puissance est caractérisée par la profondeur de pénétration (d_p). Elle est définie comme la profondeur dans le matériau pour laquelle le transfert de l'onde a été réduit de 37 par rapport à la puissance entrante.

— **4. Effet du facteur de perte**

Le facteur de perte ε d'un matériau varie avec sa température, sa teneur en eau et la fréquence du champ électrique qui lui est soumis.

Technologies de séchages combinées aux microondes

Pour comparer différentes techniques de déshydratation, trois aspects principaux du processus peuvent être utilisés. Il s'agit de la vitesse de déshydratation, de la qualité et des caractéristiques du produit final, et des coûts énergétiques et économiques du processus. Le séchage microonde peut être combiné au :

- * Le séchage micro ondes combiné à la lyophilisation.
- * Le séchage en lit fluidisé combiné aux micro ondes.
- * Le séchage micro ondes combiné à l'air chaud.
- * Le séchage sous vide combiné aux micro ondes.

2.2 Cinétiques de séchage

le séchage est le processus qui sépare le liquide d'un milieu solide par évaporation. Un des important changement physique subit par l'aliment durant le processus de séchage est la réduction de son volume : la perte en eau cause un stress au niveau de la structure interne de la cellule menant à un changement de forme et décroissance en dimension. Ceci dépend essentiellement de :

- Le transfert de chaleur,
- séchage en continu ou en discontinu,
- la direction des fluides chauffés respectivement à l'aliment (pression atmosphérique, surface profonde ou légère).

De plus le séchage implique deux types de transferts :

1. **La diffusion de chaleur** : l'équation de diffusion est définie par :

$$\frac{\partial T}{\partial t} + u \frac{\partial T}{\partial x} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (2.1)$$

2. **Le transfert de masse** : d'équation :

$$\frac{\partial M}{\partial t} + u \frac{\partial M}{\partial x} = \alpha \frac{\partial^2 M}{\partial x^2} \quad (2.2)$$

où T représente la température diffusée vers l'aliment, M la masse de l'aliment et x est le volume de ce dernier, u étant une fonction dépendant du coefficient de diffusion initial.

Ces équation n'ont pas de solutions analytiques, et vu leurs importance dans la description et le contrôle du processus de séchage, des solution approchées ont été introduite, majoritairement basé sur l'ajustement de données expérimentales sur des fonctions théoriques[7]).

Les cinétiques de séchages sont liés donc au changement de la masse de l'aliment durant la période de séchage et ce du fait que l'aliment expulse de l'humidité (eau) en absorbant la température.

Si m_t est la masse de l'aliment à l'instant t et m_{t+h} sa masse à l'instant $t + h$, la perte de masse se traduit ainsi par $\delta m_t = m_t - m_{t+h}$

L'expérimentation montre que les courbes des séries temporelles représentant la perte de masse durant le temps ont une tendance décroissante suivant une fonction logistique, qui varie avec la variation de la température et la nature de l'aliment.

Dans ce travail on considère que δm_t décroît suivant la fonction[7] :

$$\Delta m_t = 100 \exp(-kt), \quad t \text{ étant le temps} \quad (2.3)$$

L'objectif dans ce travail est de cerner l'effet du changement de puissance de séchage (température de chauffage) et de la diversification des aliments sur le variation du paramètre k de la fonction ci-haut.

2.2.1 Variation suivant la nature de l'aliment

La vitesse de séchage (perte de masse durant le séchage) varie d'un aliment à un autre. En effet, suivant la contenance de chaque aliment en eau, le transfert de matière diffère à travers les matières solides que liquides durant le chauffage de l'aliment : on constate que la perte de masse est plus rapide durant les premiers instant de séchage puis tend à se ralentir vers la fin, donc la perte en masse va différer suivant la contenance de chaque aliment en eau.

Le graphe suivant montre les cinétiques de séchages de quelques aliments :

Le graphe montre que les cinétiques de séchage sont influencées par la nature de l'aliment : plus l'aliment contient plus d'eau dans sa constitution, plus ce dernier est séché plus rapidement.

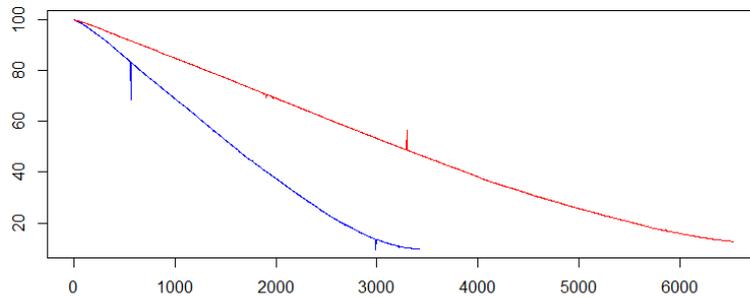


FIGURE 2.1 – Cinétiques de séchage de l’ail et des petits pois sur micro-ondes à 100w

2.2.2 Variation suivant la température exercée

Suivant la température exercée sur l’aliment, la vitesse de séchage change. Le graphe suivant illustre sa variabilité

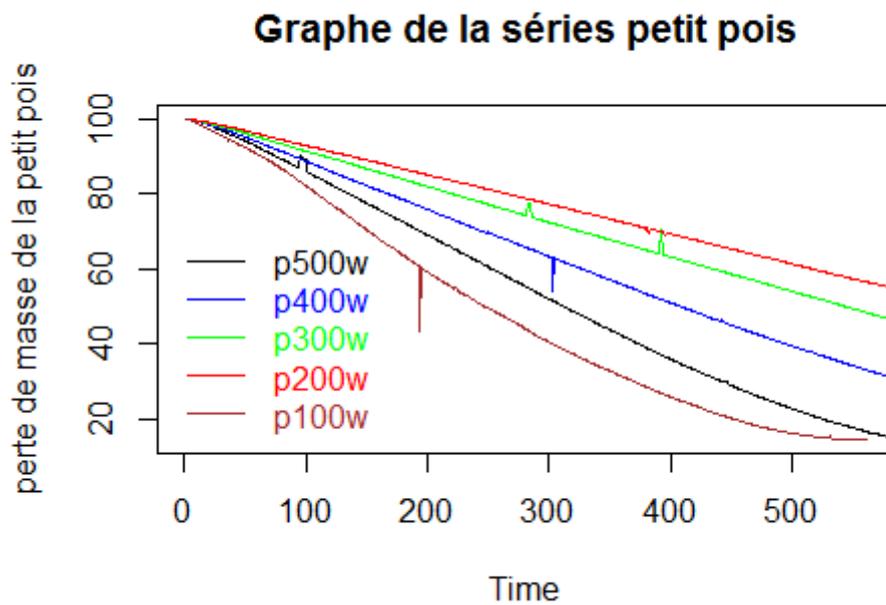


FIGURE 2.2 – cinétiques de séchage es petits pois dans un micro-ondes réglé à différentes puissances

Conclusion

Dans le chapitre qui suit on essayera de montrer l'influence du chagement de la température et de la nature de l'aliment sur le paramètre k de la fonction d'ajustement et quantifier leurs effets via les plans factoriels complets.

Chapitre 3

Maîtrise des cinétiques de séchage par micro ondes par le biais des plans d'expériences factoriels

3.1 Les données expérimentales

La suites de données dont on dispose, sont collectées au niveau du Laboratoire LBBBS¹. On dispose de données relatives aux cinétiques de séchage de 6 aliments : banane, petit pois, fève, pomme, pomme de terre, citrouille. Le séchage de chaqu'un de ces aliments s'est fait sur un micro-ondes à 10 différentes puissance de chauffage : 100w, 200w, 300w, 400w, 500w, 600w, 700w, 800w, 900w et 1000w.

Deux essais sont réalisés pour chaque aliment, suivant chaqu'une des puissance de chauffages précédentes. On dispose alors de 120 séries temporelles.

3.1.1 Ajustement des séries obtenues

Comme première étape, on ajuste les séries par un modèle semi empirique, cité dans [7].

Le modèle utilisé est celui défini dans l'équation (2.3) du chapitre 2. On estime le paramètre k pour chaque série (l'ajustement est réalisé à l'aide du solveur d'Excel), on obtient les résultats suivant :

1. Laboratoire de Biomathématiques, Biophysiques, Biochimiques et scientométrie, Université A. Mira de Béjaia

Aliment/Puissance	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
petit pois	3,08	2,38	2,84	3,78	4,98	6,3	7,4	8,6	10,5	12,34
fève	2,1	3,3	3,1	4	5,4	6,77	7,8	9,3	10,95	13,4
pomme	1,42	6,2	6,5	7	11,8	12,7	17,2	21,4	22,1	22,4
banane	4,3	7,1	8,6	7,87	12	17,5	15,6	15,6	18,98	20,8
pomme de terre	5,2	6,3	9,2	12,1	13,3	16,4	17,4	18,3	21,5	23,4
citrouille	2,8	4,4	7,08	7,8	11,3	17,5	15,6	15,5	20,01	22,05

TABLE 3.1 – Estimation de k pour les données du premier essai de l'expérimentation

Aliment/Puissance	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
petit pois	1,67	2,56	4,33	4,78	5,2	6,36	8,14	9,16	9,5	11,84
fève	2,4	2,98	3,6	4	6,14	6,97	7,68	8,75	11,05	12,21
pomme	1,12	4,26	5,6	6,88	10,9	12,33	16,62	20,68	22,41	22,76
banane	3,5	6,15	7,96	8,87	15,6	16,15	16,67	17,16	19,18	20,43
pomme de terre	2,2	4,3	8,22	11,5	14,13	15,44	16,89	18,17	20,5	22,54
citrouille	3,92	5,34	6,78	8,18	10,97	15,15	16,16	17,5	19,33	21,88

TABLE 3.2 – Estimation de k pour les données du deuxième essai de l'expérimentation

3.2 Préparation du plan d'expérience

3.2.1 Définition de l'objectif de l'étude

Dans le chapitre précédent, on a conclut que l'ajustement des cinétiques de séchage d'aliment sur micro-ondes, représentées par la perte en masse durant le processus de séchage, est influencés par les deux facteurs température (contrôlée par la puissance du micro-onde) et la nature de l'aliment (qu'on suppose liée à sa contenance en eau).

Ainsi l'objectif de cette étude est de vérifier si l'on peut quantifier l'influence de ces deux facteurs par un modèle mathématique des plans d'expériences.

3.2.2 Description des éléments sur lesquels va porter l'étude

Dans cette étude, on s'intéresse à la perte de masse, qui est en fonction de deux facteurs à plusieurs niveaux, à partir de la fonction d'ajustement (équation 2.3) :

$$\Delta m_t = 100e^{-kt}.$$

- **La puissance du microonde (P) :**

Suivant le micro-onde, On peut faire varier la puissance de chauffage selon

plusieurs valeurs, néanmoins, dans ce travail on se basera sur les données des tableau (3.1, 3.2).

Les puissances utilisées dans l'expérimentation sont les suivantes : 100w, 200w, 300w, 400w, 500w, 600w, 700w, 800w, 900w, 1000w.

- **Contenance en eau de l'aliment (CE)** : Les données des tableaux 3.1, 3.2 traitent 6 types d'aliments dont on peut estimer la contenance en eau ² par :
 - petit pois à 0, 2.
 - fève à 0, 3.
 - banane à 0, 5.
 - Pomme à 0, 7.
 - pomme de terre à 0, 8.
 - citrouille à 0, 9.

La teneur en eau et en humidité font partie des paramètres les plus importants mesurés dans les produits alimentaires. La teneur en humidité est inversement proportionnelle à la matière sèche d'un aliment. La détermination de la teneur en eau et en humidité se fait généralement à l'aide de la méthode de Karl Fischer ou d'une analyse thermogravimétrique.

3.2.3 Choix du plan

On sait qu'il y a deux facteurs à étudier. Les niveaux haut et bas de chaque facteur ont été définis.

Ayant deux facteurs prenant chacun deux niveaux, le plus simple est de choisir un plan d'expériences factoriel complet 2^2 . Ce plan est bien adapté à notre problème puisqu'il correspond exactement à deux facteurs prenant chacun deux niveaux.

Ainsi, pour notre plan d'expérience, la variable de réponse y sera le paramètre k de cette fonction. Les facteurs supposés influençant la variation de ce paramètre seront donc $X_1 = P$ et $X_2 = CE$

Notre plan d'expérience comportera donc les variables suivantes :

- **La réponse Y** : sera le paramètre k de la fonction de l'ajustement
- **Le facteur X_1** : représenté par la puissance du micro-onde, qui procure la chaleur de chauffage de l'aliment.

A partir de données, on assumera que ce facteur varie entre 100w et 1000w (puissance min et max du micro-ondes utilisé dans LBBBS), qui désigneront respectivement les niveaux haut et bas de ce dernier.

2. Ces valeurs sont collectées sur le site <https://www.sante-et-nutrition.com/>

- **Le facteur X_2** : est la contenance en eau de l'aliment séché. On supposera là aussi que les niveaux haut et bas de ce facteur sont respectivement 0.2 et 0.9

Les réponses correspondantes aux niveaux hauts et bas de chaque facteur sont résumées dans le tableau suivant (tableau 3.1) :

X_1	X_2	Y
100w	0.2	3.08
100w	0.9	2.8
1000w	0.2	12.34
1000w	0.9	22.05

3.3 Construction des plans sur R

3.3.1 Création du plan

L'expérience exécute un plan factoriel complet 2^2 ce plan est défini dans R par :

```
> #construction de plan:
> plan<-FrF2(nruns=4,nfactors=2,factor.names=c("X1","X2"),
randomize=FALSE,replications=1)
creating full factorial with 4 runs ...

> plan
  X1 X2
1 -1 -1
2  1 -1
3 -1  1
4  1  1
class=design, type= full factorial
> |
```

FIGURE 3.1 – Plan factoriel complet à deux niveaux des cinétiques de séchage d'aliment sur micro-ondes

3.3.2 Importation des données et vérification

La prochaine étape est de rajouter les valeurs des réponses au plan créé.

```

> rep
      Y
1  3.08
2  2.80
3 12.34
4 22.05
> plan=add.response(plan,rep)
> plan
      X1 X2      Y
1  -1 -1   3.08
2   1 -1   2.80
3  -1  1  12.34
4   1  1  22.05
class=design, type= full factorial

```

FIGURE 3.2 – Plan d’expérience et résultats expérimentaux

3.3.3 Estimation des effets des facteurs sur les cinétiques de séchage

Notre modèle sera de la forme :

$$y = \alpha_0 + \alpha_1 x_1 + \alpha_2 x_2 + \alpha_{12} x_1 x_2 + e$$

l’estimation des coefficients de ce modèle sur R nous donne :

```

> # Estimation du modèle
> model1<-lm(Y~(X1+X2+X1*X2),data=plan)
> model1 # affichage du modèle

Call:
lm.default(formula = Y ~ (X1 + X2 + X1 * X2), data = plan)

Coefficients:
(Intercept)      X11      X21  X11:X21
    10.067      2.357      7.128      2.497

```

FIGURE 3.3 – modèle mathématique non linéaire

A partir de ces données :

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_0 = 10.067 \\ \alpha_1 = 2.357 \\ \alpha_2 = 7.128 \\ \alpha_{12} = 2.497 \end{array} \right.$$

le résumé des statistiques de ce modèle avec R nous donne :

```

> #Validation du modèle
> summary(model1)

Call:
lm.default(formula = Y ~ (X1 + X2 + X1 * X2), data = plan)

Residuals:
ALL 4 residuals are 0: no residual degrees of freedom!

Coefficients:
              Estimate Std. Error t value Pr(>|t|)
(Intercept)   10.067          NA      NA      NA
X11            2.357          NA      NA      NA
X21            7.128          NA      NA      NA
X11:X21        2.497          NA      NA      NA

Residual standard error: NaN on 0 degrees of freedom
Multiple R-squared: 1, Adjusted R-squared: NaN
F-statistic: NaN on 3 and 0 DF, p-value: NA

```

FIGURE 3.4 – Résumés statistiques du modèle

Les statistique affichées montre que le DF (degré de liberté) de la statistique de Fisher est de 0 ce qui explique les valeurs *NA* partout dans le tableau de la figure 3.4.

Ainsi pour poursuivre notre analyse on fera intervenir dans notre plan d'expérience les données du deuxième essai (tableau 3.2) :

Création du plan à deux essais :

```

> #intégration des données du deuxième essai de l'expérience
> plan<-FrF2(nruns=4,nfactors=2,factor.names=c("X1","X2"),
randomize=FALSE,replications=2)
creating full factorial with 4 runs ...

> plan
  run.no run.no.std.rp X1 X2 Blocks
1      1           1.1 -1 -1      .1
2      2           2.1  1 -1      .1
3      3           3.1 -1  1      .1
4      4           4.1  1  1      .1
5      5           1.2 -1 -1      .2
6      6           2.2  1 -1      .2
7      7           3.2 -1  1      .2
8      8           4.2  1  1      .2
class=design, type= full factorial
NOTE: columns run.no and run.no.std.rp are annotation, not part of the data frame

```

FIGURE 3.5 – Plan factoriel complet à deux niveaux des cinétiques de séchage d'aliment sur micro-ondes à deux essais

Ajout des données :

```
> plan=add.response(plan,rep)
> plan
  run.no run.no.std.rp  X1 X2 Blocks      Y
1      1             1.1 -1 -1      .1  3.08
2      2             2.1  1 -1      .1  2.80
3      3             3.1 -1  1      .1 12.34
4      4             4.1  1  1      .1 22.05
5      5             1.2 -1 -1      .2  1.67
6      6             2.2  1 -1      .2  3.92
7      7             3.2 -1  1      .2 11.84
8      8             4.2  1  1      .2 21.88
class=design, type= full factorial
NOTE: columns run.no and run.no.std.rp  are annotation,
      not part of the data frame
```

FIGURE 3.6 – Plan d'expériences à deux essais et résultats expérimentaux

Estimation du effets des facteurs :

```
> # Réestimation du modèle
> model2<-lm(Y~(X1+X2+X1*X2),data=plann2)
> model2 # affichage du modèle

Call:
lm.default(formula = Y ~ (X1 + X2 + X1 * X2), data = plann2)

Coefficients:
(Intercept)          X11          X21          X11:X21
      9.947         2.715         7.080         2.222
```

FIGURE 3.7 – modèle mathématique

Résumés statistiques :

```
> summary(model2)

Call:
lm.default(formula = Y ~ (X1 + X2 + X1 * X2), data = plann2)

Residuals:
    1     2     3     4     5     6     7     8 
0.705 -0.560  0.250  0.085 -0.705  0.560 -0.250 -0.085

Coefficients:
              Estimate Std. Error t value Pr(>|t|)
(Intercept)   9.9475     0.2346  42.408 1.85e-06 ***
X11            2.7150     0.2346  11.574 0.000318 ***
X21            7.0800     0.2346  30.183 7.18e-06 ***
X11:X21       2.2225     0.2346   9.475 0.000692 ***
---
Signif. codes:
  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1

Residual standard error: 0.6635 on 4 degrees of freedom
Multiple R-squared:  0.9965,    Adjusted R-squared:  0.9939 
F-statistic: 378.3 on 3 and 4 DF,  p-value: 2.311e-05
```

FIGURE 3.8 – Résumés statistiques du modèle à deux essais

On constate d'après la figure 3.8 que tous les coefficients du modèle sont validés avec une p -value très proche de 0.

Une dernière étape de modélisation est de valider la qualité du modèle. Les carrés des estimations est calculé dans R avec :

```
> #tableau d'analyse de la variance du modèle
> aov(model2)
Call:
aov.default(formula = model2)

Terms:
          X1          X2       X1:X2 Residuals
Sum of Squares  58.9698 401.0112  39.5160   1.7607
Deg. of Freedom    1         1         1         4

Residual standard error: 0.6634569
Estimated effects are balanced
```

FIGURE 3.9 – Carrés des estimations par le modèle à deux essais

Le tableau d'analyse de la variance est donné par :
D'après ces résultats, Le modèle est globalement significatif.

```

> anova(mode12)
Analysis of Variance Table

Response: Y
      Df Sum Sq Mean Sq F value    Pr(>F)
X1      1  58.97   58.97  133.969 0.0003183 ***
X2      1 401.01  401.01  911.027 7.177e-06 ***
X1:X2    1  39.52   39.52   89.773 0.0006923 ***
Residuals 4   1.76    0.44
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1

```

FIGURE 3.10 – Tableau d’analyse de la variance du modèle à deux essais

3.4 Résultats et discussion

D’après le modèle validé, on résume les résultats dans le tableau suivant :

Facteur	effet
Puissance	2.715
Contenance en eau	7.08
Puissance × Contenance en eau	2.2225

D’après ce tableau, la nature de l’aliment (contenance en eau) est la facteur le plu influençant les cinétiques de séchage ; ainsi, il serait plus judicieux de choisir un micro-onde (puissance maximale) suivant la nature de l’aliment puis procéder au réglage de la puissance de chauffage.

Le graphique des effets des facteurs montre ce résultats clairement :

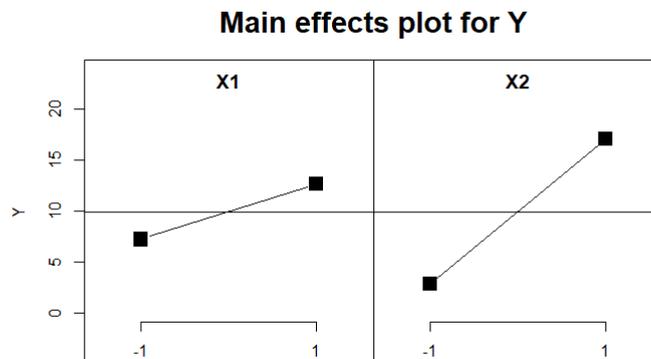


FIGURE 3.11 – Graphe des effets des facteurs sur les cinétiques de séchage

Conclusion Générale

Les plans d'expérience constitue un outil très puissant d'analyse et d'optimisation de plusieurs expérimentations concernant des procédés complexes, physiques, économique, . . .

Elle permet une simplification de l'expérimentation ainsi qu'un gain en temps et en argent, vu qu'elle minimise le nombre d'essais et donc du matériels utilisé.

Le séchage d'aliment joue une importance majeure dans la conservation d'aliments, et la maîtrise de ce dernier pour l'innovation de nouvelles techniques devient une nécessité absolue.

Le facteur le plus étudié dans le procédé de séchage d'aliments sont les cinétiques de séchage, qui ont suscité l'intérêt de plusieurs chercheurs pour établir un modèle les décrivant.

Ce travail s'inscrit aussi dans cette catégorie de recherche, où on se propose une généralisation du modèle validé dans [7], pour intégrer dedans l'effet de la puissance de chauffage et la nature de l'aliment chauffé dans la variation du modèle validé et ce grâce au plans factoriels complets.

Les résultats obtenus montrent que les plans factoriels complets peuvent expliquer l'effets de ces deux facteurs via les outils d'analyse qu'ils offrent.

On a pu aussi conclure que le micro-onde doit être choisi d'abord suivant la nature de l'aliment pour ensuite procéder au réglage de puissance.

Nous pouvons aussi envisager, comme perspective de travail, d'utiliser le plans de surfaces pour d'écrire l'équation des interactions de ces facteurs sur les cinétiques de séchages en rajoutant des contraintes de coût et de consommation d'énergie moindre.

Annexe

Algorithme 1 : Script R d'élaboration d'un plan factoriel pour les cinétiques de séchage.

```
setwd('C:/Users/Dell/Desktop/ARIMA')# répertoire de travail ;
library(FrF2)#Bibliothèque R permettant la gestion des Plans factoriels à
deux facteurs;
library(readxl)# Bibliothèque latex permettant la lecture de données
directement à partir d'un tableau Excel; #construction de plan ; plan<-
FrF2(nruns=4,nfactors=2,factor.names=c("X1","X2"),randomize=FALSE,replications=1);
plan# affichage du plan ;
#Chargement des données ;
rep=read.table('ratr.txt',header=T,sep = ',',dec=',');
rep ;
plan=add.response(plan,rep);
plan# affichage du block plan/ données;
# Estimation du modèle;
model1<-lm(Y (X1+X2+X1*X2),data=plan);
model1 # affichage du modèle;
#Validation du modèle;
summary(model1);
#intégration des données du deuxième essai de l'expérimentation plan<-
FrF2(nruns=4,nfactors=2,factor.names=c("X1","X2"),randomize=FALSE,replications=2);

plan;
#Chargement des données ;;
rep2=read.table('ratr2.txt',header=T,sep = ',',dec=',') rep
plan2=add.response(plan,rep);
plan2;
# Réestimation du modèle;
model2<-lm(Y (X1+X2+X1*X2),data=plan);
model2 # affichage du modèle;
#Validation du modèle;
summary(model1);
#Graphique des effets des facteurs;
MEPlot(model2); #graphe des effets des interaction;
IAPlot(model2); #tableau d'analyse de la variance du modèle;
aov(model2)
```

Bibliographie

- [1] Daouya Amara. Modélisation du séchage du laurier sur micro-onde par l'analyse des séries chronologiques, mémoire de master, université amo de bouira, 2017-2018.
- [2] Ludmila Belkadi, Thanina et Maked. Traitement des margines d'olives par co-precipitation utilisant les plans d'expérience, 2016.
- [3] Jérôme faucher. les plans d'expériences pour le réglage de commandes à base de logique floue.
- [4] Jacques GOUPY. Les plans d'expériences.
- [5] Taibi Djahida Guemmoune Chahira. Optimisation de la dynamique du transfert de masse durant le séchage d'aliments par micro-onde via les modèles arima, 2020.
- [6] Sara Guemouni. Etude comparative du séchage par micro-onde et à l'étuve de l'ail "allium sativum", mémoire de master, université de béjaia, 14 Juin 2016.
- [7] Boukhelf Imane Harrache Rokia. Ajustement des cinétiques de séchage des feuilles de laurier sur micro-onde par des modèles empiriques via la simulation monté carlo, 2019.
- [8] creiglition jacques, goupy et Lee. *Introduction aux plans d'expérience*. 2006.
- [9] kimouche karima. Etude de quelques plans d'expérience associées aux surfaces de réponse.
- [10] Remache Rebaia Leila. *Modelisation des phenomenes de transfert de chaleur et de masse dans les milieux poreux hygroscopiques*. PhD thesis, 2011.
- [11] Thu Ha Nguyen. *Étude expérimentale et modélisation du procédé de séchage des végétaux Thu Ha Nguyen To cite this version : HAL Id : tel-01297965*. PhD thesis, 2016.
- [12] Reddam Souad Saf Anis. Technologies de séchage etude de cas séchage de deux matrices végétales par étuve, mémoire de master, université de béjaia, juin 2018.

- [13] Dr.mohamed skander daas. *Plans d'expériences*.
- [14] Ahlem Soltani, Soufien Azzouz, and Feriel Rezouga. Modélisation mathématique des cinétiques de séchage en couches minces des feuilles de laurier noble (*Laurus nobilis*), 2015.
- [15] Walter tinsson. *Plans d'expérience construction et analyses statistiques*. 2010.

Résumé

Dans ce travail, on a appliqué la théorie des plans factoriels complets pour expliquer l'effet du changement de la nature de l'aliment et de la puissance de chauffage dans la variation des cinétiques de séchage. Comme résultats, on a constaté que ces dernières sont plus affectées par la nature de l'aliment de la température ; et donc toute technologie innovante de séchage d'aliment (par exemple séchage par micro-ondes) a intérêt à respecter cette ordre dans sa conception à des fins optimales (moindre coût, minimum de ressources, ...etc).

Mots clés : Plans d'expériences, Plans factoriels complets, Facteur, cinétiques de séchage, puissance de chauffage, nature de l'aliment.

Abstract

In this work, we applied the theory of full factorial design Experiments to explain the effect of changing the nature of the food and the heating power on the variation of drying kinetics. As results, it was found that the latter are more affected by the nature of the food than the temperature ; and therefore any innovative food drying technology (for example microwave drying) has an interest in respecting this order in its design for optimal purposes (lower cost, minimum of resources, ... etc).

Key words : Dsign experiments, full factorial design, factor, drying kinetics, heat power, nature of the aliment.