

Source: <https://www.ekato.com/solutions/mixing-tasks/>



Les procédés
faisant intervenir
le transfert de
masse

MODULE 4:

Module 4.1-4.4

Ces modules sont traités dans le cours donné par K. Agrawal *ChE-310 Fundamentals of separation processes*, seuls les équipements seront présentés ici

- 4.1 L'absorption de gaz**
- 4.2 La distillation**
- 4.3 L'extraction**
- 4.4 L'adsorption**

Module 4.1-4.4 : Considérations de sécurité

Si les opérations mettent en œuvre des solvants inflammables ou dangereux pour la santé il convient particulièrement de:

- Mettre à la terre les installations
- Ventiler les équipements
- Travail en zone ATEX si nécessaire ($PE < 30^\circ\text{C}$)
- Connaitre les limites d'explosivités des solvants utilisés et leur point éclair
- Interer les installations (celles qui sont mobiles ou avec de l'électricité)
- Former les personnes aux équipements
- Maintenance préventive
- Contrôle du niveau de bruit
- Inspection des installations et de leur connections

L'absorption et la désorption impliquent des échanges de matière entre une phase gazeuse et une phase liquide de natures chimiques différentes.

Pendant **l'absorption**, un ou plusieurs éléments de la phase gazeuse sont solubilisés dans la phase liquide, principalement pour la purification d'un gaz ou la récupération de composants d'un mélange gazeux.

La **désorption**, également connue sous le nom de "stripping", est l'opération inverse de l'absorption. Elle implique l'élimination de gaz ou de produits volatils dissous dans un fluide en utilisant un autre gaz, ce qui équivaut en fait à une désorption.

4.1 L'absorption de gaz

Module 4.1: Principes

Principe de l'absorption:

- Dissoudre un soluté contenu dans un mélange gazeux, à l'aide d'un solvant liquide dans lequel le soluté est soluble.
- Absorption de nature physique (équilibres physico-chimiques).
- Absorption de nature chimique (avec réaction, par exemple absorption du CO₂ par de la soude).
- Absorption discontinue, semi-continue (continue sur la phase gaz, et discontinue sur la phase liquide), ou continue (sur les deux phases).
- Opération exo-thermique (dégagement de chaleur).
- Favorisée par une pression élevée et une faible température.

Principe de la désorption:

- Opération inverse de l'absorption, c-à-d élimination d'un soluté dissous dans un liquide, à l'aide d'un gaz non soluble dans ce liquide.
- Opération généralement endo-thermique (absorption de chaleur).
- Favorisée par une faible pression et une température élevée.

Module 4.1: Types d'absorbeurs (1)

Les performances globales de l'absorbeur, rendements et sélectivité, dépendent des phénomènes mis en jeu :

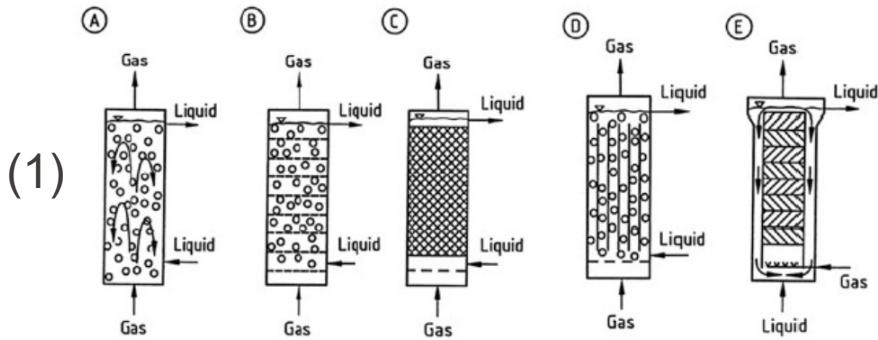
- Equilibres thermodynamiques à l'interface (solubilités).
- Lois de transport dans les phases (diffusivités).
- Lois de transfert au voisinage des interfaces (coefficients de transfert, aires interfaciales).
- Cinétiques des réactions chimiques (schémas réactionnels, constantes cinétiques, ordres de réactions).

L'absorbeur devra être choisi soit en fonction de ses performances du point de vue transfert de matière, soit en fonction du volume de liquide mis en jeu. Ils ont des formes très diverses :

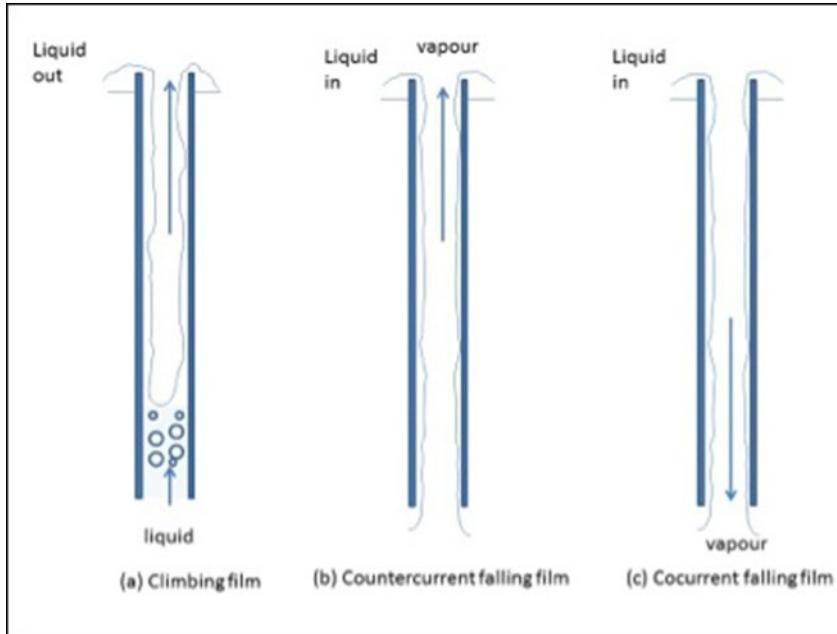
- Réacteurs tubulaires à bulles, à gouttes, à film tombant, à garnissage, à plateaux.
- Réacteurs type cuve agitée.
- Réacteurs de type jets ou venturis.

Module 4.1: Types d'absorbeurs (2)

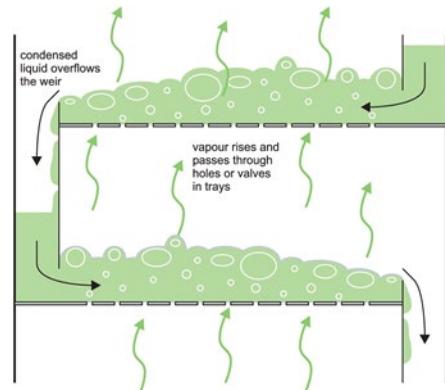
Les réacteurs tubulaires à bulles (1), à film tombant (2), à garnissage (3), à plateaux (4)



- a) Colonne simple à bulles
- b) Colonne à plateaux en cascade
- c) Colonne remplie
- d) Colonne multitubulaire
- e) Colonne avec mélangeurs statiques



(3)

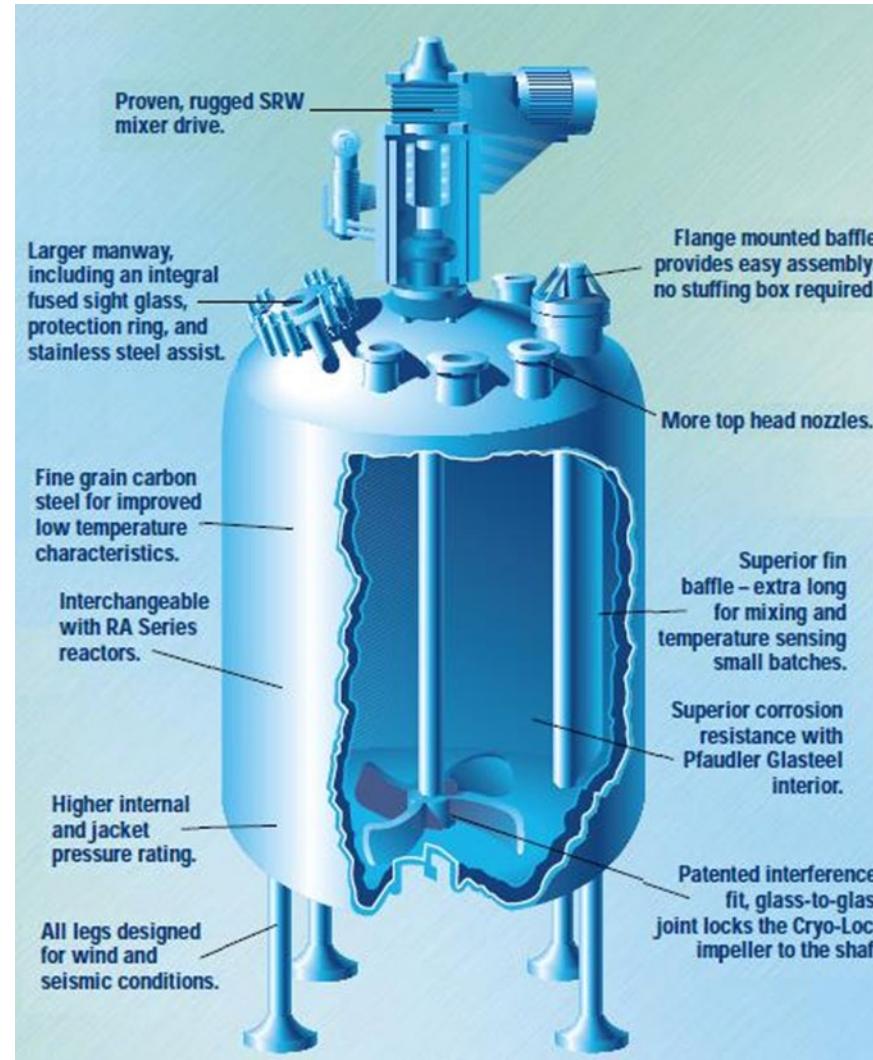


(4)



Module 4.1: Types d'absorbeurs (3)

Réacteurs type cuve agitée

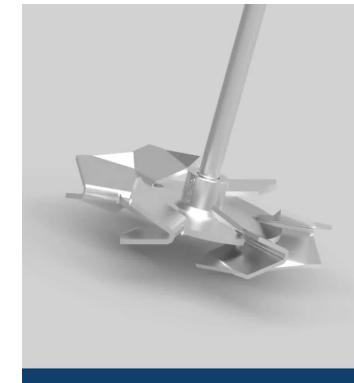


Module 4.1: Types de brasseurs

Quelques brasseurs typiques pour la dispersion de gaz



Turbine Rushton



EKATO

Advanced Process Solutions

Durée 1'55"



Ekato Wingjet

Advanced Process Solutions



Ekato Phasejet

EKATO
Advanced Process Solutions

Durée 1'49"



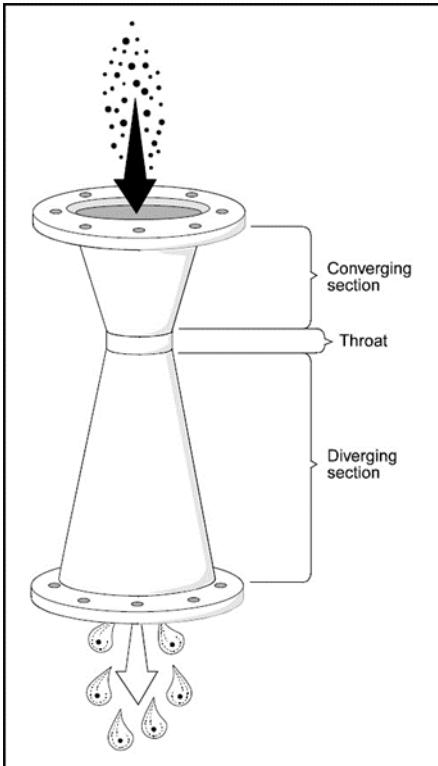
Ekato Gasjet

Source: <https://www.ekato.com/>

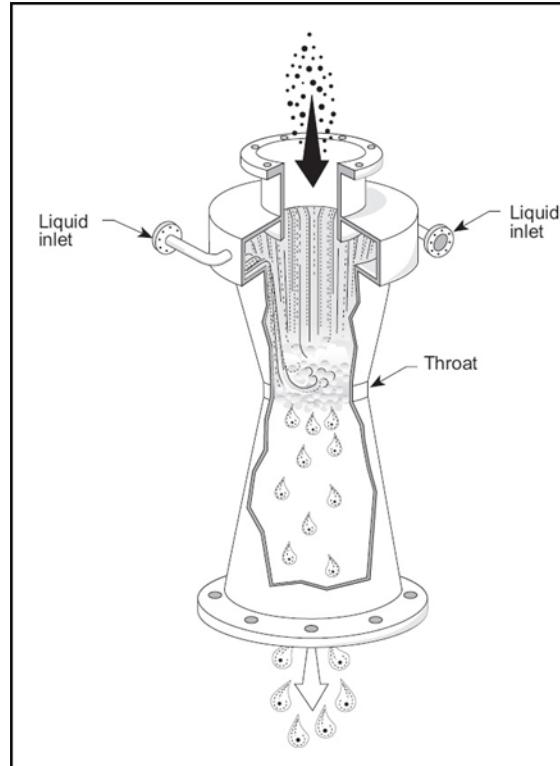
Durée 4'12"

Module 4.1: Types d'absorbeurs (4)

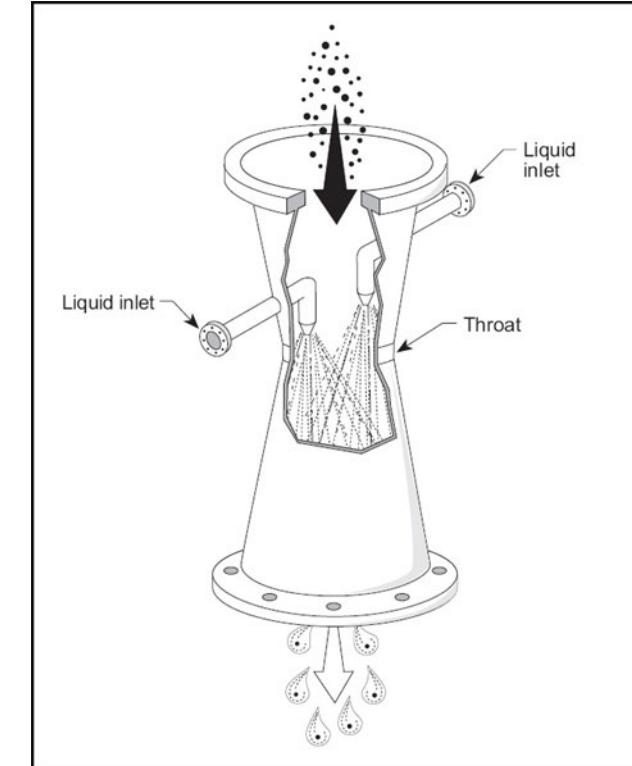
Réacteurs de type jets ou venturis



Type venturi simple



Venturi humide supérieur



Venturi humide à la gorge



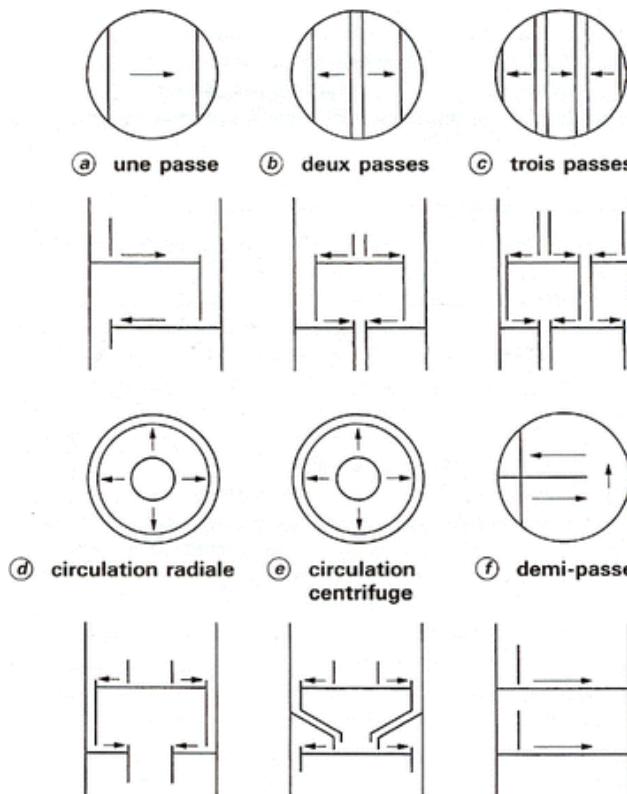
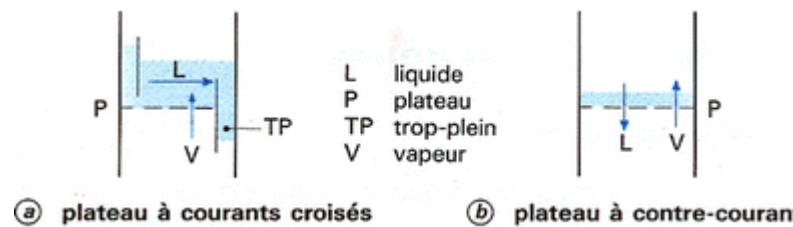
Module 4.2

Opération de séparation de mélanges liquides basée sur la différence de point d'ébullition de leurs composants.

4.2 La distillation

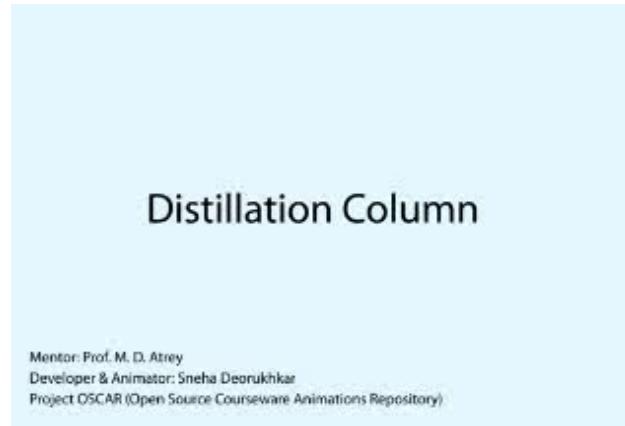
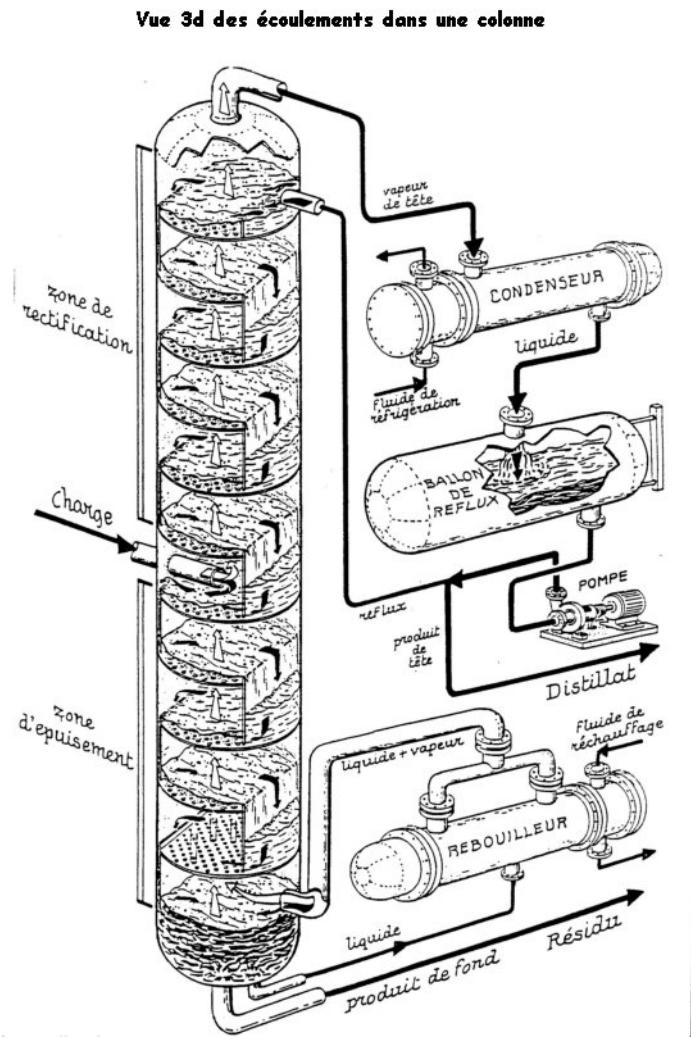
Module 4.2: Types de colonnes de distillation (1)

A) Colonnes à plateaux



Module 4.2: Types de colonnes de distillation (2)

A) Colonnes à plateaux



Durée 2'41"



Module 4.2: Types de colonnes de distillation (3)

B) Colonnes à garnissage



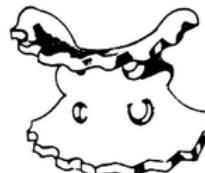
(a) anneau Raschig (b) anneau Pall (c) selle de Berl



(d) selle Intalox



(e) anneau Hy-pak



(f) selle Super-Intalox



(g) selle IMTP

Garnissage en vrac



Sulzer Mellapack



Sulzer BX

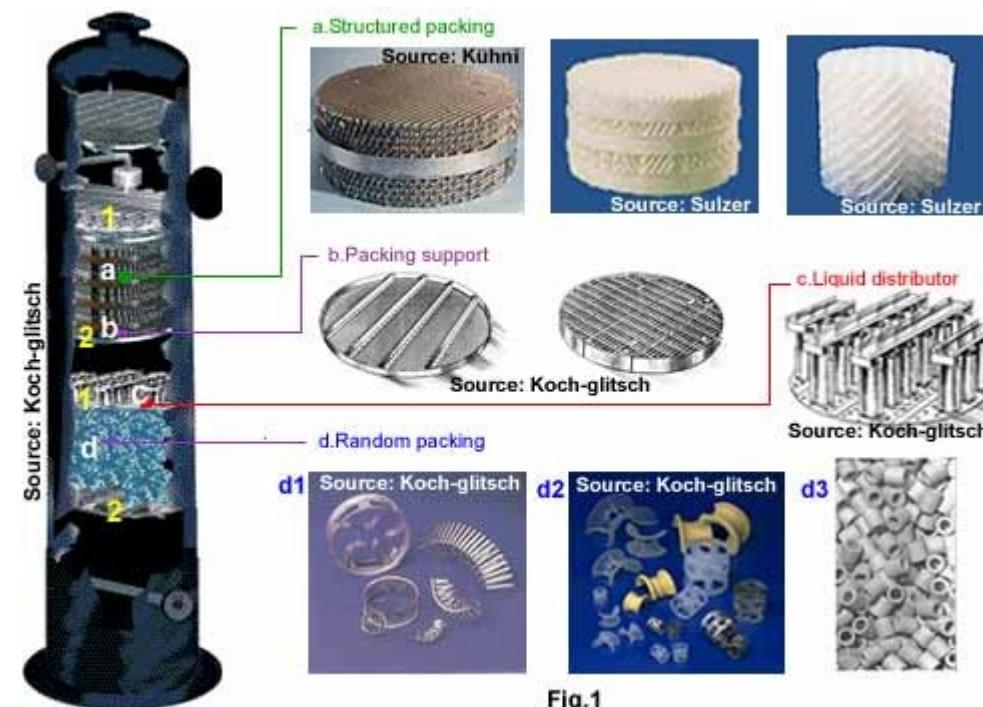
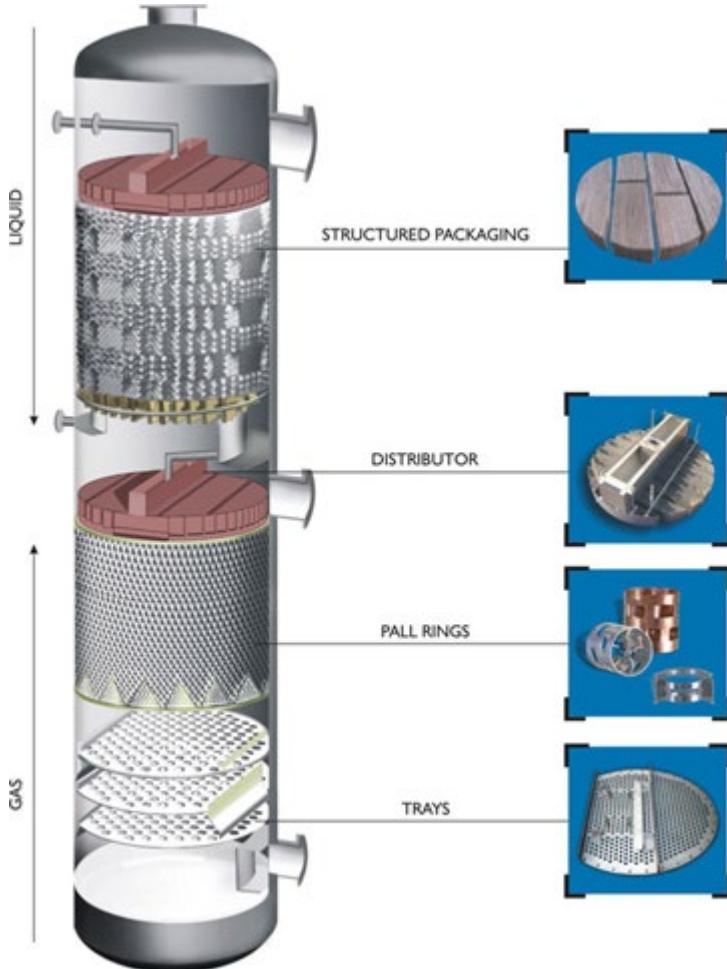


Fig.1
Garnissage structuré

Module 4.2: Types de colonnes de distillation (4)

B) Colonnes à garnissage



Module 4.3

L'extraction liquide-liquide est un procédé de séparation de deux ou plusieurs constituants d'un mélange en exploitant leur **répartition** inégale entre deux liquides pratiquement non miscibles.

On met en contact une **solution d'alimentation** contenant les constituants à séparer (**solutés**) avec une seconde phase liquide appelée **solvant**, qui extrait préférentiellement un ou plusieurs des solutés. Le solvant chargé des solutés est appelé "**extrait**", et la solution d'alimentation dépourvue de ces constituants est appelée "**raffinat**".

4.3 L'extraction

Module 4.3: L'extraction (1)

Dans les procédés d'extraction par solvant, on utilise des contacteurs liquide-liquide pour créer une interface permettant le transfert du soluté. Il existe deux grandes classes d'appareils:

- Les contacteurs à étages **individualisés** dispersent une phase dans l'autre, atteignent l'équilibre, puis séparent les phases et les font circuler en contre-courant dans les étages adjacents.
- Les contacteurs à étages non individualisés, ou contacteurs **differentiels**, sont généralement des colonnes verticales où une phase est dispersée dans l'autre en contre-courant. L'extraction se fait en continu dans la colonne, avec un profil de concentrations idéal, et la séparation des phases intervient uniquement aux extrémités.

Dans chaque classe, on identifie des familles d'appareils qui se distinguent par la manière dont l'énergie est apportée pour disperser les phases : gravité, agitation mécanique, pulsation, pompage, force centrifuge ou champ électrique.

Module 4.3: L'extraction (2)

Mode de dispersion des phases	Contacteurs à étages individualisés	Contacteurs différentiels
Pesanteur	Colonnes à plateaux perforés	Colonnes à pulvérisation
	Mélangeurs statiques	Colonnes à garnissages
Agitation mécanique	Mélangeurs-décanteurs Colonnes ARD (Luwa)	Colonnes RDC (Escher) Colonnes Kühni Colonnes Oldshue-Rushton Colonnes Scheibel Contacteur Graesser
Pulsion	Mélangeurs-décanteurs	Colonnes à garnissage Colonnes à plateaux perforés Colonnes pulsées a plateaux alternatifs
Pompage	Pompes-décanteurs Mélangeurs statiques	
Force centrifuge	Contacteurs Wetsfalia Contacteurs Robatel Mélangeurs-décanteurs centrifuges Contacteurs à empilement d'hydrocyclones	Extracteur Podbielnak Extracteur Alfa-Laval Extracteur Quadronic
Champ électrique	Contacteurs à champ électrique	
<i>RDC Rotating Disc Contactor</i> <i>ARD Asymetric Rotating Disc</i>		

Module 4.3: L'extraction (3)

A) Les contacteurs à étages individualisés

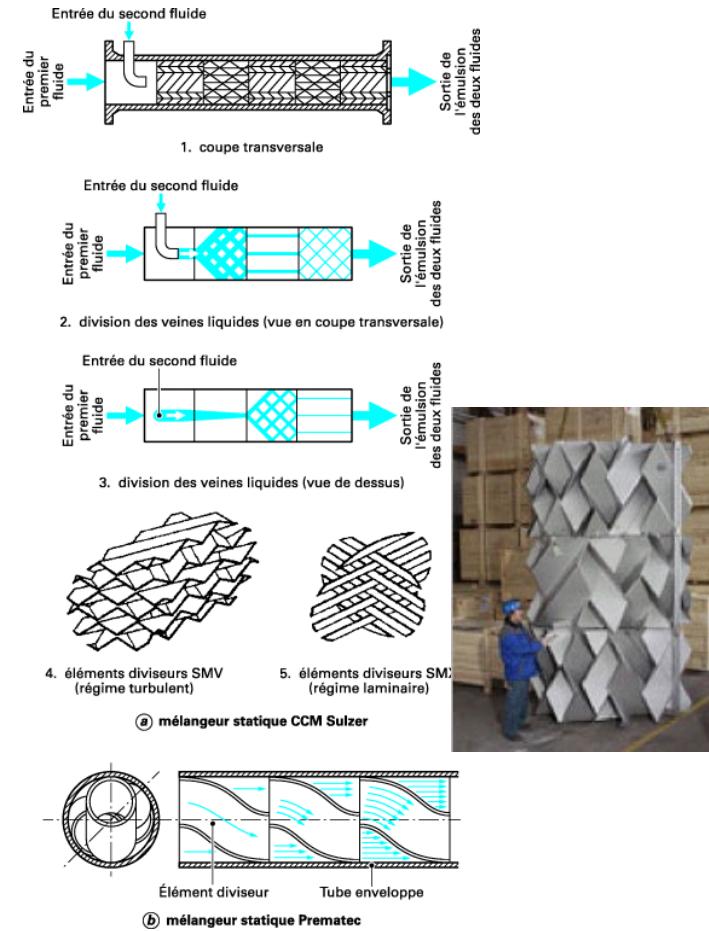
a) Mélangeurs-décanteurs



Mélangeurs à agitation mécanique



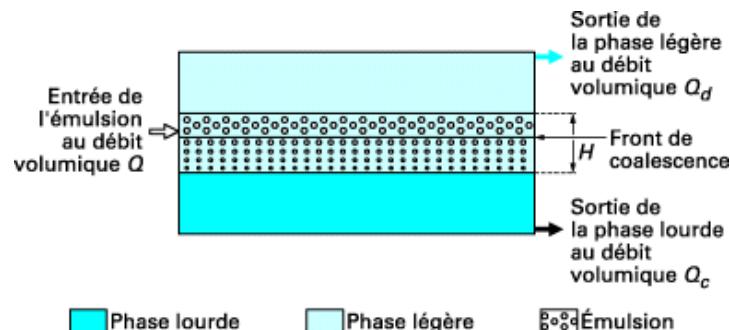
Sulzer SMV



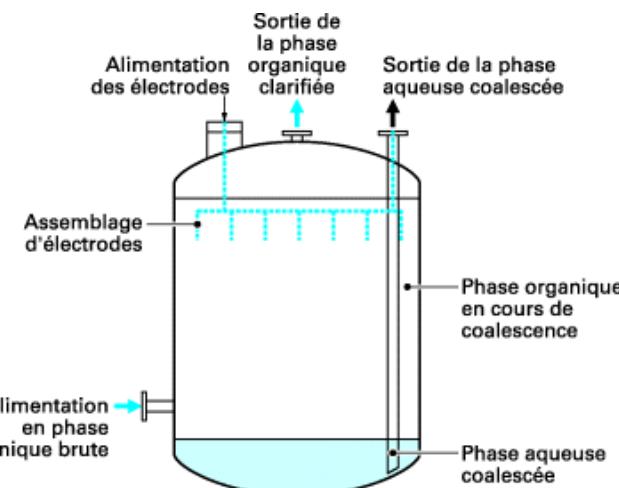
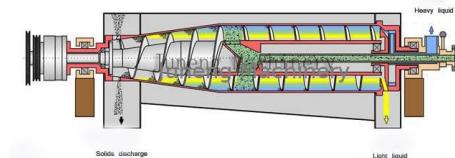
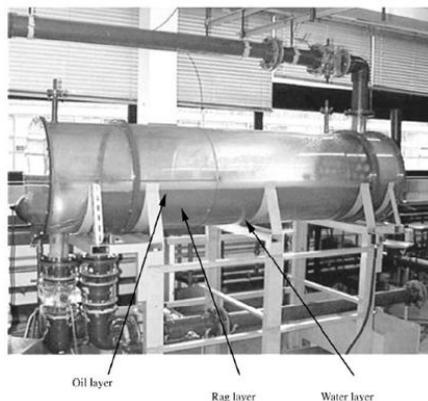
Mélangeurs statiques

Module 4.3: L'extraction (4)

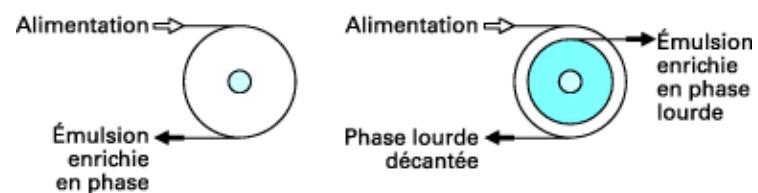
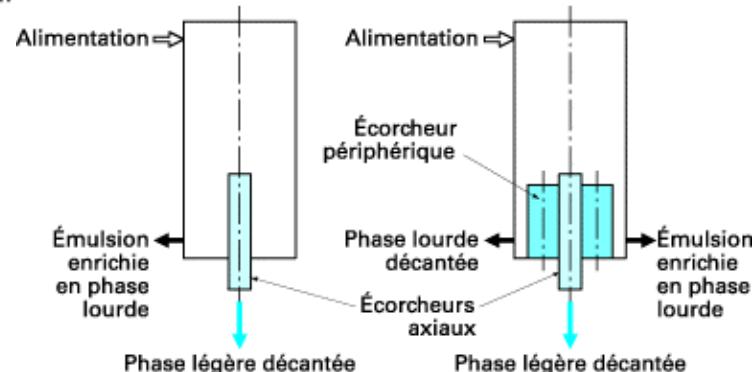
A) Les contacteurs à étages individualisés b) Décanteurs



Décanteurs gravitaires



Coalesceur électrostatique



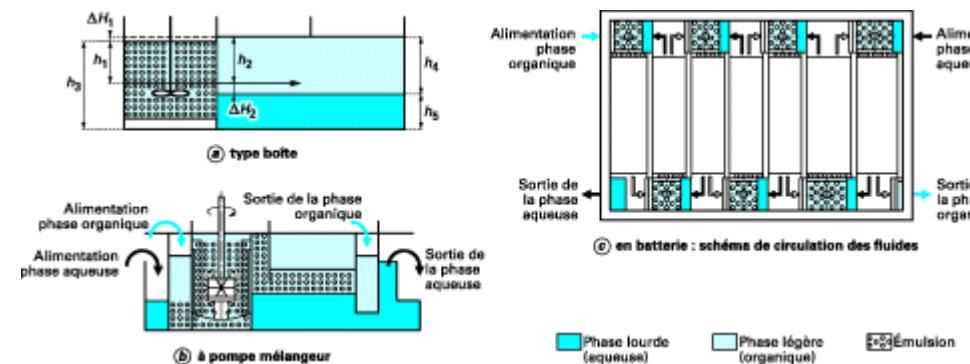
Décanteurs centrifuges

(a) avec écorcheur simple

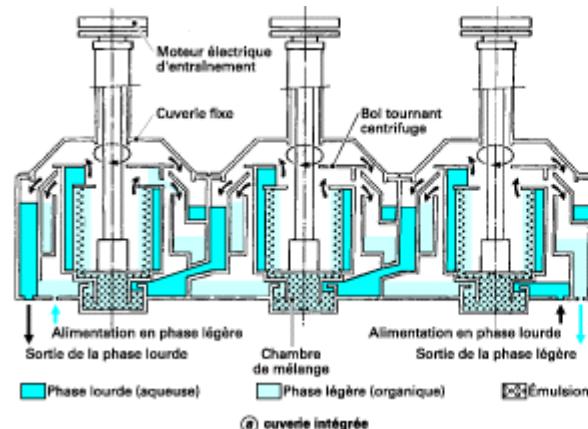
(b) avec double écorcheur

Module 4.3: L'extraction (5)

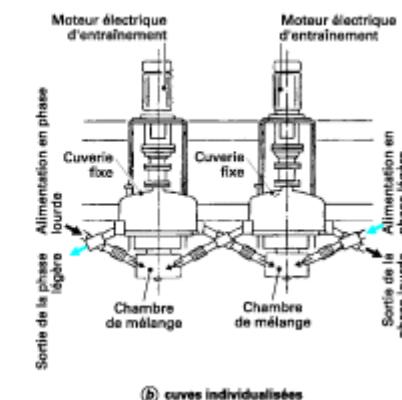
- A) Les contacteurs à étages individualisés
c) Mélangeurs-décanteurs industriels



mélangeurs-décanteurs type pump-mix

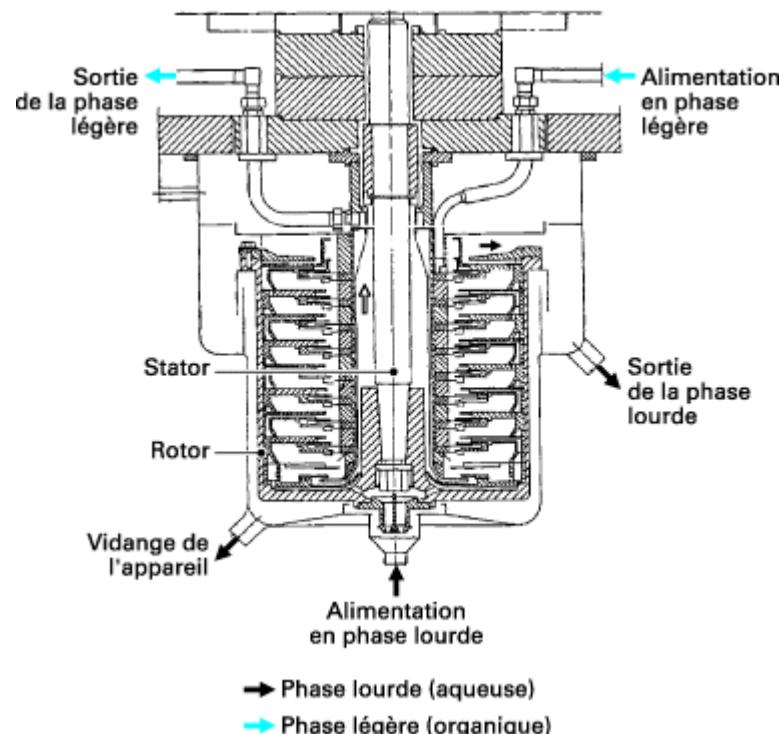


Batterie d'extracteurs centrifuges (type Savannah River)

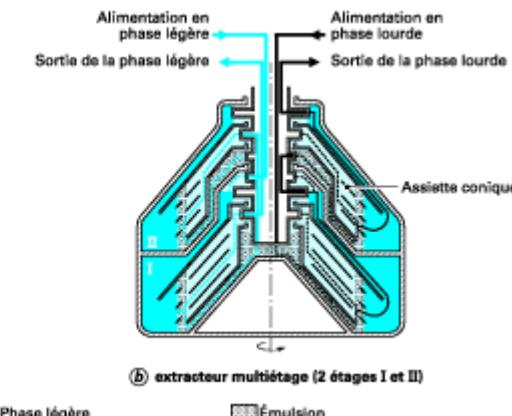
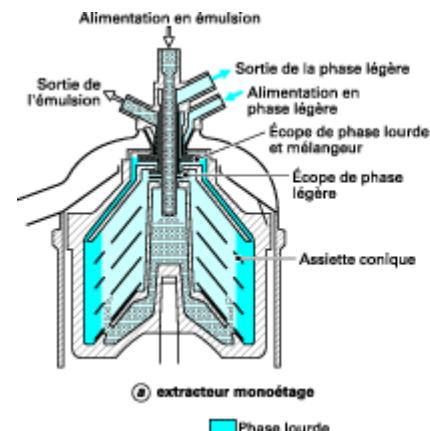


Module 4.3: L'extraction (6)

- A) Les contacteurs à étages individualisés
c) Mélangeurs-décanteurs industriels



Extracteur centrifuge multiétages (type Robatel)



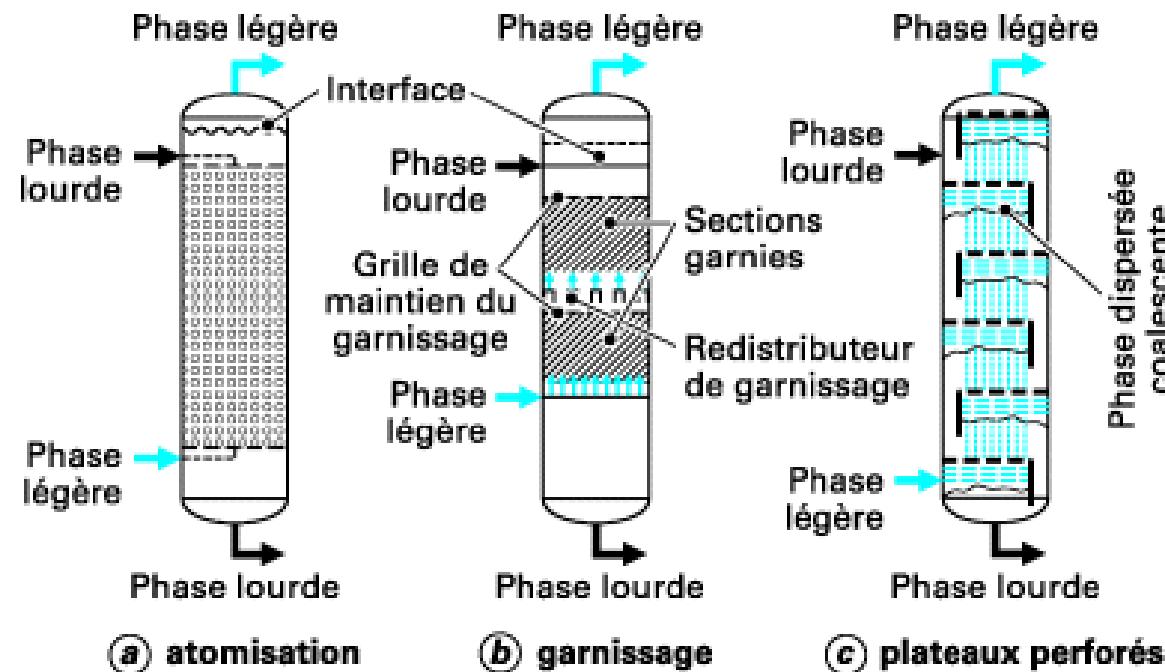
Extracteurs centrifuge conique Luwesta de Westfalia



Module 4.3: L'extraction (7)

B) Les contacteurs différentiels

a) Colonnes gravitaires



Colonnes à pulvérisation (ou atomisation)

Colonnes à garnissage

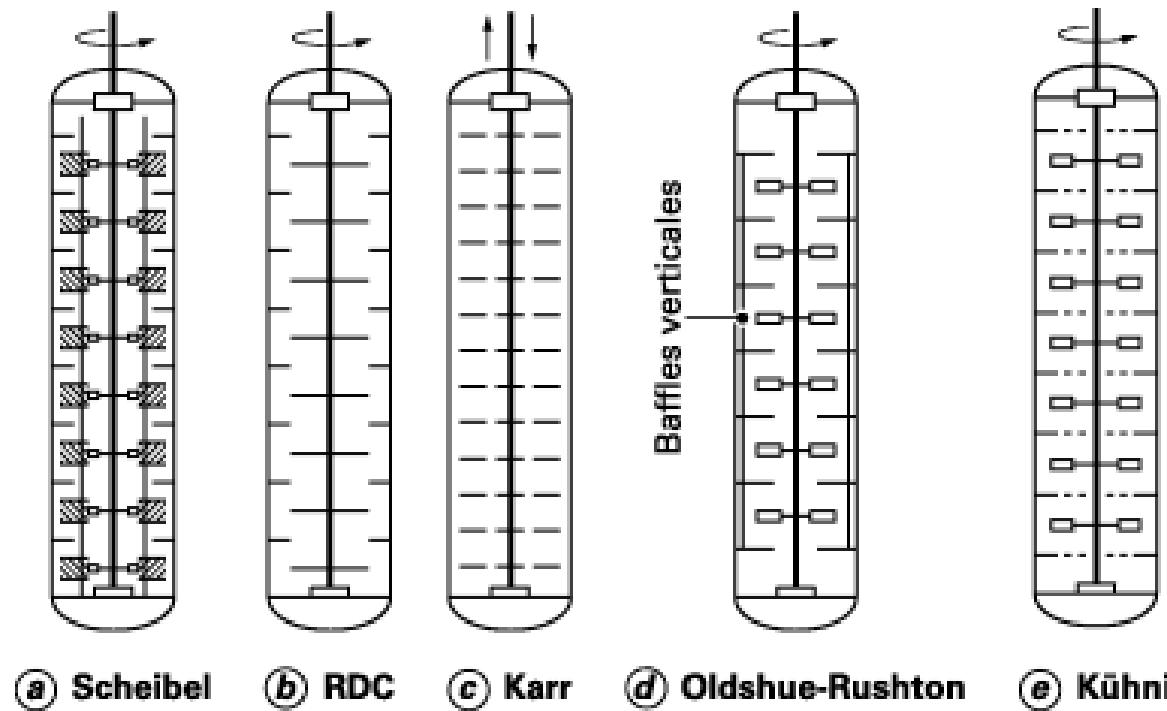
Colonnes à plateaux perforés

Colonnes à garnissages structurés

Module 4.3: L'extraction (8)

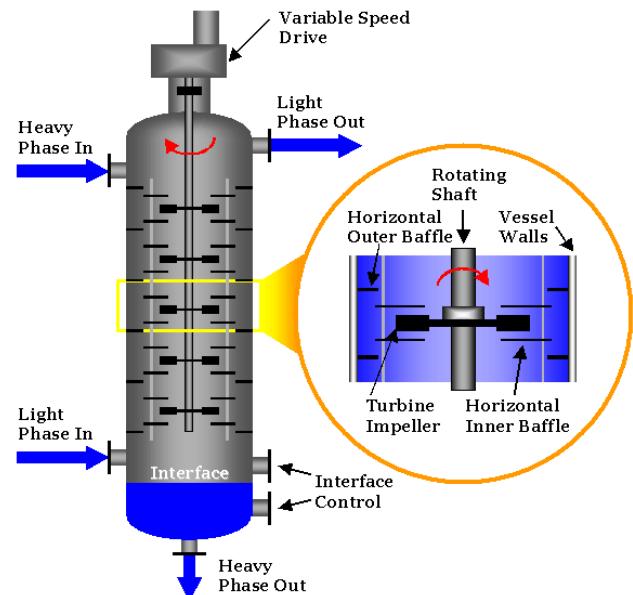
B) Les contacteurs différentiels

b) Appareils à agitation mécanique



Module 4.3: L'extraction (9)

B) Les contacteurs différentiels b) Appareils à agitation mécanique



Colonne Scheibel

RDC colonne à disque rotatif

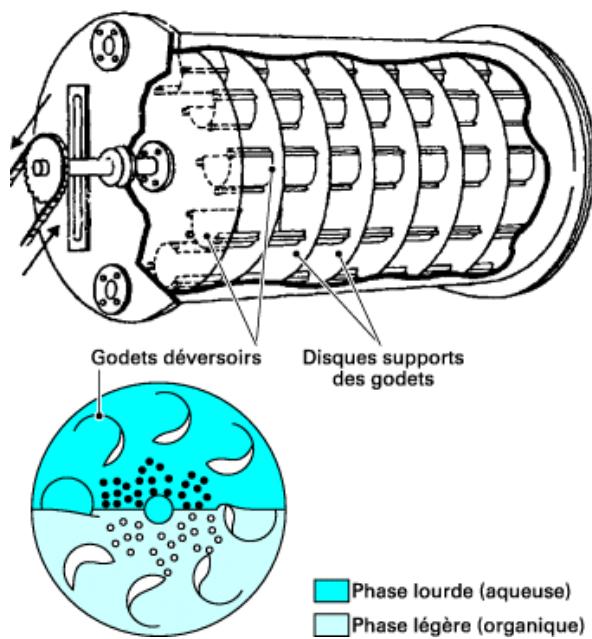


Durée 21"

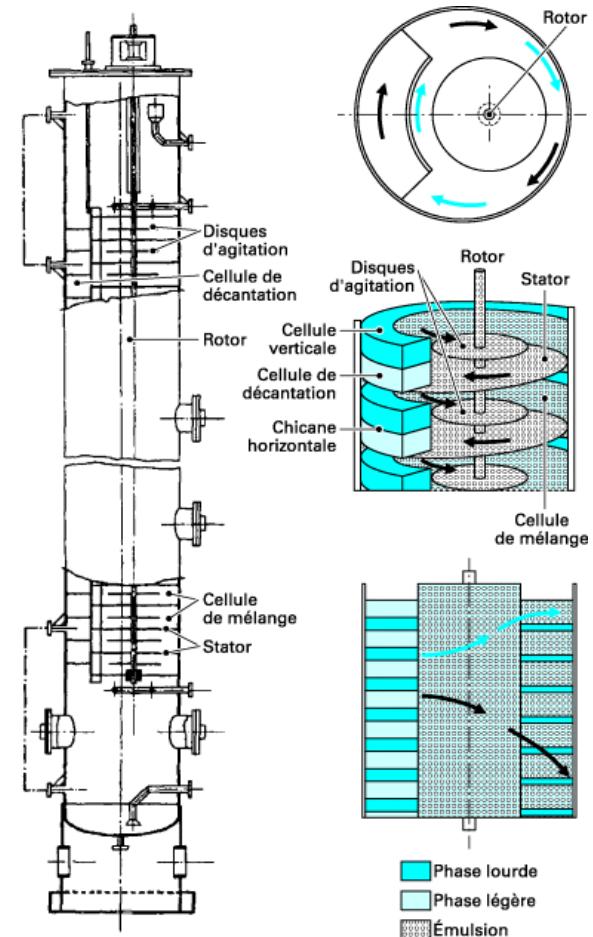
Module 4.3: L'extraction (10)

B) Les contacteurs différentiels

b) Appareils à agitation mécanique



Contacteur Graesser

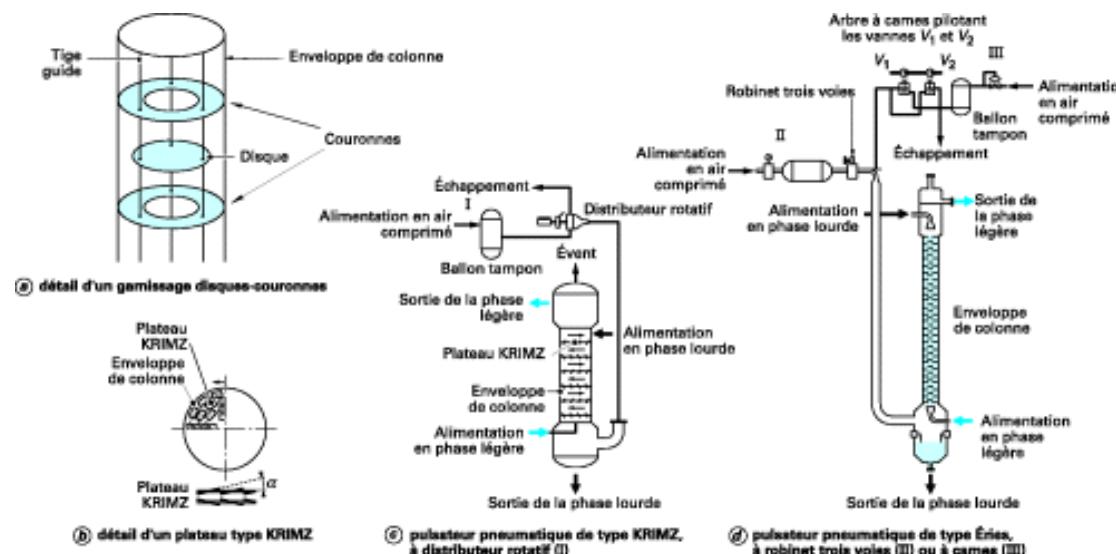


Colonne asymétrique Luwa

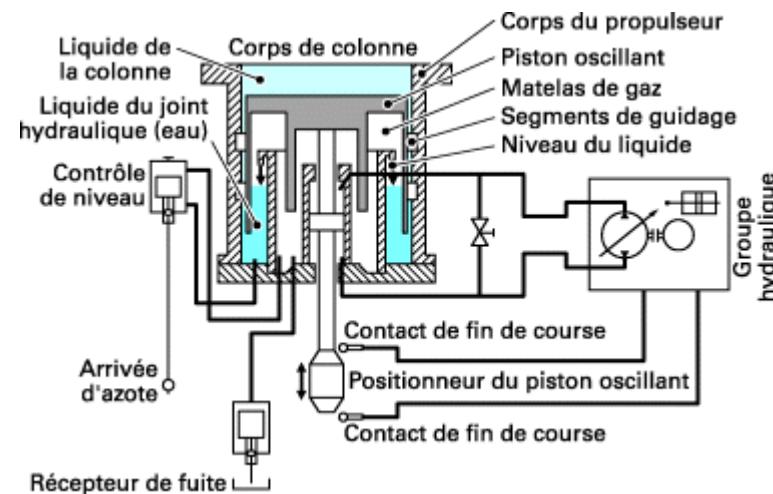
Module 4.3: L'extraction (11)

B) Les contacteurs différentiels

b) Appareils à agitation mécanique



Colonnes pulsées à plateaux perforés

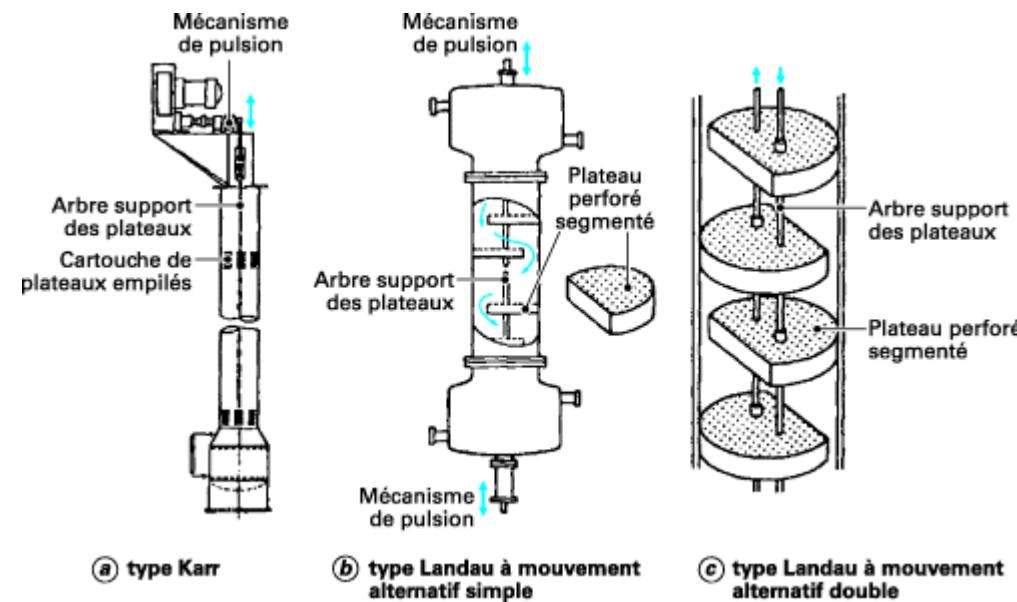


Détail du pulsateur

Module 4.3: L'extraction (12)

B) Les contacteurs différentiels

b) Appareils à agitation mécanique

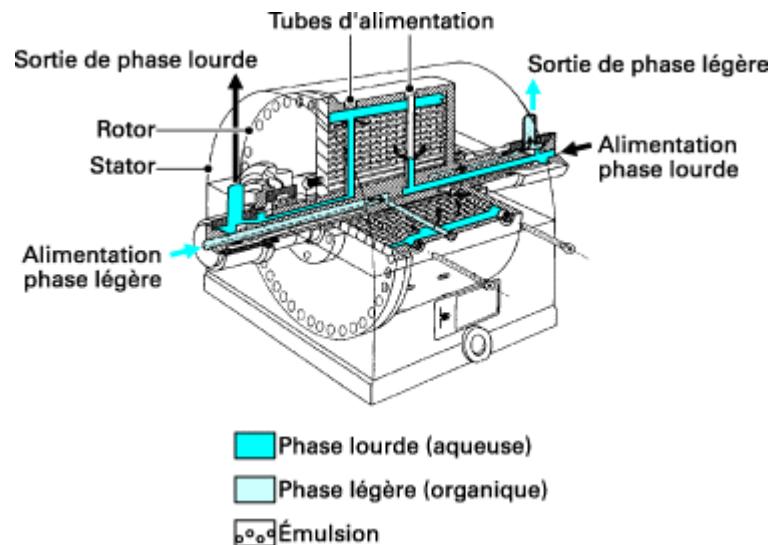


Colonnes à plateaux pulsés

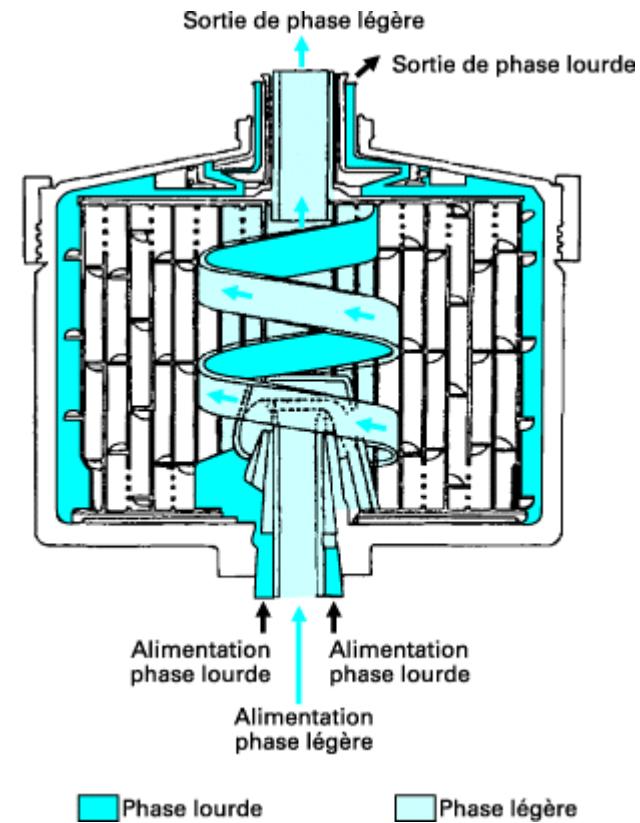
Module 4.3: L'extraction (13)

B) Les contacteurs différentiels

c) Appareils centrifuges



Contacteur Podbielnak

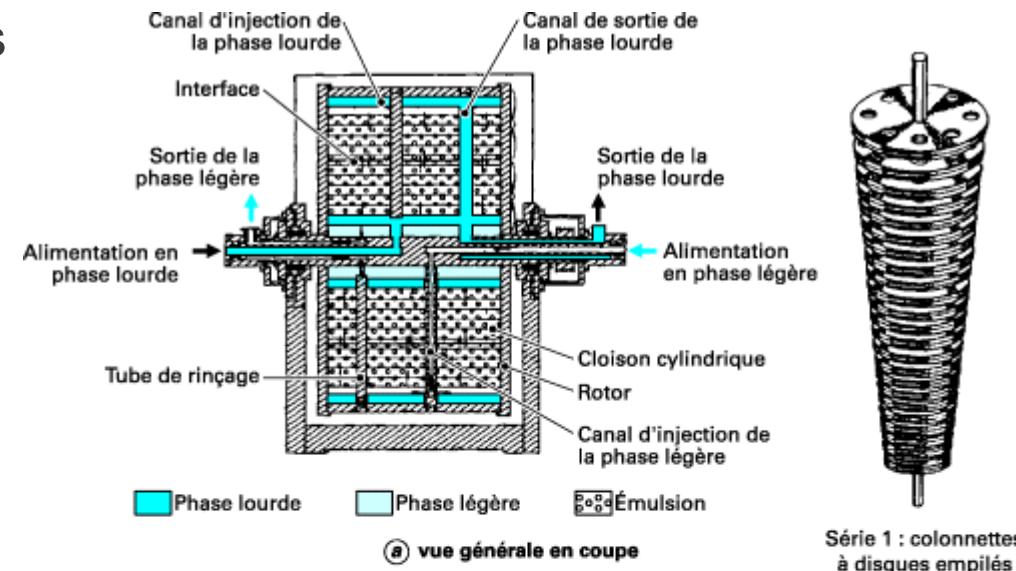


Appareil centrifuge différentiel Alfa-Laval

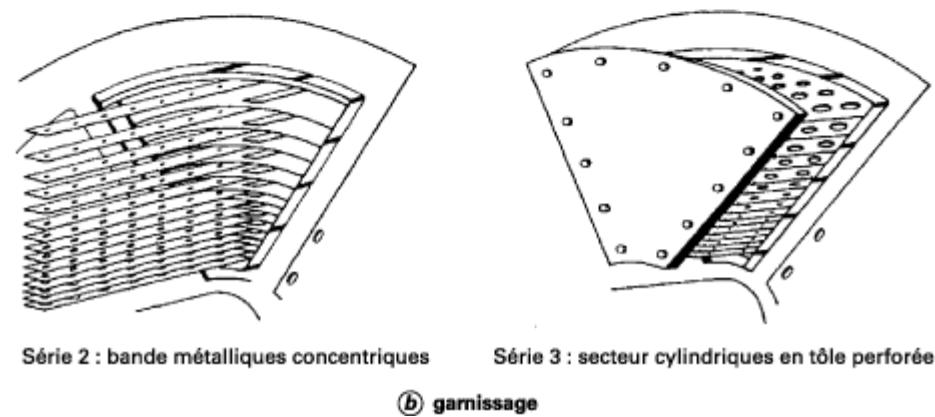
Module 4.3: L'extraction (14)

B) Les contacteurs différentiels

c) Appareils centrifuges



Contacteur centrifuge Quadronic



Module 4.4

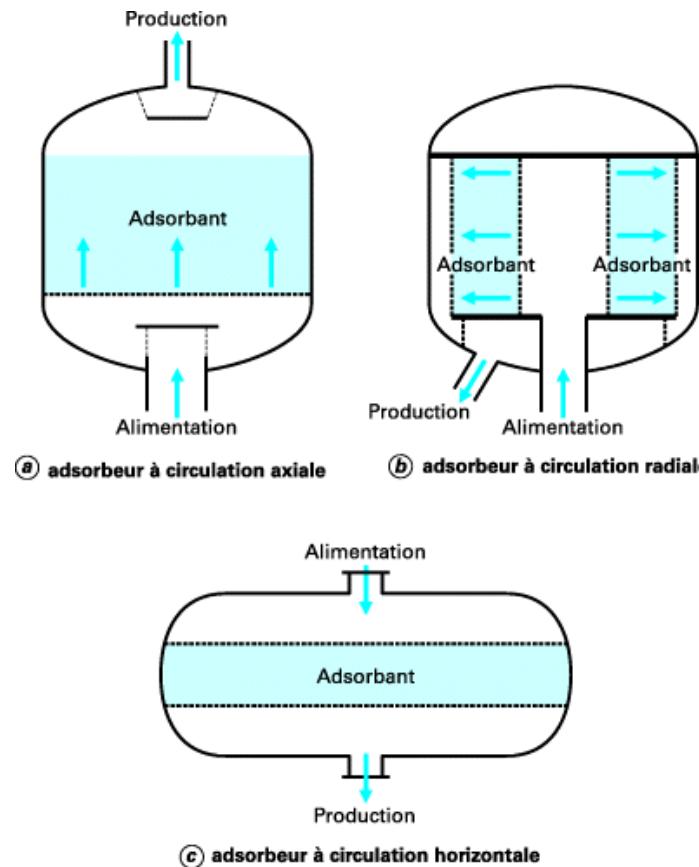
L'adsorption est une technique de séparation des molécules d'un gaz ou d'un liquide grâce à leur attraction pour un **solide poreux**, principalement à sa **surface interne**. Cela implique des interactions physiques et chimiques.

La séparation par adsorption repose sur l'adsorption sélective des constituants gazeux ou liquides par des adsorbants, grâce à des interactions spécifiques. Cette technologie est transitoire et cyclique, car les adsorbants doivent être **régénérés** après la phase d'adsorption. Les performances dépendent de propriétés thermodynamiques, cinétiques et hydrodynamiques.

4.4 L'adsorption

Module 4.4: L'adsorption (1)

A) Les adsorbeurs fixes

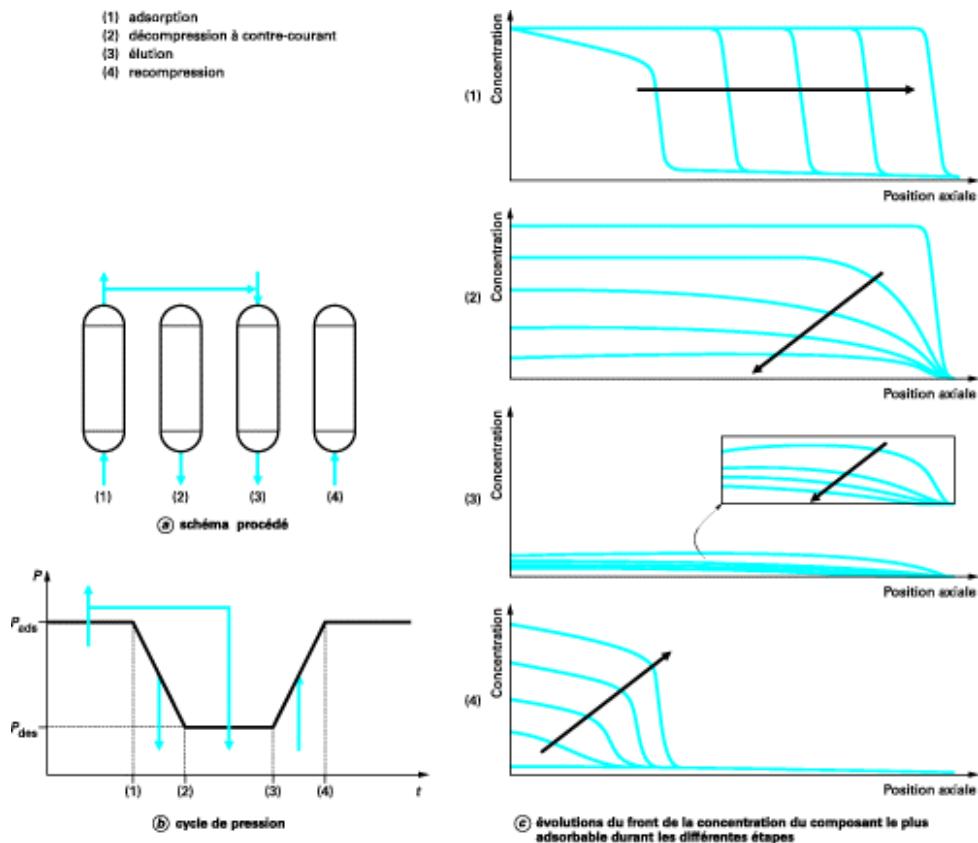


Critères d'évaluation des qualités d'un adsorbant:

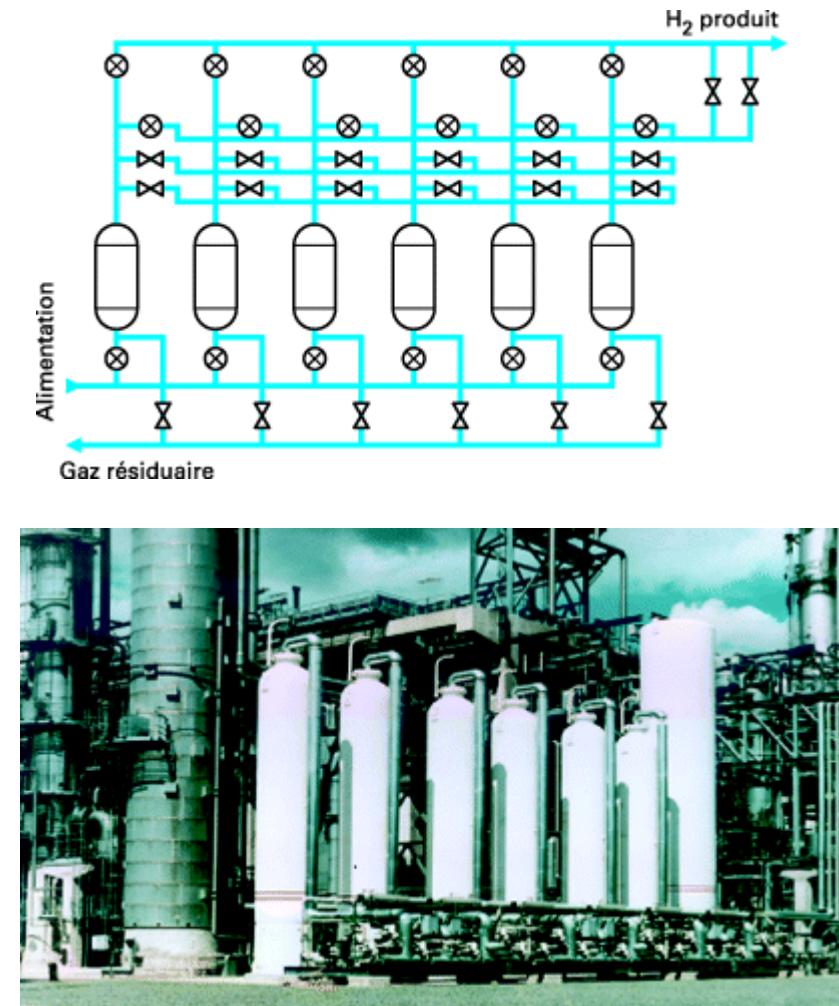
- Capacité
- Sélectivité
- Régénérabilité
- Cinétiques
- Résistance mécanique, chimique et thermique
- Coûts de fabrication

Module 4.4: L'adsorption (2)

B) L'adsorption modulée en pression (PSA)



Dans un procédé de séparation par adsorption modulée en pression (PSA : *Pressure Swing Adsorption*), les adsorbants sont régénérés en réduisant la pression totale. La pression d'un liquide étant difficile à modifier, le PSA est uniquement utilisé pour la séparation des gaz.



Unité de PSA-H₂ à six adsorbeurs (17 000 Nm³/h) à Anvers, Belgique

Module 4.4: L'adsorption (3)

C) L'adsorption modulée en température (TSA)

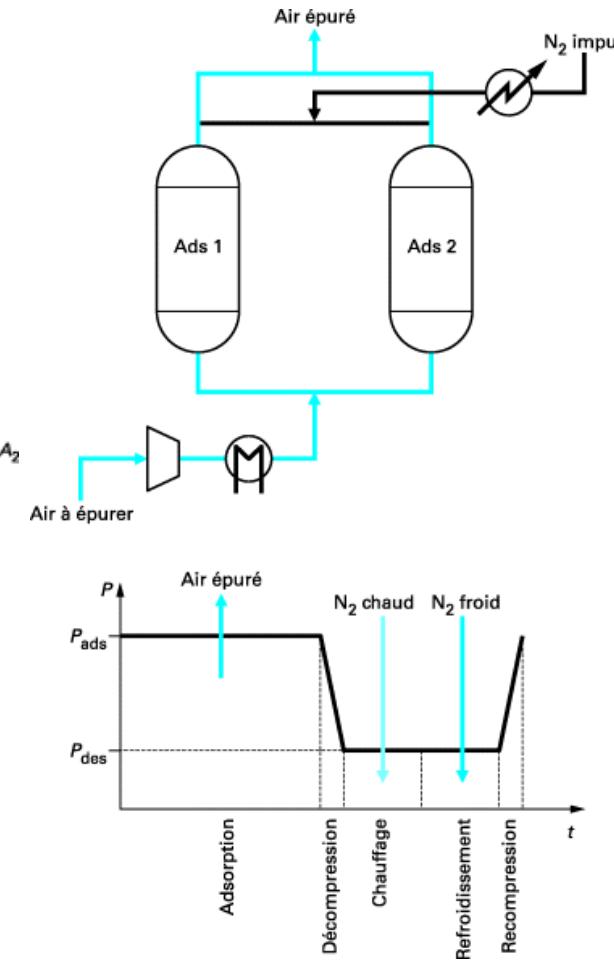
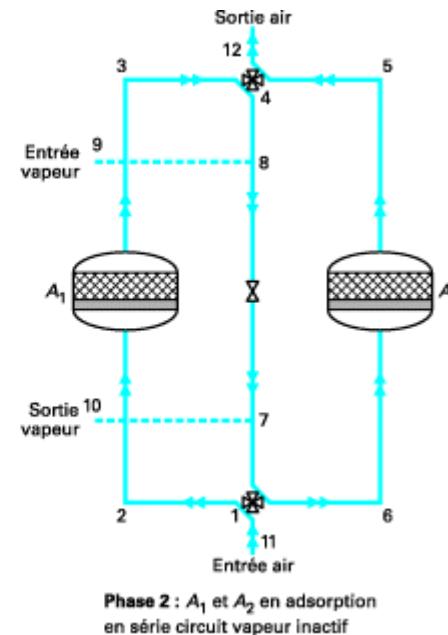
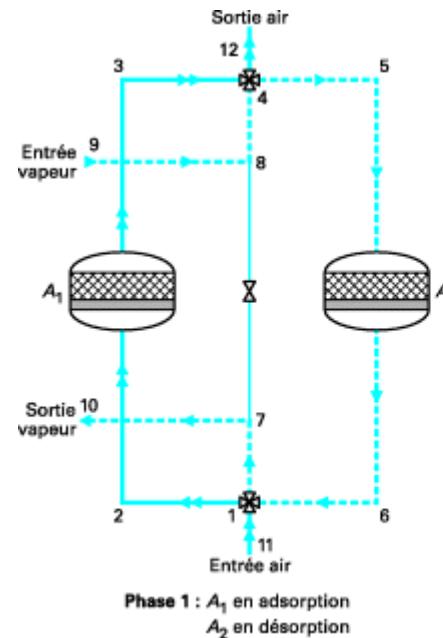
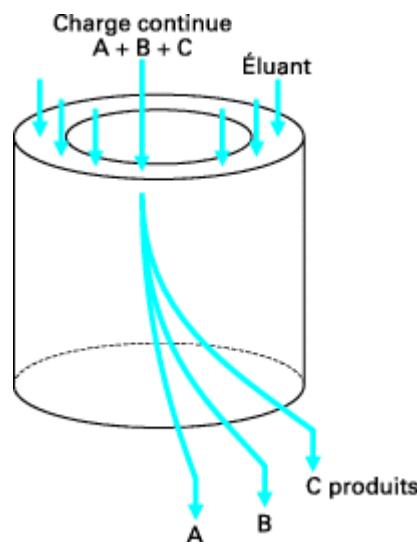


Schéma et cycle d'un procédé TSA pour l'épuration de l'air

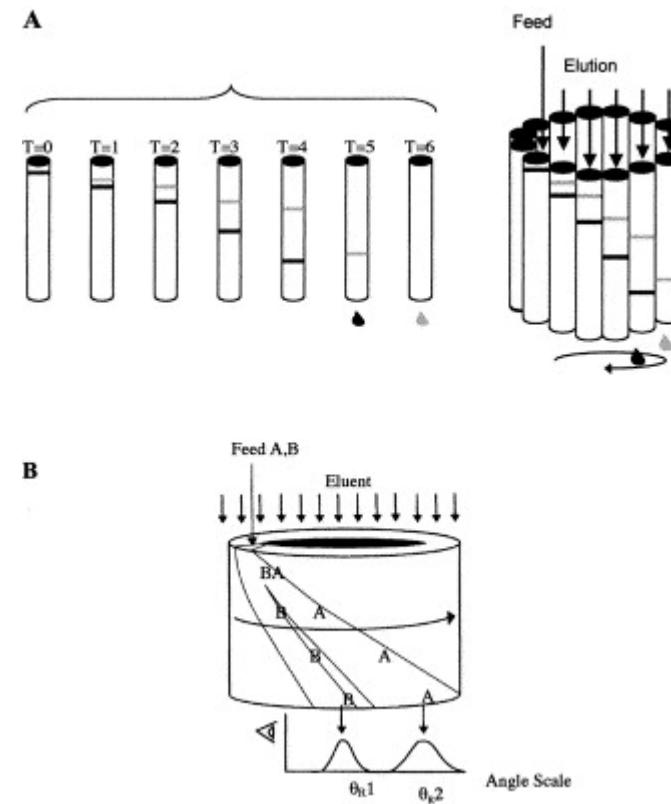
Module 4.4: L'adsorption (4)

D) La chromatographie

Colonne annulaire tournante (CAC): On alimente à un endroit défini dans l'espace annulaire rempli d'adsorbant, alors que l'éluant est introduit sur tout le pourtour de la colonne qui tourne à une vitesse bien choisie pour permettre la séparation. On soutire les produits séparés dans les différentes fractions recueillies en continu en bas de colonne.

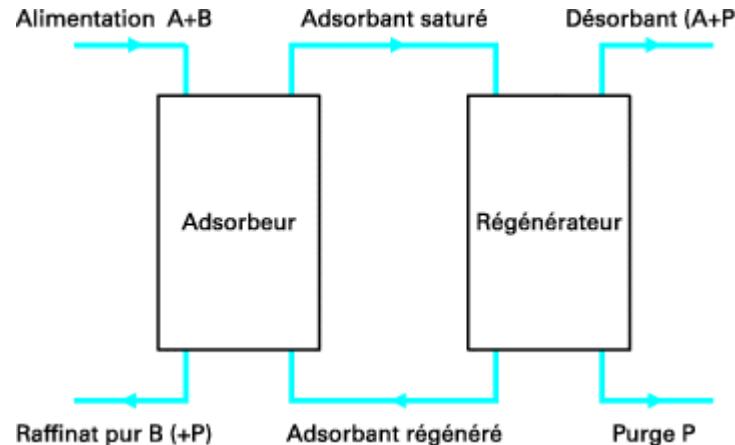


Principe de la chromatographie annulaire continue

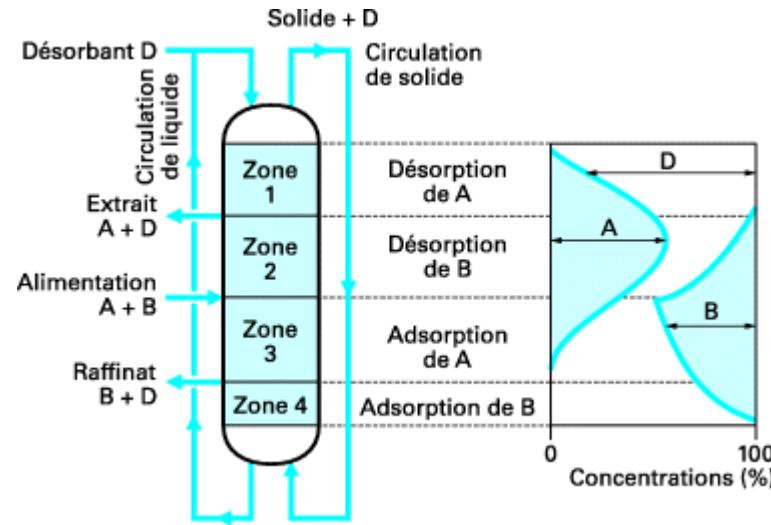


Module 4.4: L'adsorption (5)

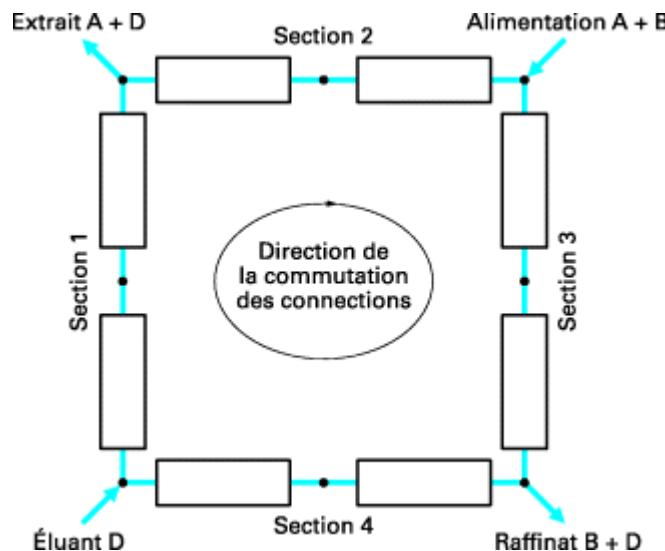
E) Adsorption continue



Opération en contre-courant
en lit mobile simulé



Lits fluidisés circulants pour
opération continue en contre-
courant (version strippeage)



Opération en contre-courant pour
séparation d'un mélange binaire et les
profils de concentration dans les
différentes sections

Module 4.5

Le séchage transforme un produit initial humide en un solide sec en éliminant une partie du solvant. Cela peut se traduire par un solide, un "solide divisé", ou une poudre.

4.5 Le séchage des solides

4.5.1 Théorie du séchage

Module 4.5.1: Transferts lors du séchage

Le séchage fait intervenir aussi bien des **transferts de matière** que des **transferts de chaleur** à l'**extérieur** et à l'**intérieur** du solide humide.

transferts externes

transfert de chaleur

chaleur nécessaire transportée par l'agent séchant, convection ou contact

transfert de matière

transport de vapeur à l'environnement

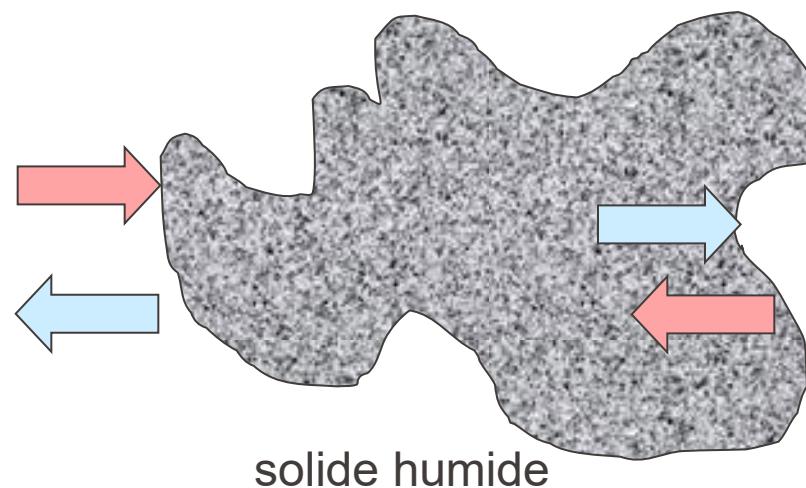
transferts internes

transfert de matière

transport de vapeur (diffusion)
transport de liquide (capillarité)
évaporation du liquide soit à la surface, soit à l'intérieur

transfert de chaleur

par exemple conduction



La vitesse globale du processus est généralement limitée par le transport du liquide à la surface du solide ou son évaporation. Cette limitation est fortement influencée par les propriétés physico-chimiques du matériau humide.

Module 4.5.1: Facteurs influençant le séchage

Le séchage est influencé principalement par deux facteurs du solide humide qui répondent aux questions :

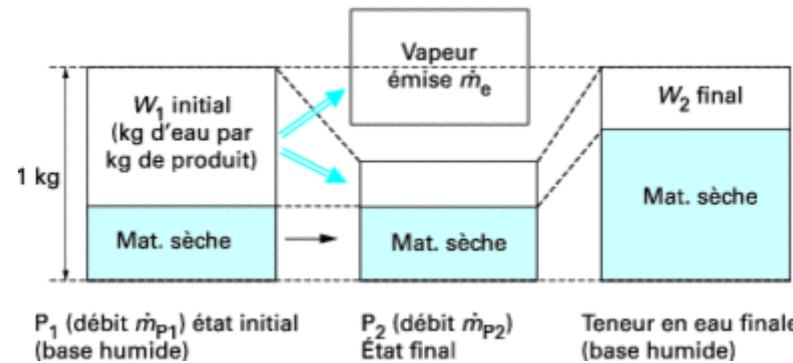
1. Le liquide présent dans le solide est-il mobile ou lié au solide par sorption ?

Cette première caractéristique est décrite par l'équilibre thermodynamique (isothermes de sorption)

2. La vaporisation a-t-elle lieu à la surface ou à l'intérieur du solide ?

Cette seconde caractéristique est décrite par la cinétique de migration du liquide à l'intérieur du solide (diffusion, capillarité).

Module 4.5.1: Matière sèche



La teneur en eau est ici définie comme $W = (\text{kg d'eau/kg de produit avec son eau})$, dite « base humide », soit $0 < W < 1$. D'une façon générale, le produit final P₂ n'est pas complètement sec, et contient encore une fraction du solvant $W_2 < W_1$.

La teneur en eau résiduelle est un compromis nécessaire, car extraire les derniers pourcentages d'eau serait coûteux en temps de séchage. De plus, ces faibles quantités d'eau ne posent généralement aucun inconvénient significatif pour l'utilisation ultérieure du produit.

$$\dot{m}_{P_1} (1 - W_1) = \dot{m}_{P_2} (1 - W_2)$$

$$\dot{m}_e = \dot{m}_{P_1} - \dot{m}_{P_2} = \dot{m}_{P_1} \frac{W_1 - W_2}{1 - W_2}$$

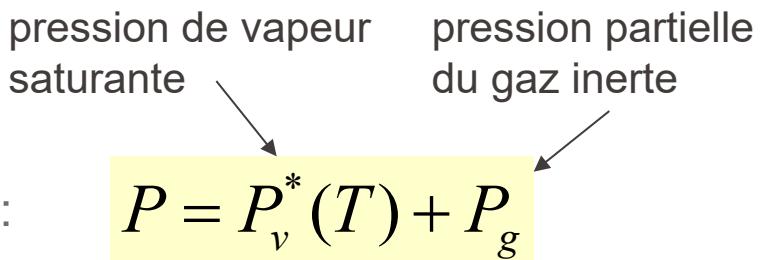
Principe de conservation de la matière sèche, pour un procédé batch remplacer par les masses.

Module 4.5.1: Solide humide (1)

- La pression à la surface d'un liquide est donnée par:

$$P = P_v^*(T) + P_g$$

pression de vapeur saturante pression partielle du gaz inerte



- L'humidité de saturation est :

$$Y^*(T) = \frac{MM_{liq}}{MM_g} \cdot \frac{P_v^*(T)}{P - P_v^*(T)} \quad \text{en } \frac{\text{kg de vapeur}}{\text{kg gaz inerte}}$$

- L'humidité du gaz : $Y(T) = \frac{MM_{liq}}{MM_g} \cdot \frac{\varphi P_v^*(T)}{P - \varphi P_v^*(T)}$ en $\frac{\text{kg de vapeur}}{\text{kg gaz inerte}}$ avec $\varphi = \frac{P_v}{P_v^*(T)}$ humidité relative

Module 4.5.1: Solide humide (2)

Cas 1 (**liquide mobile**) : $\varphi = 1$ et $Y = Y^*(T)$ quel que soit la valeur de X
(teneur en liquide du solide)

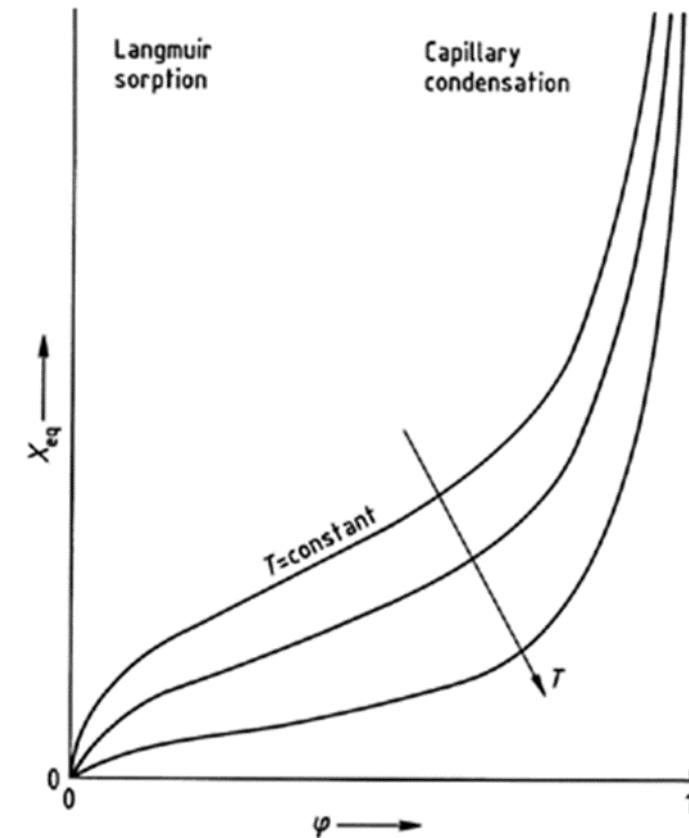
Cas 2 (**liquide lié**) :

Si le liquide est « sorbé » sur le solide, l'humidité à l'équilibre thermodynamique (X_{eq}) ne dépend pas uniquement de T mais aussi du taux d'humidité X_{eq} . On notera que $X_{eq} < Y^*$ et donc que $P_{v,eq} < P_v^*(T)$.

La diminution de la pression de vapeur à la surface d'un solide fortement humide est associé au phénomène de **condensation capillaire**.

Si l'humidité est faible $X \rightarrow 0$, les forces intermoléculaires entre le solide et le fluide jouent un rôle dominant, on parle de **sorption de Langmuir**.

On décrit l'humidité à l'équilibre d'un solide (X_{eq}) en fonction de l'humidité relative du gaz à différentes températures: **isothermes de sorption**.



Figures: Ullmann's encyclopedia

Module 4.5.1: Solide humide (3)

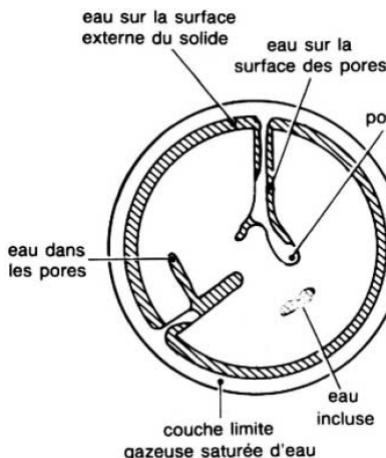
Cas 2 (liquide lié) :

On distingue différents types de liaison du liquide au solide:

- liquide adhérant à la surface (externe ou interne)
- liquide capillaire (dans les pores et veines)
- liquide hydraté (retenu par pression osmotique)
- liquide cristallin (retenu dans la structure du solide)

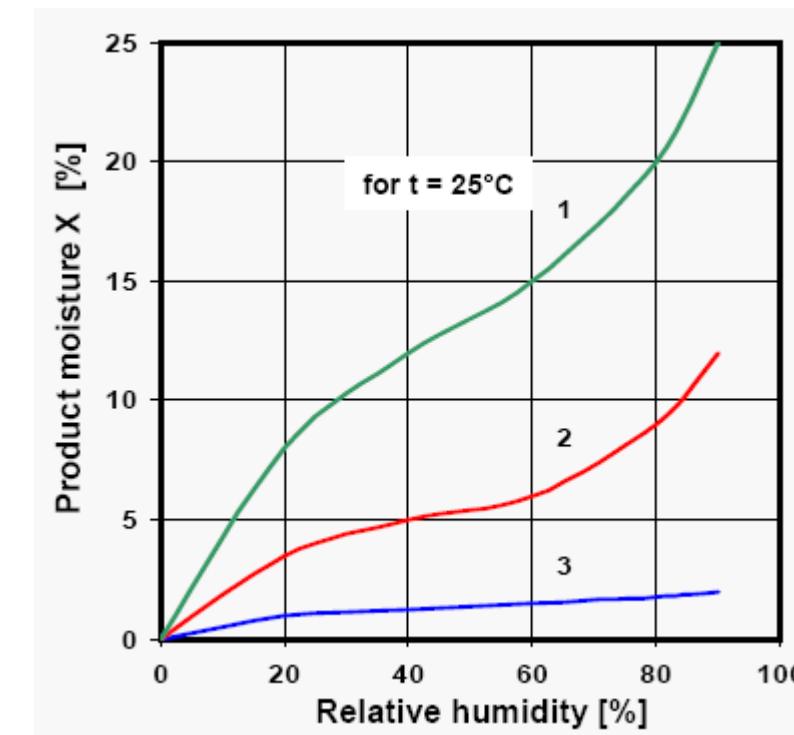
On peut déterminer la teneur en liquide par :

- méthode gravimétrique (balance IR)
- méthode chimique (titration Karl-Fischer)
- méthode spectrométrique (IR, micro-onde), etc.



Exemple d'isothermes de sorption :

- 1 bois (produit hygroscopique)
- 2 colorant (produit hygroscopique)
- 3 pigment (produit non hygroscopique)



Module 4.5.1: Types de séchage

On distingue selon la manière dont la chaleur est transférée :

- séchage **convectif** ou par entraînement: le liquide est vaporisé par la chaleur transférée par un fluide caloporteur (souvent un gaz inerte ou de l'air) à pression atmosphérique.
- séchage par **contact** ou par **conduction** ou par **ébullition**: la chaleur est transférée par contact avec une surface chaude (parois du sécheur) à pression atmosphérique ou réduite.
- séchages spéciaux : par exemple, séchage par cryogénération (froid) ou par radiation ou par hautes fréquences ou par micro-ondes.

Module 4.5.1: Séchage convectif

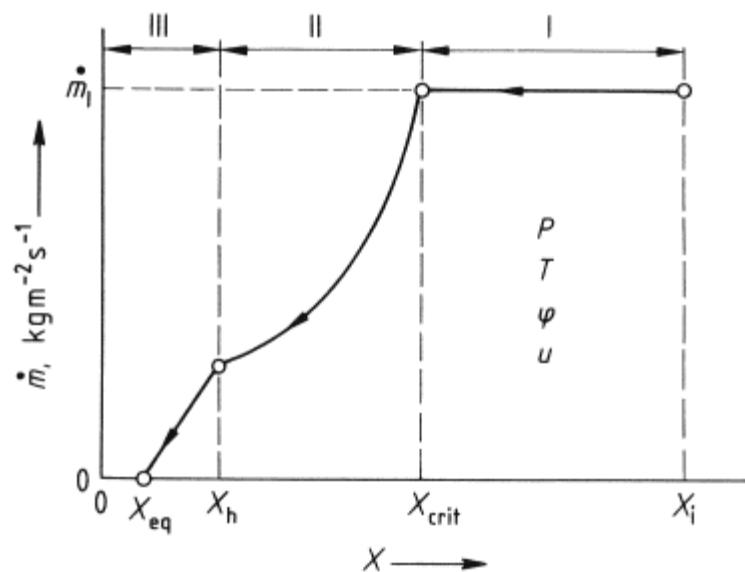
Le débit massique de vapeur quittant la surface du solide est donné par :

$$\dot{m} = -\frac{1}{A} \frac{dm}{dt} = -\frac{m_s}{A} \frac{dX}{dt} \text{ en } kg \ m^{-2} s^{-1}$$

A: surface de contact solide/gaz en m^2

X : taux d'humidité du solide en $kg \text{ humidité} / kg \text{ solide sec}$

m_s : masse de solide sec en kg



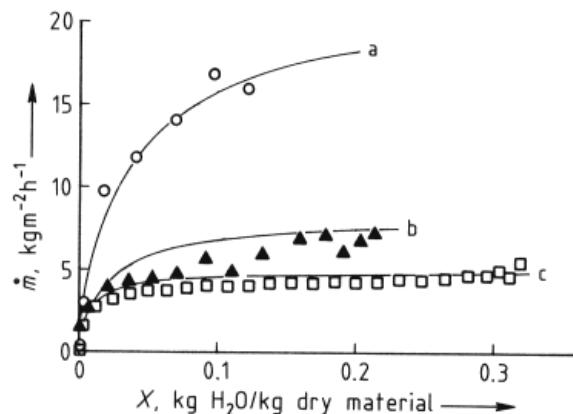
Phase I: Il y a uniquement la vaporisation du liquide à la surface du solide. La vitesse de séchage reste **constante** et ne dépend pas de la nature du solide mais uniquement des conditions de séchage. X tend vers X_{crit} l'**humidité critique**.

Phase II: Après X_{crit} , les forces capillaires ne **sont plus suffisantes** pour transporter le liquide à la surface. L'interface liquide-vapeur se déplace à l'intérieur du solide. La portion sèche du solide près de la surface empêche le transport de la vapeur vers le gaz. C'est pour cela que la vitesse de séchage diminue pendant que la température du solide grimpe. X tend vers X_h , l'**équilibre hygroscopique**.

Phase III: L'humidité restante est liée par sorption au solide. La vitesse de séchage chute rapidement pour atteindre la **valeur d'équilibre X_{eq}** . La température grimpe encore et les premières fissures dans le solide peuvent apparaître.

Module 4.5.1: Séchage par contact

- En séchage par contact la chaleur nécessaire à la vaporisation de l'humidité du solide est transférée par **contact direct** avec une surface chaude.
- La vitesse de séchage **diminue** avec la diminution de l'humidité (les particules sèches occupent de la surface de séchage).
- Elle est fonction du **gradient de T** ainsi que du **brassage**.



Courbe de séchage sous vide du silicate d'aluminium (sécheur mélangé)
Conditions: $P = 2.63 \text{ kPa}$, $T_w = 80^\circ\text{C}$, and 45 rpm
a) $d = 0.83 \text{ mm}$; b) $d = 3.25 \text{ mm}$; c) $d = 6.60 \text{ mm}$

E.-U. Schlünder, N. Mollekopf: "Chem. Eng. Process" 18 (1984) 93 – 111.

$$\dot{m}_{\max} = U_{\max} \frac{(T_w - T_b)}{\Delta H_v}$$

\dot{m}_{\max} : vitesse de séchage en $\text{kg m}^{-2} \text{ s}^{-1}$

U_{\max} : coeff. de transfert de chaleur en $\text{W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$

T_w : température de la paroi de contact en K

T_b : température du bulk en K

ΔH_v : enthalpie de vaporisation en J kg^{-1}

$$U_{\max} = U_r + \varphi_w \frac{4\lambda}{d} \left[\left(1 + \frac{2(l+\delta)}{d} \right) \ln \left(1 + \frac{d}{2(l+\delta)} \right) - 1 \right]$$

$$\text{avec } l = 2\zeta \left(\frac{2}{\gamma} - 1 \right) \text{ et } U_r = 4C_{w,p} \left(\frac{T_w - T_b}{2} \right)^3$$

U_r : coeff. de transfert de chaleur par rayonnement ($5 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ à T_{amb})

φ_w : fraction de la surface de contact couverte ($\varphi_w \approx 0.8$ pour sphères)

λ : conductivité thermique de l'inerte en $\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$

d : diamètre de particule moyen en m

l : chemin moyen libre en m

δ : rugosité de surface en m ($0 < \delta < 10^2$), χ = rapport des MM

ζ : chemin libre moyen des vapeurs en m

γ : coefficient de compatibilité (0.9 pour air ou vapeur d'eau)

$C_{w,p}$: coeff. de radiation thermique entre la surface et le solide en $\text{W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$

Module 4.5.1: Diagramme de l'air humide (1)

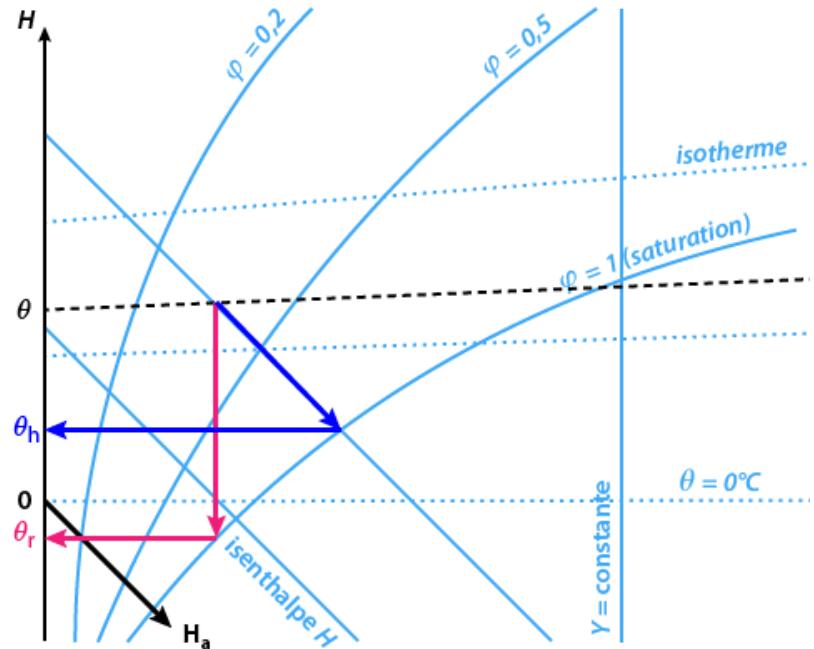
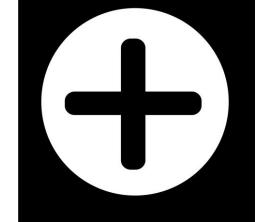


Diagramme enthalpique de l'air humide de « Mollier-Ramzine »:

- décrire l'évolution de l'air au cours du séchage
- évaluer l'énergie nécessaire

- Ce diagramme est un instrument pratique et efficace pour :
 - I. étudier et évaluer l'énergie nécessaire à la maîtrise des conditions du séchage
 - II. la mise en œuvre correcte du processus industriel. Le diagramme permet de déterminer toutes les propriétés de l'air telles que la température de rosée (θ_r), température du thermomètre humide (θ_h), enthalpie (H), HR, etc. et ce à partir de ses deux paramètres comme, par exemple, la température et l'**humidité absolue (H_a)**.
- Il permet aussi de suivre l'évolution de ces paramètres au cours de l'opération du séchage sans avoir recours à des calculs fastidieux.
- θ_h se lit à l'intersection de la droite isenthalpe passant par (θ, H_a) de l'air avec la courbe $\varphi = 1$ (saturation). φ étant l'humidité relative.
- **La température de rosée (θ_r)** d'un air humide est définie comme étant la température pour laquelle la pression de vapeur P est égale à la pression de vapeur saturante. On la mesure comme étant la température à laquelle, il faut refroidir l'air humide (à H_a constante) pour atteindre la saturation.
- **La température du thermomètre humide (θ_h)** est définie comme la température à l'équilibre de l'air humide amené à saturation (formation des premières gouttes d'eau liquide) par augmentation de H_a .

Module 4.5.1: Diagramme de l'air humide (2)

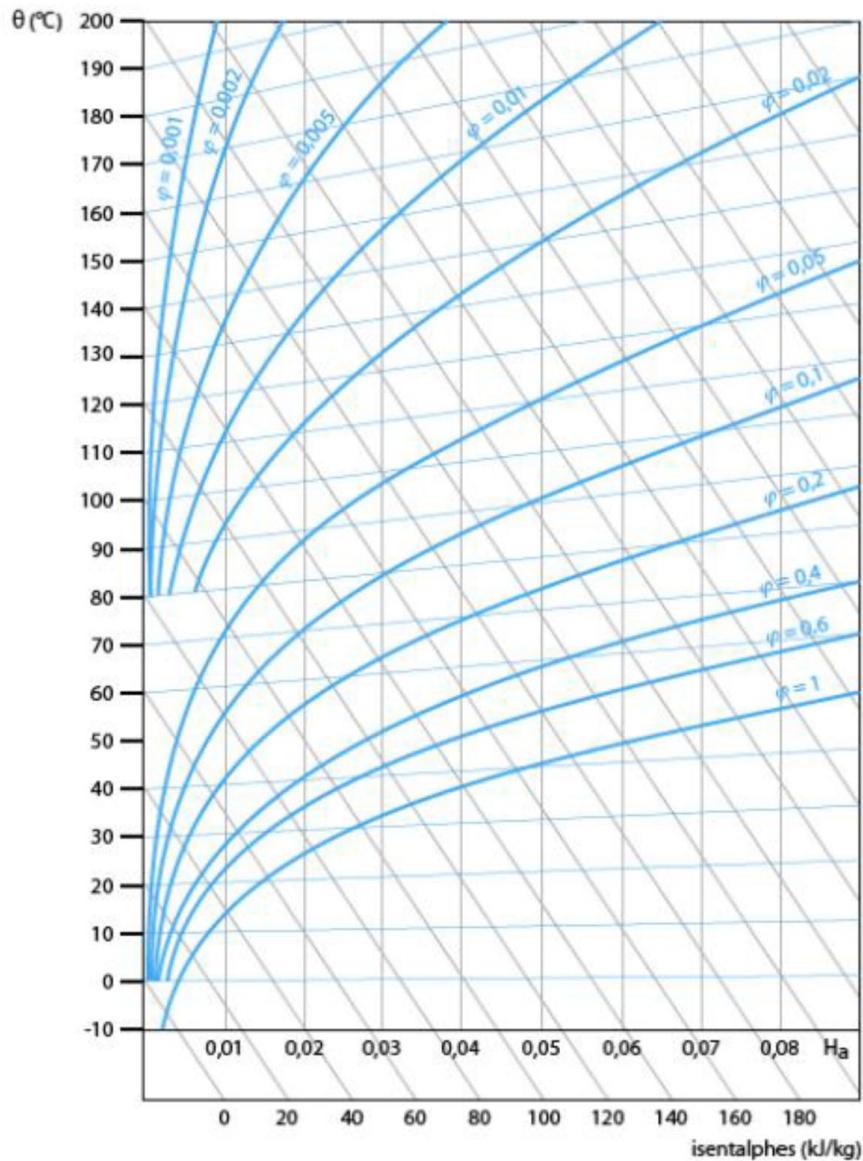
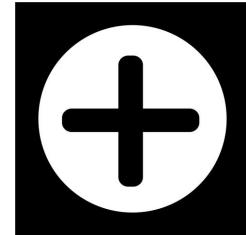


Diagramme de Mollier-Ramzine
(air humide)

On considère que les processus de séchage se déroulent en général d'une manière adiabatique, c'est-à-dire sans échange de chaleur avec le milieu extérieur.

Dans ces conditions, les points représentatifs des caractéristiques de l'air (température et taux d'humidité) vont se déplacer sur une droite appelée *droite de saturation adiabatique*. Le point d'intersection de cette droite avec la courbe de saturation définit la *température de saturation adiabatique*.

Il se trouve que, pour le mélange eau-air, la température de saturation adiabatique constitue une bonne approximation de la température humide.

Module 4.5.1: Diagramme de l'air humide (3)



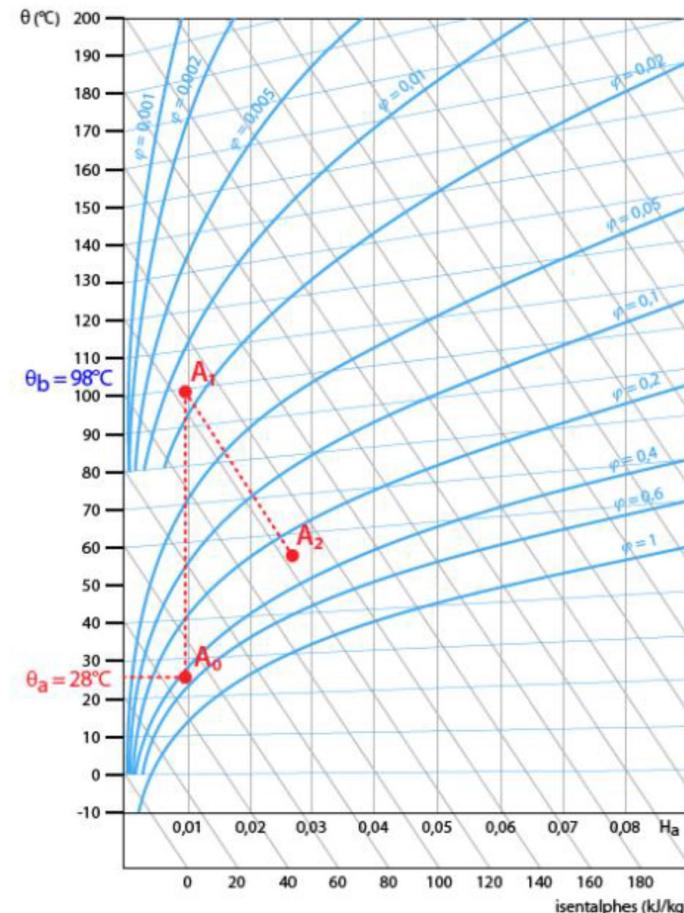
Comment cela fonctionne ? Exercice 1

Un air A₀ présente les caractéristiques suivantes : $T_0 = 28^\circ\text{C}$, $Ha_0 = 0.01 \text{ kg d'eau / kg d'air sec}$.

L'air est chauffé (A₁) et atteint la température $T_1 = 98^\circ\text{C}$.

Il sert à réaliser un séchage adiabatique et sort à une température $T_2 = 58^\circ\text{C}$ (air 2 : A₂).

1. Déterminer Ha₁ et Ha₂ (humidité absolue)
2. Déterminer le débit d'air sec, si on souhaite évaporer 1000 kg d'eau/h



1) D'après le diagramme, 1 kg d'air sec contient 0,017 (0.027-0.01) kg de vapeur d'eau

$$Ha_1=0.01 \text{ et } Ha_2=0.027$$

2) Pour évaporer 1000 kg d'eau?

1 kg d'air sec 0.017 kg de vapeur d'eau

X kg d'air sec → 1000 kg de vapeur d'eau

Quantité d'air sec est égale à $1000/0.017 = 58823 \text{ kg}$; soit un débit de 58823 kg/h

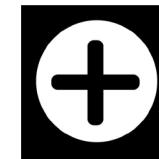
Remarque:

Le débit d'air sec peut également être déterminé en appliquant la formule suivante :

$$m_e = m_a(Ha_2 - Ha_1)$$

$$m_a = 1000/(0.027-0.01) = 58823 \text{ kg/h}$$

Module 4.5.1: Diagramme de l'air humide (4)

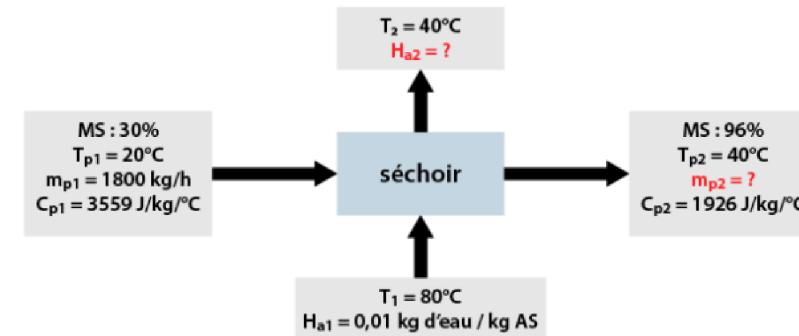
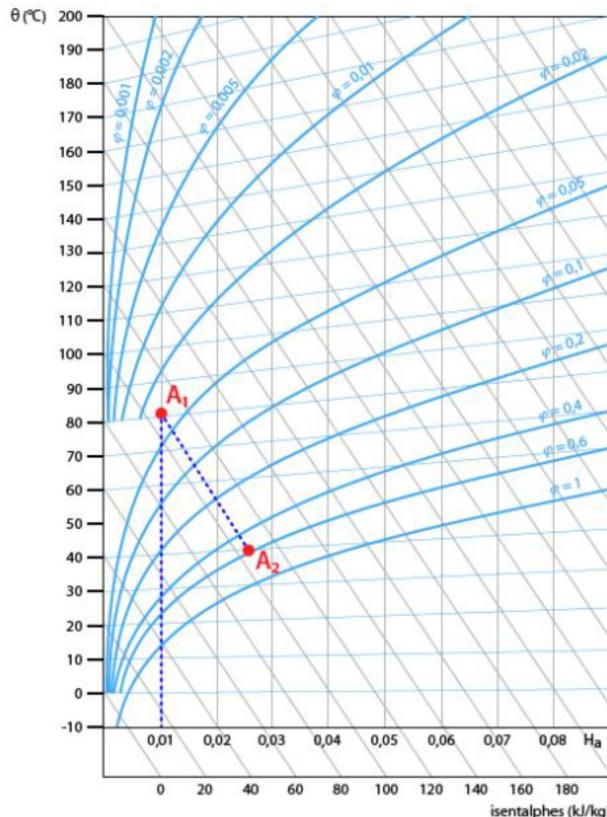


Comment cela fonctionne ? Exercice 2

Un sécheur continu à lit fluidisé à contre-courant déshydrate des levures de boulangerie (LEV) de 70% à 4%. L'air utilisé à l'entrée est à $T_1 = 80^\circ\text{C}$ et $H_{a1} = 0.01 \text{ kg d'eau/kg d'air sec}$ et quitte le sécheur à $T_2 = 40^\circ\text{C}$. Le produit entre à 20°C avec un débit de 1800 kg/h et sort à 40°C .

Les C_p des levures à l'entrée et à la sortie sont respectivement de 3559 et $1926 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$

1) Calculer le débit d'air sec nécessaire au chauffage en négligeant les pertes.



En supposant le régime stationnaire et en négligeant les pertes de matière :
quantité levure sèche qui entre = quantité levure sèche qui sort
D'où $1800 \times 0.3 = 0.96 \times \dot{m}_{p2} \rightarrow \dot{m}_{p2} = 562.5 \text{ kg/h}$

À l'aide du diagramme enthalpique de l'air humide $\rightarrow H_{a2} = 0.026 \text{ kg d'eau /kg air}$

En appliquant le bilan matière : $\text{eau(air)} = \text{eau(levure)} \rightarrow \dot{m}_{\text{air}} (H_{a2} - H_{a1}) = \dot{m}_{p,\text{sec}} (X_1 - X_2)$
Avec $\dot{m}_{p,\text{sec}} = 1800 \times 0.3 = 540 \text{ kg/h}$
 $X_1 = 70/30 = 2.333 \text{ kg d'eau/kg ms}$
 $X_2 = 4/96 = 0.04167 \text{ kg d'eau/kg ms}$
d'où : $\dot{m}_{\text{air}} = 540 \times (2.333 - 0.04167) / (0.026 - 0.01) = 77'332 \text{ kg d'air/h}$

Module 4.5.2

4.5 Le séchage des solides

4.5.2 Types de sécheurs

Module 4.5.2: Types de sécheurs

Il existe 4 types principaux de modes séchage: **convectif, par contact, par radiation (IR) et par cryo-vide.**

Type \ Critère	Transfert chaleur convection	Transfert chaleur contact	Transfert chaleur radiation	Cryogénie	Mât. à sécher liquide	Mât. à sécher pâteuse	Mât. à sécher solide	Mode continu	Mode discontinu	Pression atm.	Pression sous vide
Type											
Atomiseur	X				X			X		X	
Sécheur à mouture	X					X	X	X		X	
Sécheur pneumatique	X						X	X		X	
Sécheur à tapis	X	X				X	X	X		X	X
Sécheur à lit fluidisé	X	X					X	X	X	X	
Sécheur à palettes		X				X	X		X		X
Sécheur à tambour		X			X	X		X		X	
Sécheur à filtres		X			X				X	X	X
Sécheur extrudeuse		X				X	X	X		X	X
Sécheur à plateaux	X	X					X	X		X	X
Sécheur mélangeur		X					X		X	X	X
Lyophiliseur		X		X	X	X	X		X		X
Sécheur radiant			X		X	X		X		X	
Four rotatif		X			X	X	X	X		X	X
Four statique	X	X				X	X		X	X	
Sécheur centrifuge	X	X				X	X	X		X	

Module 4.5.2: Choix du sécheur (1)

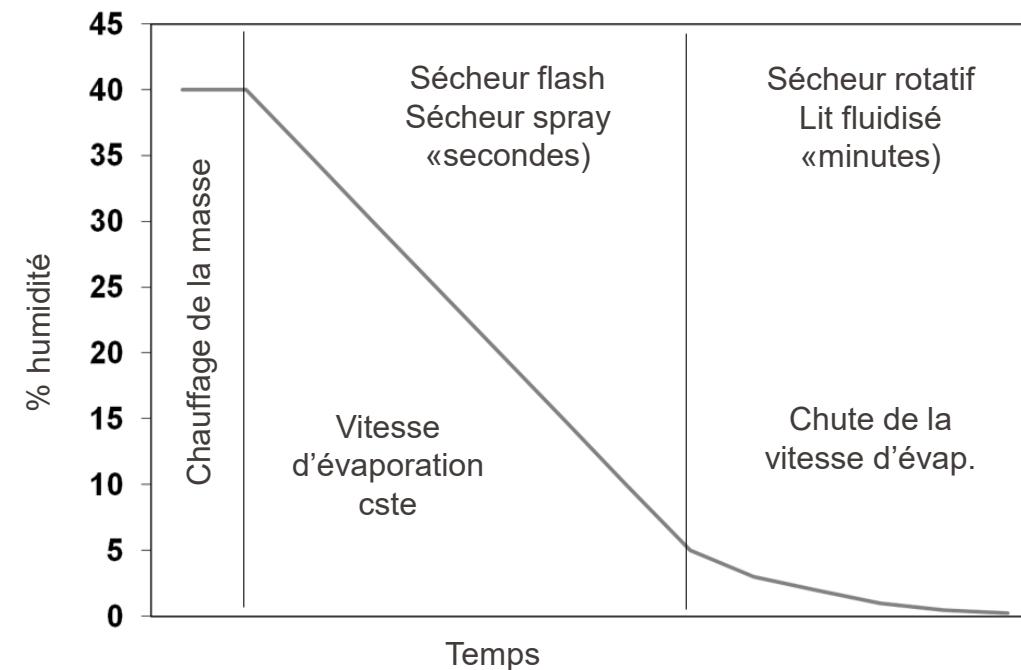
Le choix d'un sécheur peut se baser selon 3 critères:

- Sur la base de l'efficacité énergétique
- Sur la base de contraintes liées au procédé de fabrication
- Sur la base de contraintes liées au produit

Module 4.5.2: Choix du sécheur (2)

1) Sur la base de l'efficacité énergétique

- Le séchage convectif est le mode de séchage le plus courant pour les solides particulaires et les produits pâteux.
- Le séchage par contact est plus approprié aux produits « fins », dont la taille est inférieure à $300 \mu\text{m}$, et aux solides à fortes humidités.



Courbe de séchage et
choix de technologie

Module 4.5.2: Choix du sécheur (3)

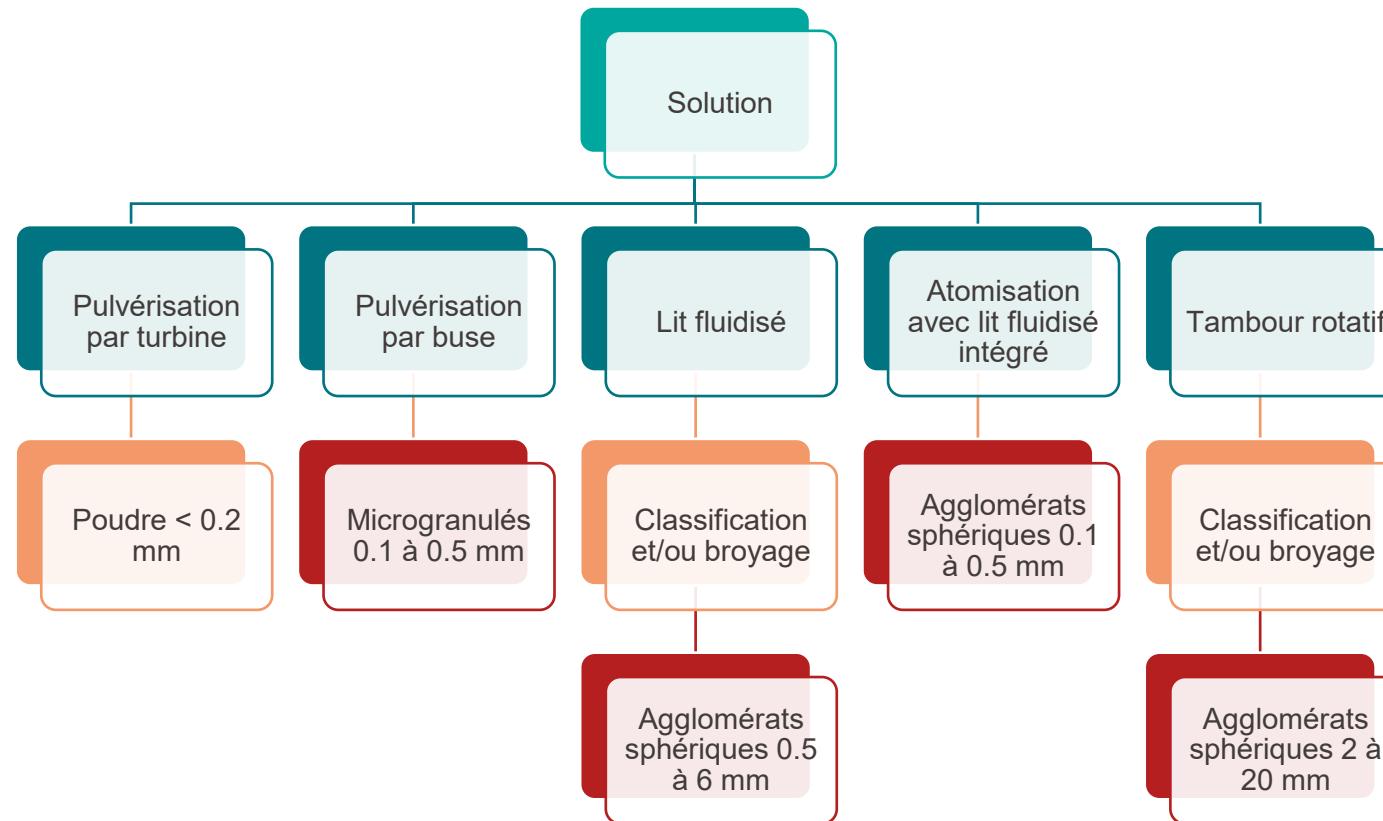
2) Sur la base de contraintes liées au procédé de fabrication

Séchage	Principe physique	Mode d'apport de chaleur	État du produit	Temps de séjour	Dispersion du temps de séjour
Pulvérisation	En	Cv	M	s	oui
Cylindre	Eb	Cd (Cv)	S	s	non
Tunnel	En	Cv	S	h	non
Plateaux Rotatifs Contact	En Eb	Cv Cd	M M	h h	non non
Tambour Direct Indirect	En En	Cv Cd	M M	min min	oui oui
Lit Fluidisé	En	Cv (+ Cd)	M	min	oui
Pneumatique	En	Cv	M	s	oui
Vis, disques	Eb	Cd	M	h	non
Palettes	Eb	Cd	M	h	non
Couche mince	Eb	Cd	M	min	oui
Pneumatique compact	En	Cv	M	s	oui

En : entraînement, Eb : ébullition, Cv : convection, Cd : conduction, S : supporté, M : mouvement

Module 4.5.2: Choix du sécheur (4)

3) Sur la base de contraintes liées au produit



Module 4.5.2: Choix du sécheur (5)

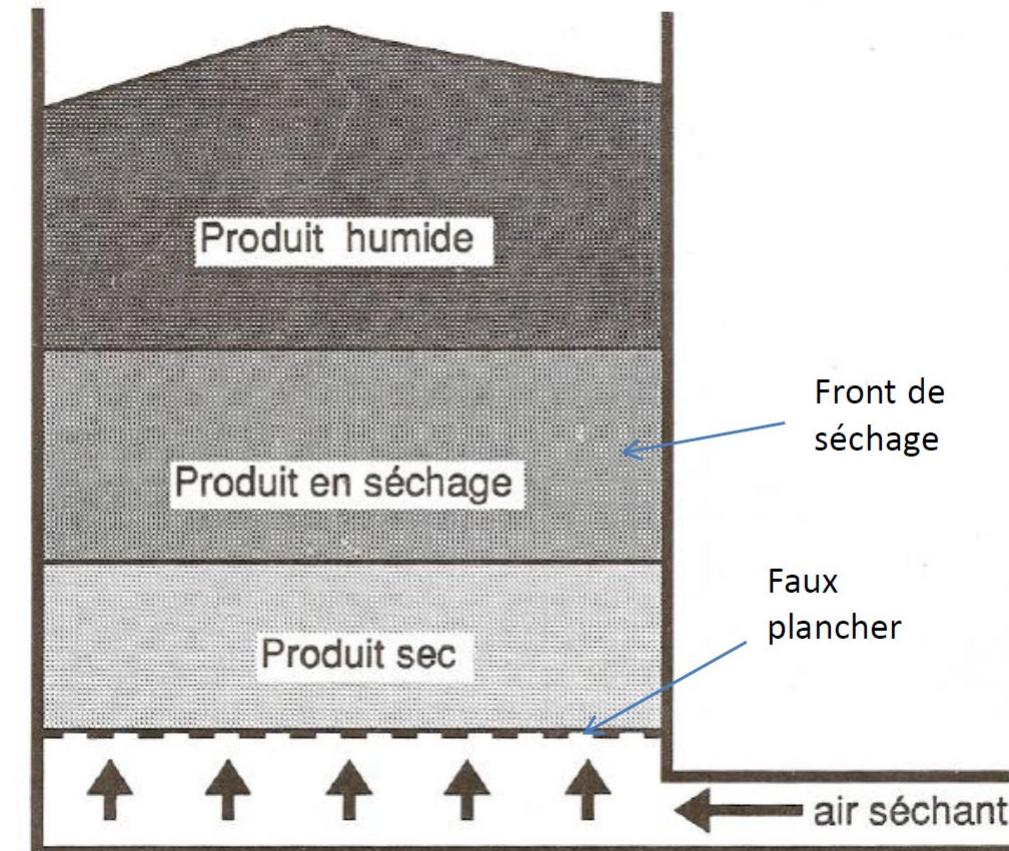
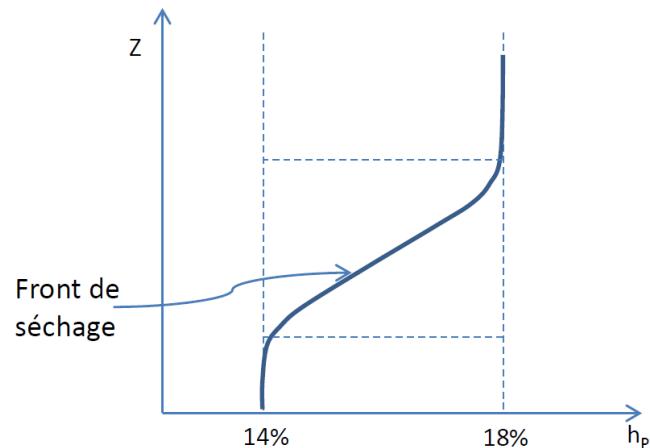
4) Sur la base de contraintes techniques

Front de séchage et existence de zones

Le produit ne sèche pas de manière uniforme.

Il existe 3 zones:

- Zone inférieure (sèche)
- Zone de transition (en séchage)
- Zone supérieure (humide)

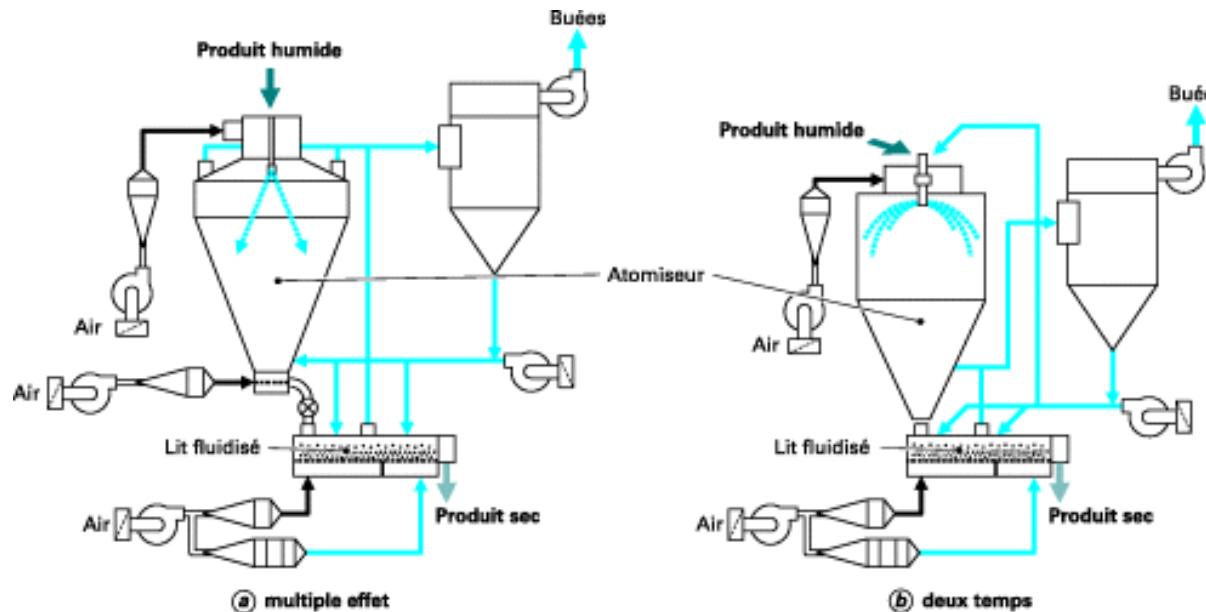


Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (1)

1. Atomiseur

Caractéristiques :

- alimentation : liquide (solution ou suspension)
- mode : continu
- durée : secondes
- produit : poudre, granulés fins



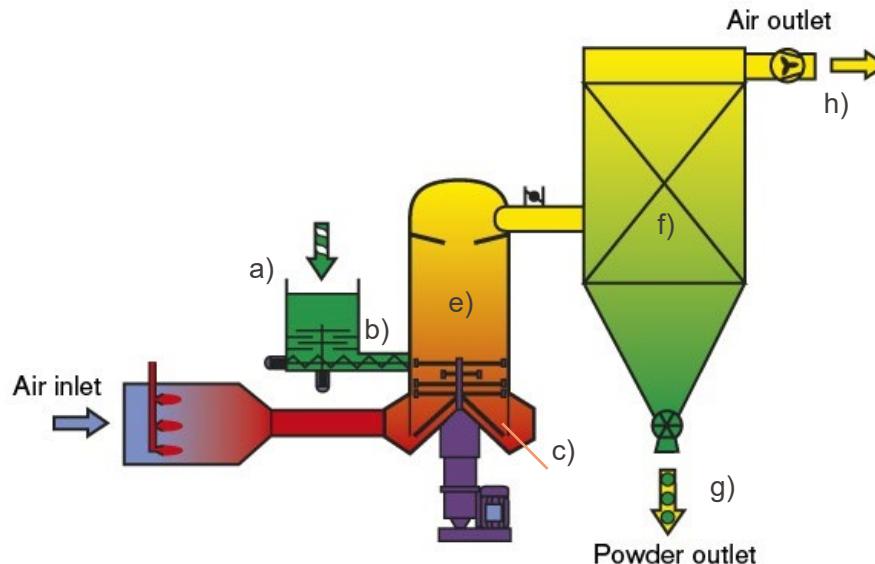
Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (2)

2. Sécheur à mouture (Spin flash)

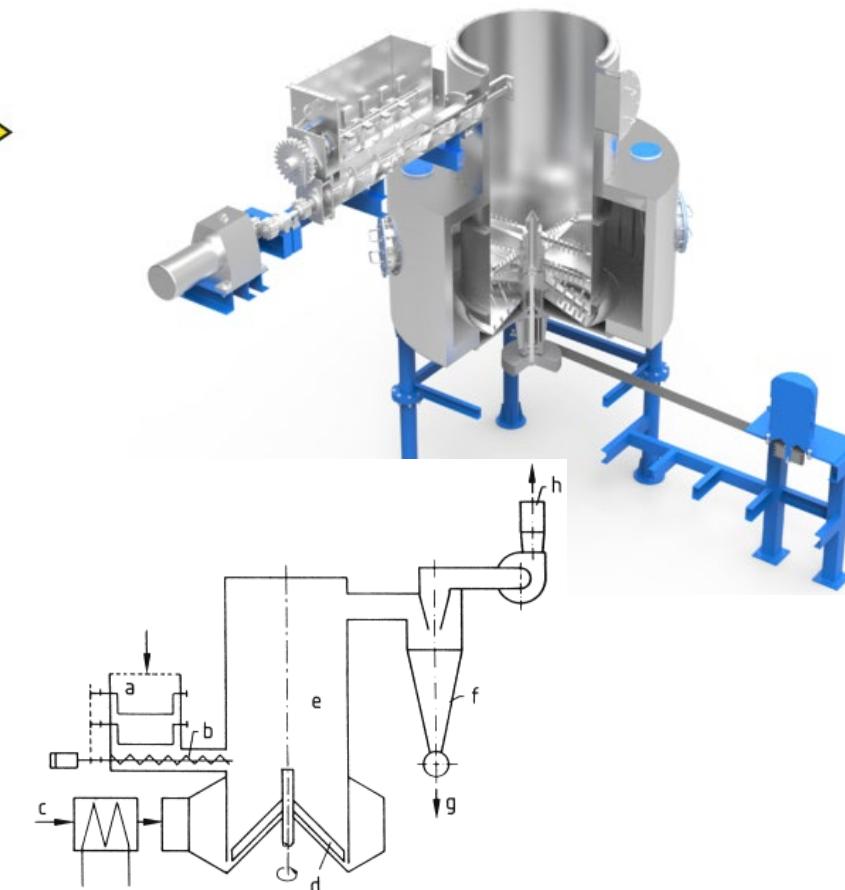
Caractéristiques :

alimentation : solide (pâte ou gâteau de filtration)

- mode : continu
- durée : secondes - minutes
- produit : poudre



a) Solide humide; b) Alimentation; c) Entrée air; d) Brasseur; e) Chambre de séchage; f) cyclone; g) Décharge; h) Evacuation air

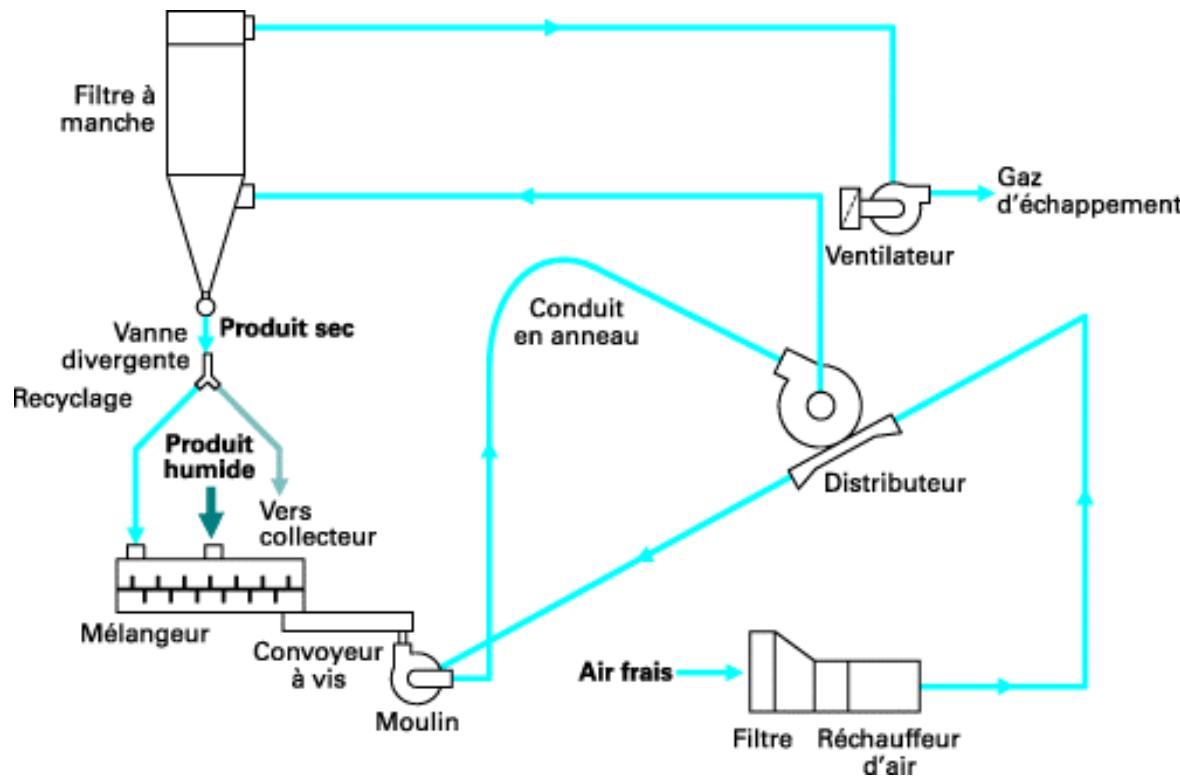


Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (3)

3. Sécheur pneumatique

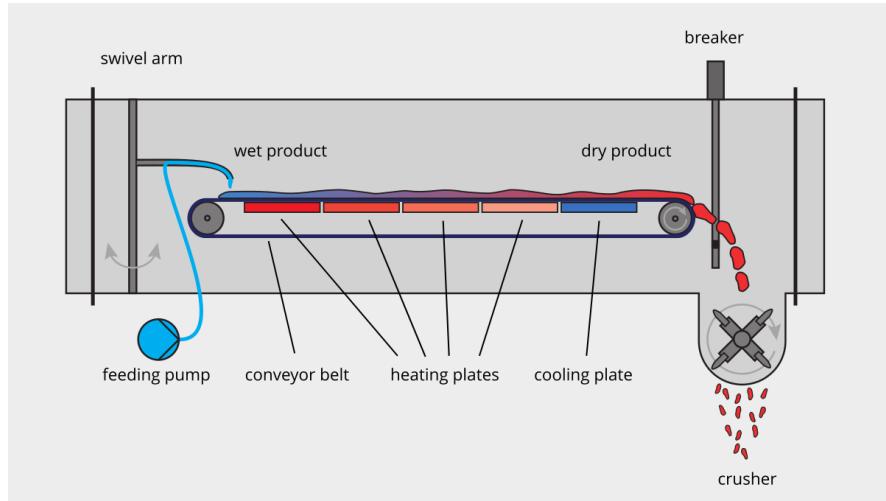
Caractéristiques :

- alimentation : solide
- mode : continu
- durée : secondes
- produit : poudre, granulés



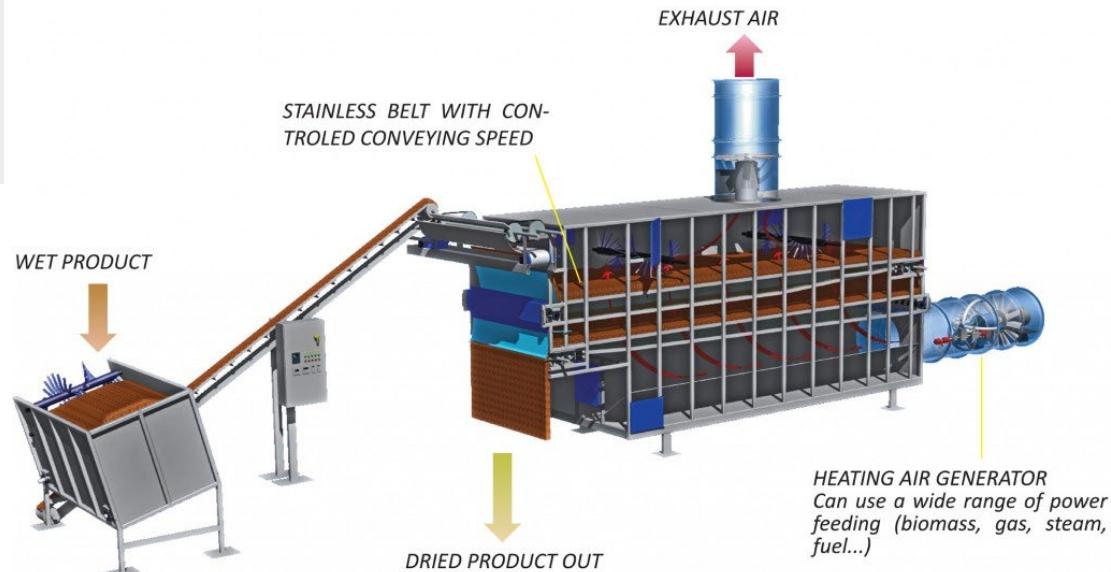
Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (4)

4. Sécheur à tapis



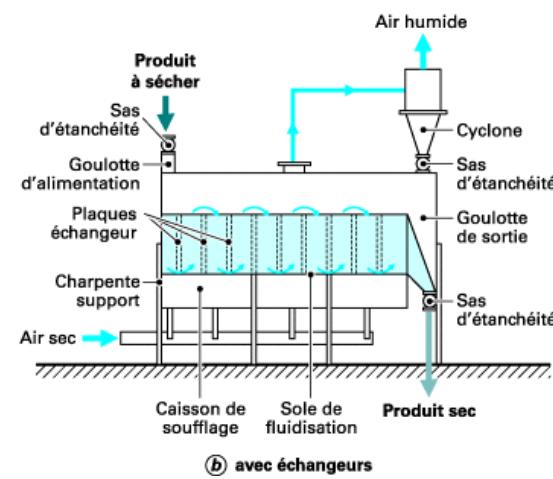
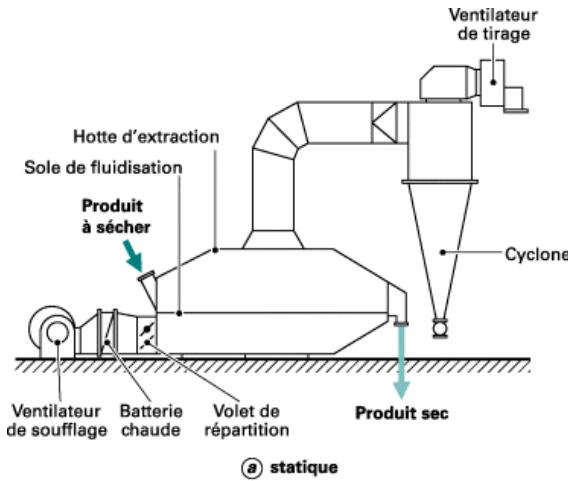
Caractéristiques :

- alimentation : solide, pâtes
- mode : continu
- durée : minutes
- produit : granulés



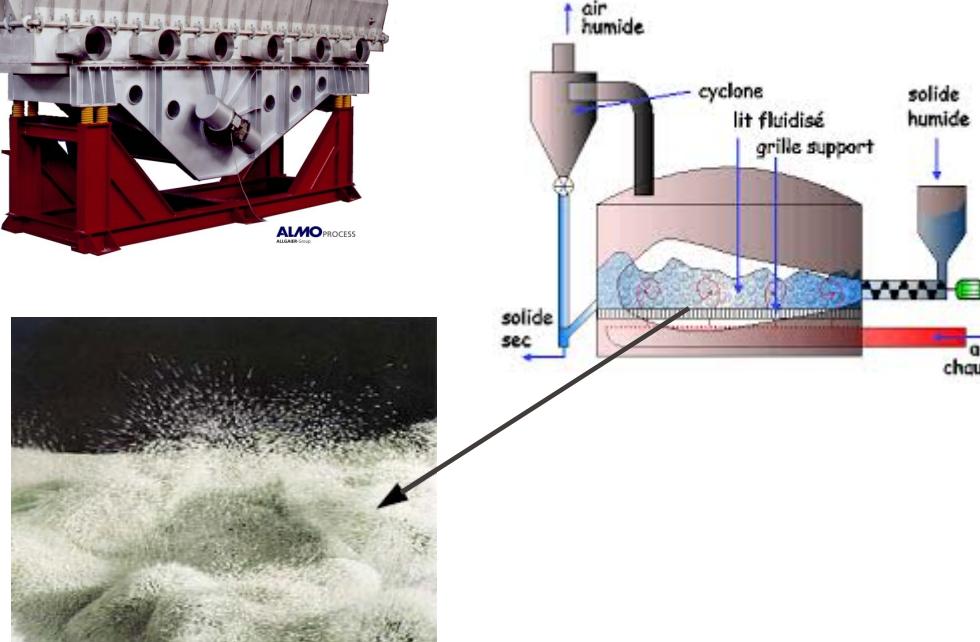
Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (5)

5. Sécheur à lit fluidisé



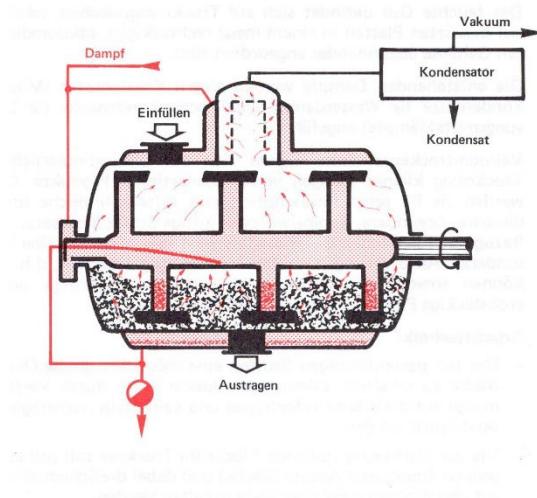
Caractéristiques :

- alimentation : solide
- mode : continu ou discontinu
- durée : minutes
- produit : granulés fins ou pas



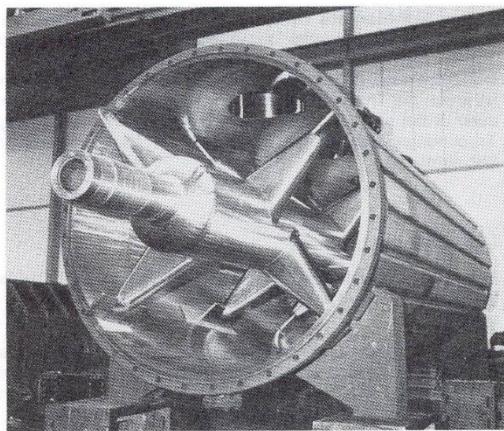
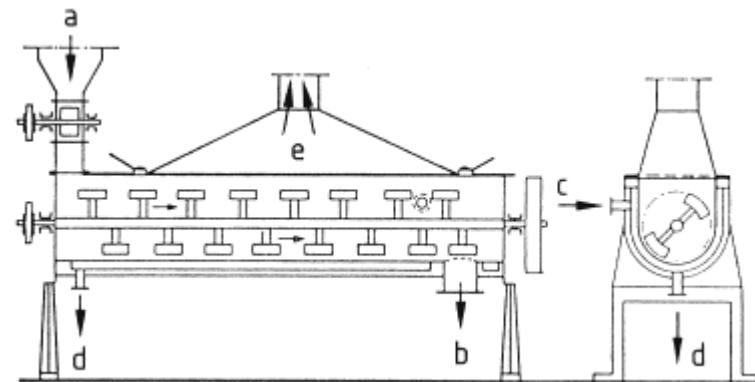
Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (6)

6. Sécheur à palettes



Caractéristiques :

- alimentation : pâte, solide
- mode : discontinu
- durée : heures
- produit : poudre, agglomérats



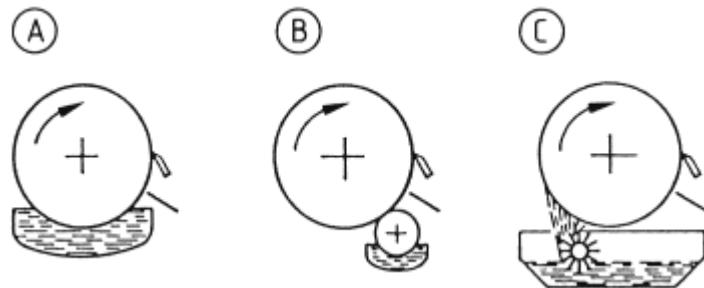
Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (7)

7. Sécheur à tambour

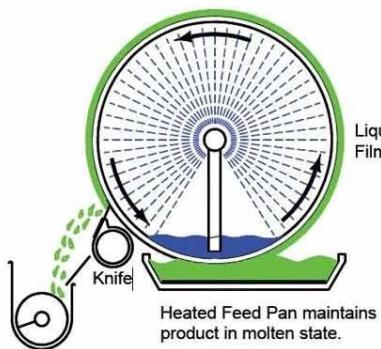
Caractéristiques :

- alimentation : liquide ou pâte
- mode : continu
- durée : secondes
- produit : poudre, flocons

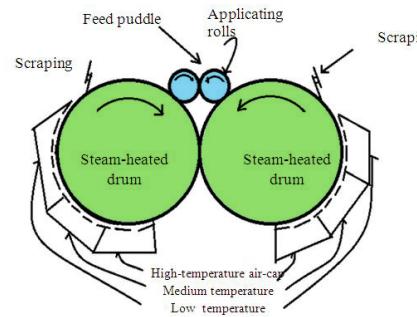
Tambour interne



A) Rouleau immergé; B) Avec distribution; C) « Barbed roller »



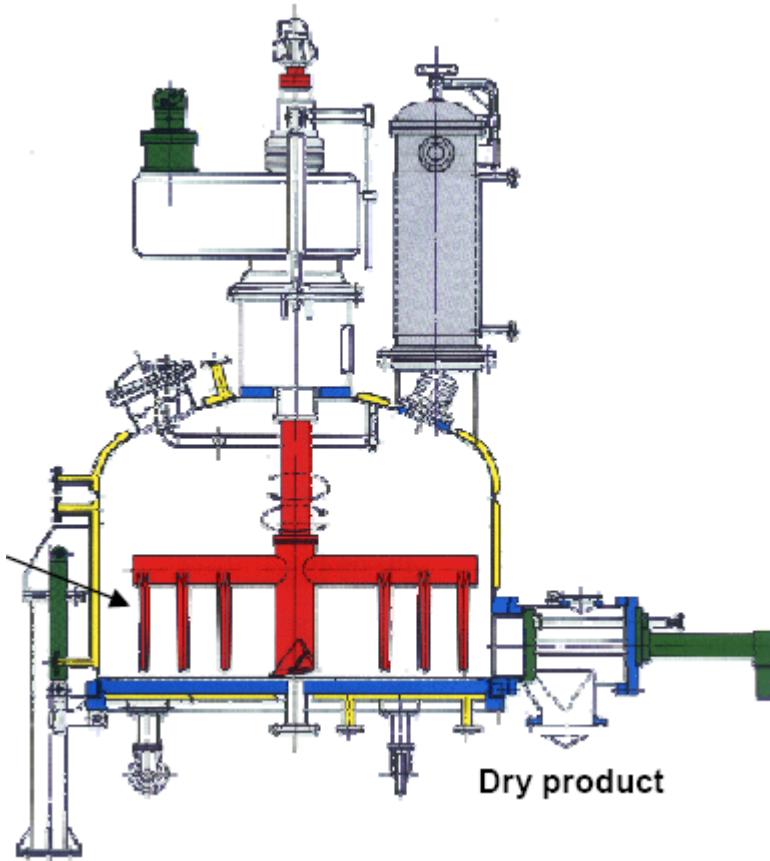
Tambour externe



Durée 32''

Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (8)

8. Sécheur à filtres



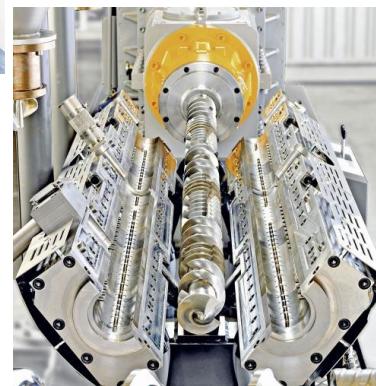
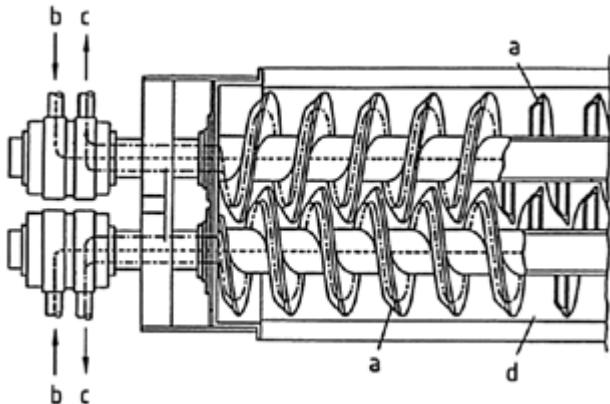
Caractéristiques :

- alimentation : pâte ou solide
- mode : discontinu
- durée : heures
- produit : poudre, agglomérats



Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (9)

9. Sécheur type extrudeuse



Caractéristiques :

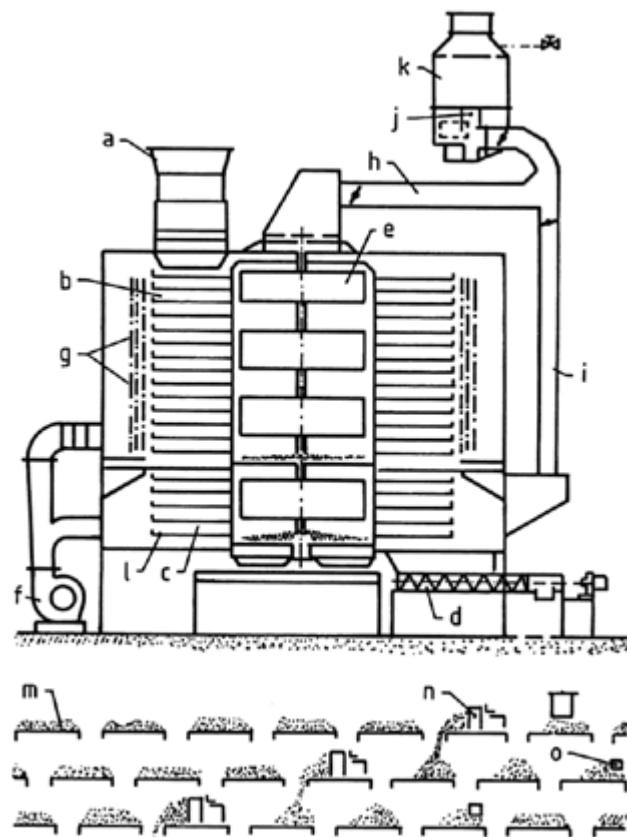
- alimentation : pâte, solide
- mode : continu, discontinu
- durée : minutes
- produit : poudre, granulés



Durée 1'51"

Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (10)

10. Sécheur rotatif à plateaux

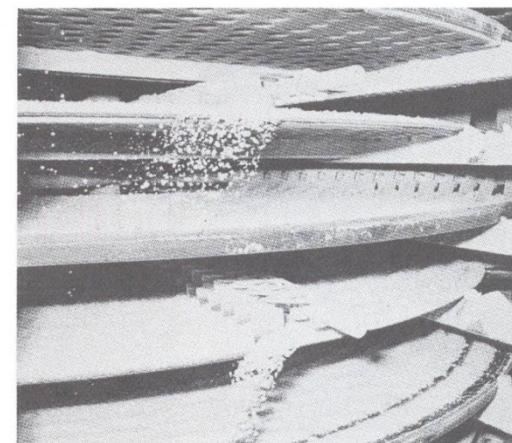
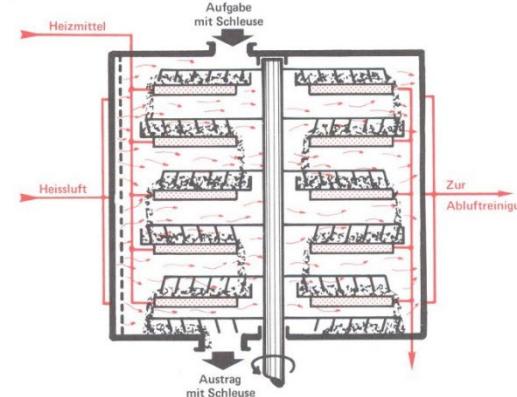


Haut: vertical, coupe axiale

Bas: Détail de la distribution et décharge
 a) charge b) zone de séchage c) zone de refroidissement d) décharge e) ventilateur
 f) air frais g) chauffage h) évacuation gaz i) refroidissement air j) absorbeur k)
 demister l) plateaux m) segment n) racloir o) distributeur

Caractéristiques :

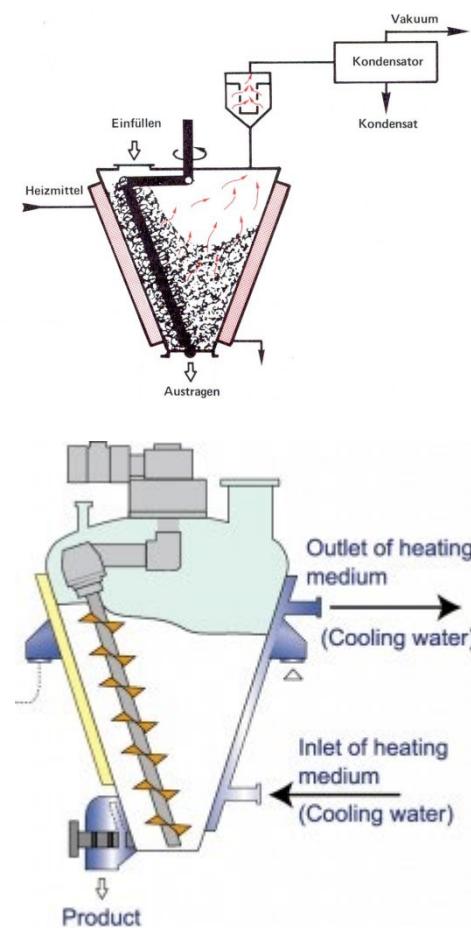
- alimentation : liquide (solution ou suspension)
- mode : continu
- durée : secondes
- produit : poudre, fines granulés



Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (11)

11. Sécheur mélangeur

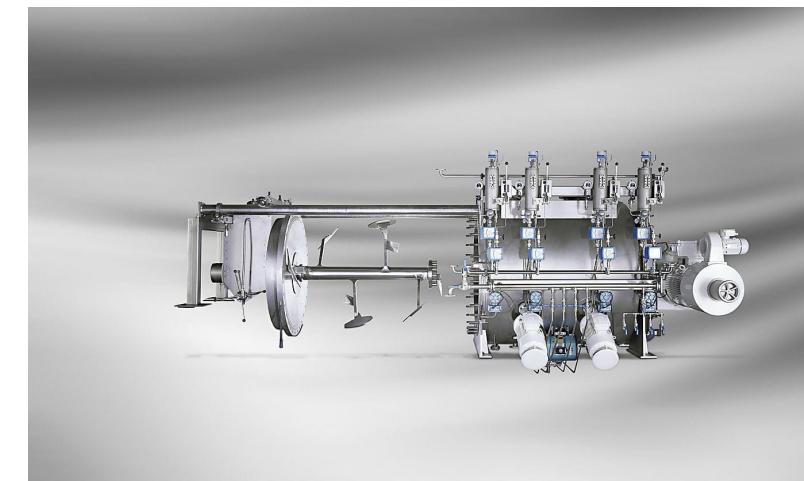
Version conique verticale



Caractéristiques :

- alimentation : pâte, solide
- mode : discontinu
- durée : heures
- produit : poudre

Version horizontale



Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (12)

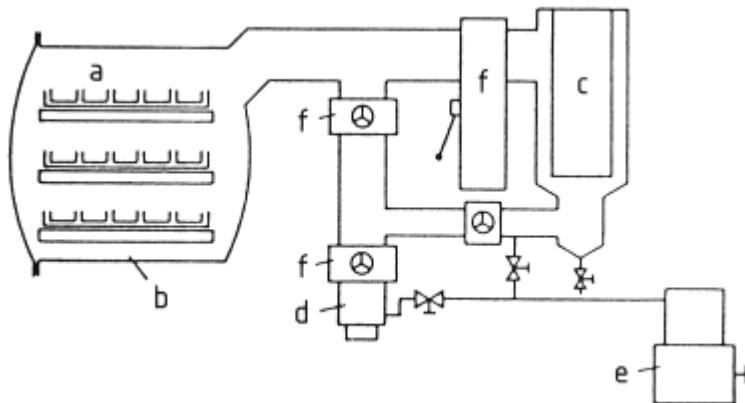
12. Lyophiliseur

Caractéristiques :

- alimentation : liquide, solide, pâte
- mode : discontinu
- durée : minutes, heures
- produit : poudre, agglomérats

Le procédé se décompose en plusieurs étapes:

1. Refroidissement et congélation du produit à environ -20°C.
2. Mise sous vide (50-100 Pa)
3. Chauffage par les plateaux (contact)
4. Condensation des vapeurs sur surface froides (-40 à -60°C).
5. Concassage du produit si cela est nécessaire (gross morceaux)



a) plateaux chauffants b) four séchage c) condenseur
d) pompe à diffusion e) pompe à vide f) vannes

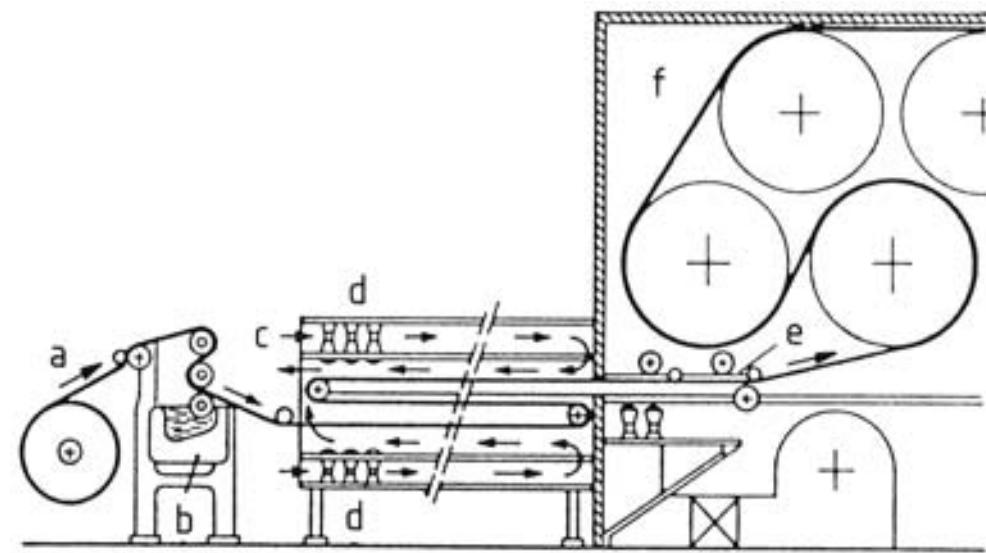


Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (13)

13. Sécheur radiant

Caractéristiques :

- alimentation : liquide, pâte
- mode : continu
- durée : secondes, minutes
- produit : poudre, granulés

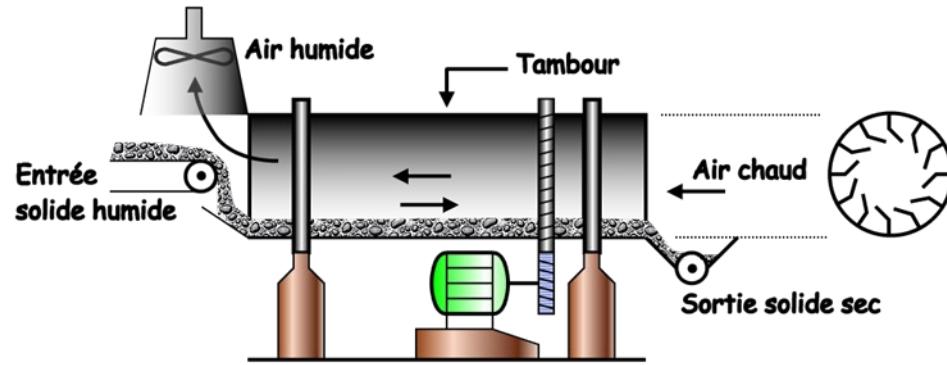


Sécheur type Philips

- a) Toile; b) Matière à sécher; c) Entrée d'air;
- d) Radiateur Infra rouge;
- e) Réflecteur métallique; f) Sécheur principal

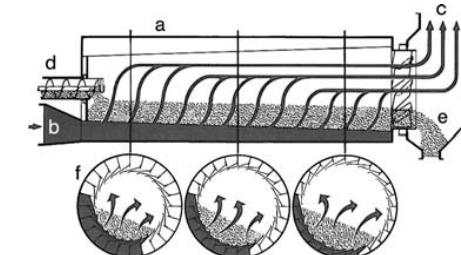
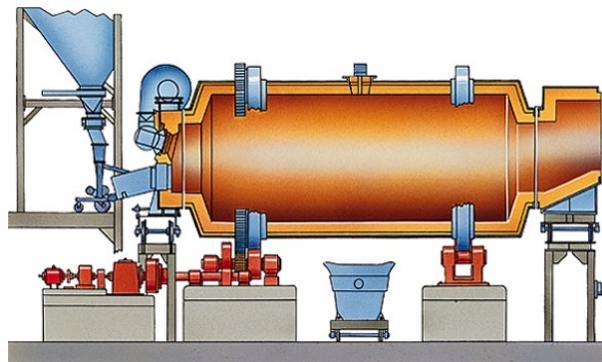
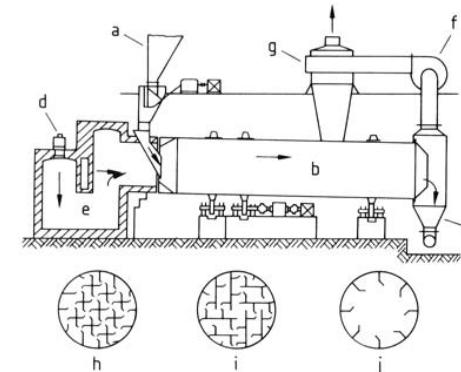
Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (14)

14. Four rotatif



Caractéristiques :

- alimentation : pâte, solide, liquide
- mode : continu
- durée : minutes
- produit : poudre, agglomérats

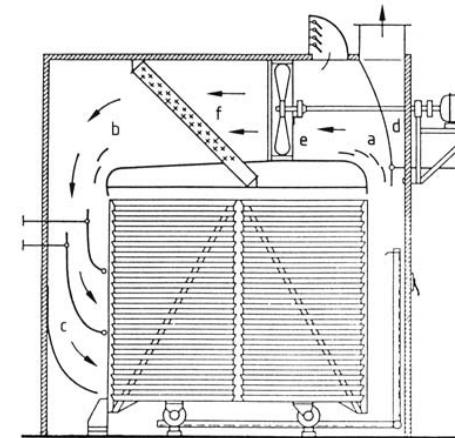
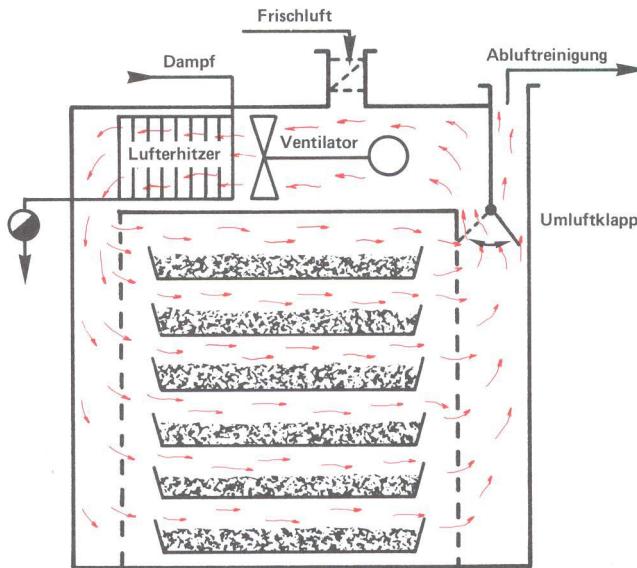


Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (15)

15. Sécheur type four

Caractéristiques :

- alimentation : pâte, solide
- mode : discontinu
- durée : minutes, heures
- produit : poudre, agglomérats

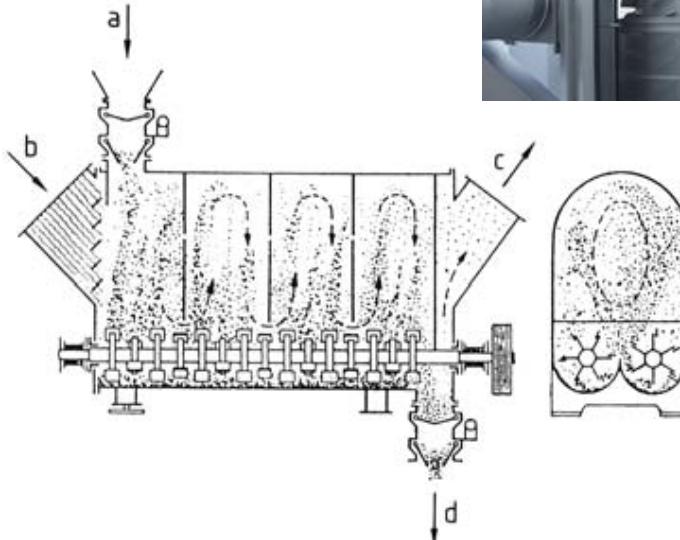


Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (16)

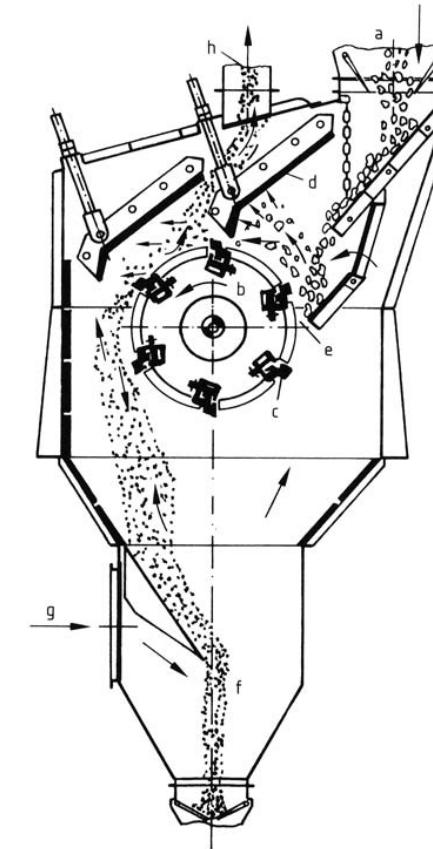
16. Sécheur centrifuge

Caractéristiques :

- alimentation : pâte ou solide
- mode : continu
- durée : secondes, minutes
- produit : poudre, granulés



Centrifuge type Westfalen



Centrifuge à impact

Module 4.5.2 : Considérations de sécurité

Si les opérations mettent en œuvre des solvants inflammables ou dangereux pour la santé ou des particules fines ($< 500 \mu\text{m}$) il convient particulièrement de:

- Mettre à la terre les installations
- Ventiler les équipements
- Travail en zone ATEX si nécessaire (PE $<30^\circ\text{C}$ ou taille des poussières ou particules $< 500 \mu\text{m}$)
- Connaitre les limites d'explosivités des solvants utilisés et leur point éclair
- Inerter les installations
- Former les personnes aux équipements
- Maintenance préventive
- Contrôle du niveau de bruit
- Inspection des installations et de leur connections
- Nettoyer régulièrement

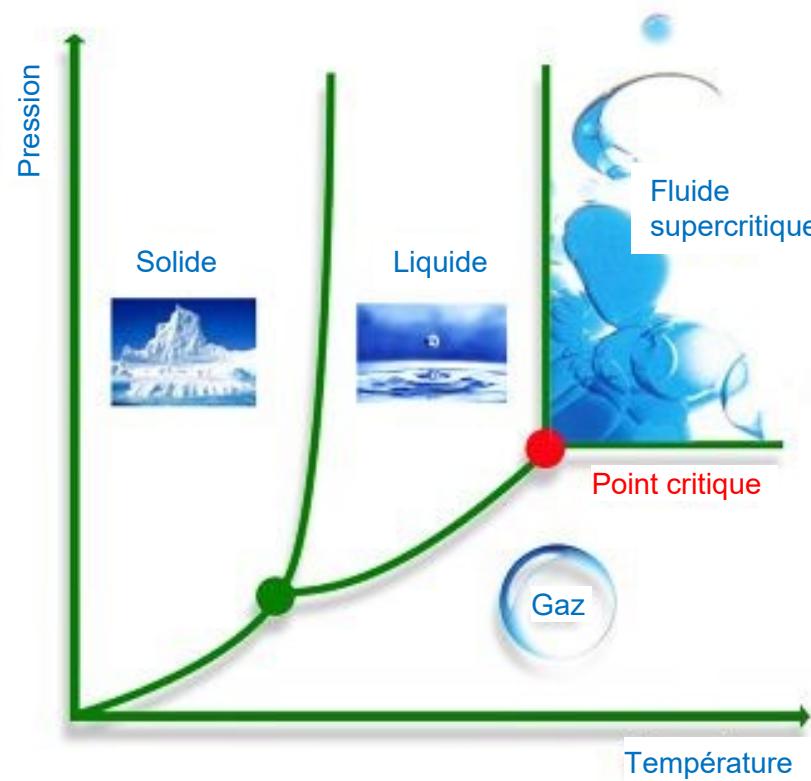
Module 4.5.3

4.5 Le séchage des solides

4.5.3 Le séchage supercritique

Module 4.5.3: Etat supercritique

Un fluide est dans un état supercritique lorsque sa pression et sa température sont supérieures à ses valeurs critiques respectives (P_c , T_c)



Module 4.5.3: Quelques fluides supercritiques

Valeurs du point critique de quelques solvants (P_c , T_c)

Solvant	T_c °C	P_c bar
Eau	374	218
CO ₂	31	74
Propane	97	42
Éthane	32	48
Butane	152	38
Acétone	235	47
Éthanol	243	63
Pyridine	347	55

Module 4.5.3: Propriétés des fluides supercritiques (1)

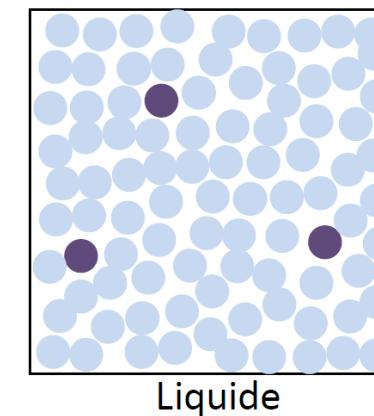
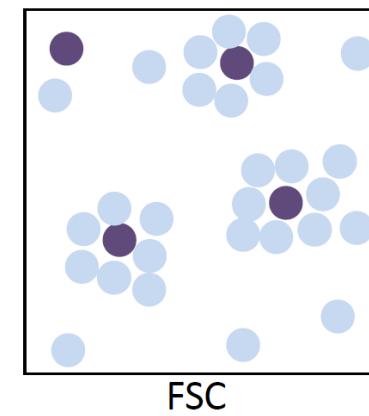
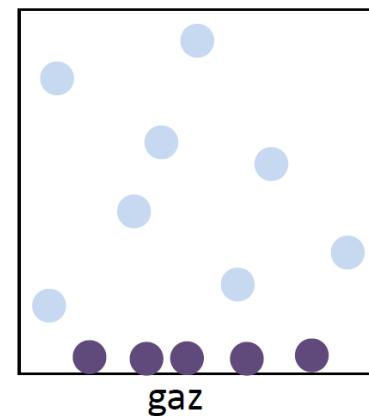
Juste sous le point critique, on trouve

- Une phase gaz très dense (car la P est élevée)
- Une phase liquide très expansée (car T est élevée)

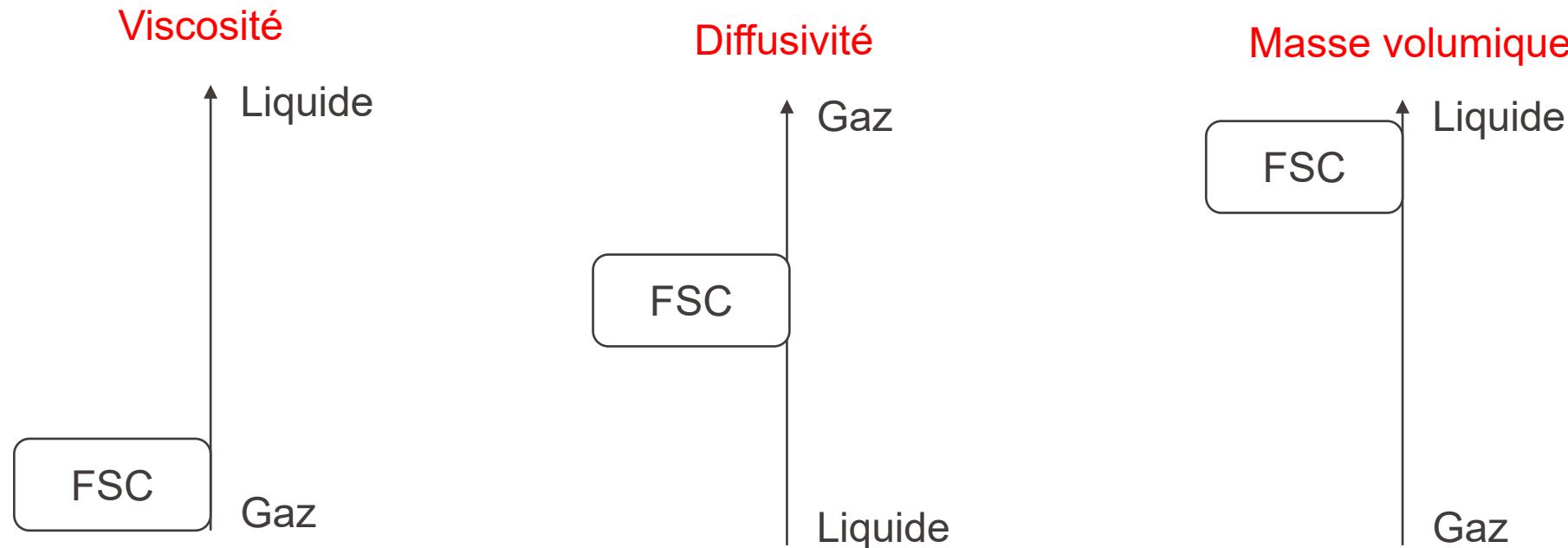
Au point critique, ces deux phases ne sont plus distinguables → état supercritique

A l'état supercritique:

- Les molécules s'associent en agrégats fugaces et très mobiles
- La densité macroscopique est proche de celle d'un liquide (quelques centaines de kg/m^3) → pouvoir solvant vis-à-vis de molécules



Module 4.5.3: Propriétés des fluides supercritiques (2)



	Gaz	FSC	Liquide
Masse volumique kg m ⁻³	1	700	1000
Viscosité Pa s	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}
Diffusivité m ² s	10^{-4}	10^{-7}	10^{-9}

- Les FSC ont une très faible tension superficielle (théoriquement nulle au point supercritique).
- Le coefficient de transfert de chaleur est très grand proche du point critique.
- Les FSC ont des propriétés de transport très favorables pour leur utilisation dans les procédés de transformation de la matière et/ou de séparation.
- Le pouvoir solvant d'un FSC dépend exponentiellement de sa masse volumique.
- La masse volumique d'un FSC dépend de la température et de la pression.
- On peut passer facilement d'une phase de solvatation (extraction, nettoyage) à une phase de récupération (précipitation des produits extraits) → sélectivité d'extraction
- Inconvénients : haute T et P

Module 4.5.3: Utilisation de fluides supercritiques

H_2O

- Température critique élevée ($374^{\circ}C$)
- «agressivité»



Utilisations limitées, alliages spéciaux

Hydrocarbures légers (éthane, propane, etc.)

- Coordonnées critiques intéressantes
- Faible toxicité
- Inflammabilité



Utilisations limitées

CO_2

- Beaucoup d'avantages
- Peu d'inconvénients



Beaucoup d'applications

Module 4.5.3: Utilisation du CO₂ (1)

- Élaboration de solides divisés
 - CO₂ supercritique comme solvant: micronisation de composés variés (caféine, cholestérol, β-carotène, lécithine, aspirine, divers polymères, huiles)
- Élaboration de solides poreux ou fragile
 - Séchage très contrôlé grâce à l'abaissement des tensions superficielles
- Réactions chimiques
 - Avantage d'un solvant propre et relativement inerte

scCO₂ comme solvant:

- Utilisé comme un solvant apolaire pour remplacer des produits chimiques beaucoup moins inoffensifs (ex. : chloroforme, trichloréthylène, perchloroéthylène,...).
- Forte variation du pouvoir solvant du CO₂ en fonction des conditions opératoires (T et p), ce qui permet de solubiliser de nombreuses molécules hydrophobes suivant leur nature chimique.
- A température constante, une augmentation de la pression entraîne une augmentation de la masse volumique et donc une augmentation de son pouvoir solvant.
- Peut être utilisé pour la formation de nanoparticules organiques propres et de taille contrôlée.

Module 4.5.3: Utilisation du CO₂ (3)



Machine industrielle au scCO₂ à laver le linge, <https://czero-solutions.com>



Machine domestique au scCO₂ à laver le linge,
<https://lobaostudio.com>

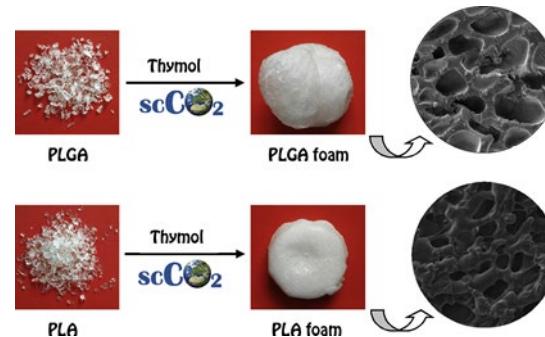
Équipement monobloc
avec 1 autoclave et
l'Unité Technique



Installation dans l'atelier
de production

Machine de dégraissage de pièces
mécaniques V=83 L au scCO₂,
<https://www.qarboon.com/>

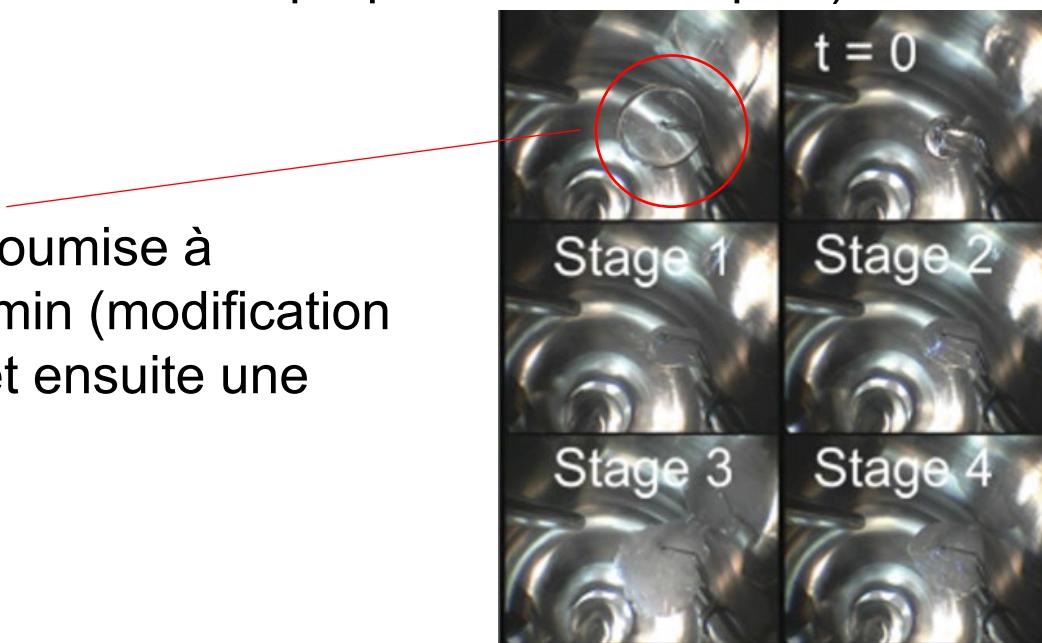
Module 4.5.3: Utilisation du CO₂ (4)



scCO₂ comme solvant:

- Certains matériaux peuvent parfois être incompatibles avec le scCO₂. C'est le cas par exemple de certains polymères dans lesquels le CO₂ se diffuse et reste piégé. Lors du retour à pression atmosphérique, le CO₂ passe à l'état gazeux et fait alors bulle le polymère (déformation géométrique et modification des propriétés mécaniques).

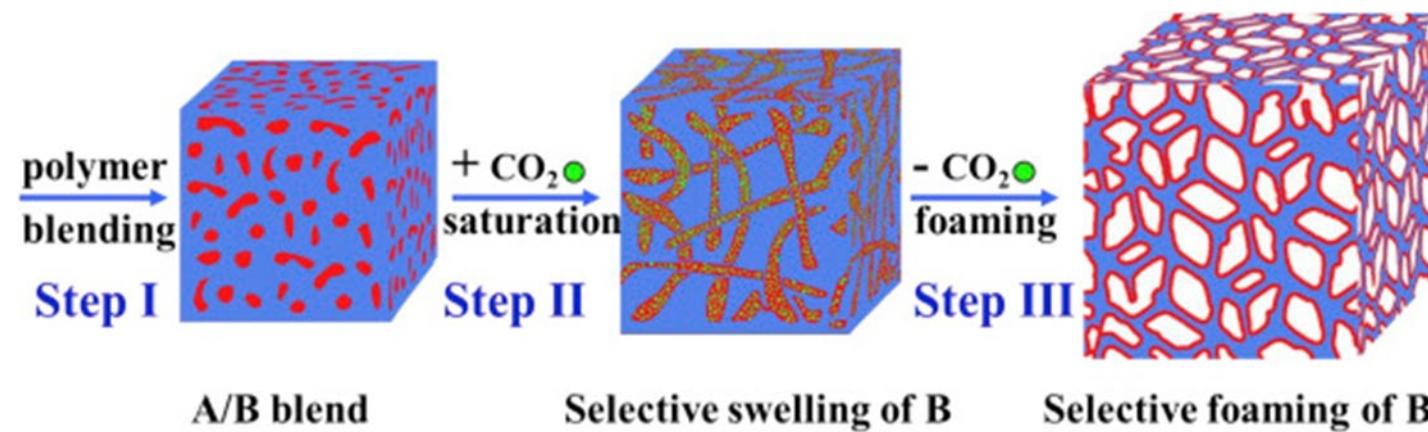
Exemple d'une pastille de PMMA soumise à l'exposition de scCO₂ pendant 60 min (modification interne de la structure, stage 1-3) et ensuite une dépressurisation (stage 4).



Module 4.5.3: Utilisation du CO₂ (5)

scCO₂ agent moussant des polymères:

- L'incompatibilité précédente est parfois utilisée pour faire « mousser » les polymères ou alliages de polymères. (PUR, PS, PE, PP, PMMA, Pimides, PVDF, PTFE, PEEK, caoutchouc, élastomères, perfluorés, ...)



Joseph A. Sarver, Erdogan Kiran, Foaming of polymers with carbon dioxide – The year-in-review – 2019, The Journal of Supercritical Fluids, Volume 173, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2021.105166>

Module 4.5.3: Utilisation du CO₂ (6)

scCO₂ comme agent de séparation/extraction:

- Il permet de mettre en œuvre des procédés sans séchage, aboutissant à des produits exempts de tout résidu d'extraction, les lubrifiants ou extraits solubilisés dans la phase supercritique ayant été préalablement séparés et récupérés sous forme liquide.
- Grâce à ces propriétés, le scCO₂ pénètre au cœur du matériau pour en extraire les composés d'intérêt.
- Extraction d'huile aromatiques, décaféination du café, extraction d'arômes ou de fragrances, ...

Module 4.5.3: Utilisation du CO₂ (7)

Séchage d'un solide poreux / fragile en milieu supercritique

- Séchage dans les conditions supercritiques du solvant
 - Solide humide inséré dans un autoclave
 - Augmentation de la température et de la pression pour atteindre les conditions supercritiques du solvant
 - Dépressurisation et passage de l'état FSC à gaz
- Séchage dans les conditions supercritiques du CO₂
 - Solide humide inséré dans un autoclave
 - Augmentation de la pression pour atteindre les conditions supercritiques du CO₂
 - Lavage au CO₂ supercritique
 - Dépressurisation et passage de l'état FSC à gaz

Module 4.5.3: Technologie



Module 4.5.3 : Considérations de sécurité

Si les opérations mettent en œuvre des solvants inflammables ou dangereux pour la santé il convient particulièrement de:

- Mettre à la terre les installations
- Ventiler les équipements
- Travail en zone ATEX si nécessaire ($PE < 30^\circ\text{C}$)
- Connaitre les limites d'explosivités des solvants utilisés et leur point éclair
- Inerter les installations
- Vérifier les équipements sous pressions
- Contrôler les disques ou soupapes de rupture
- Former les personnes aux équipements
- Maintenance préventive
- Inspection des installations et de leur connections
- Installer un détecteur de manque d'oxygène si cela s'avère nécessaire en cas de fuite du FSC