

The background of the slide is a close-up photograph of a mixing process. A central vertical shaft is surrounded by a swirling blue liquid in a white container, creating a vortex effect. A red rectangular box is overlaid on the right side of the image.

# MODULE 4:

Les procédés  
faisant intervenir  
le transfert de  
masse

## 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**

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 ( $PE < 30^{\circ}\text{C}$ )
- Connaître les limites d'explosivités des solvants utilisés et leur point éclair
- Inerter 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

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  $\text{CO}_2$  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).

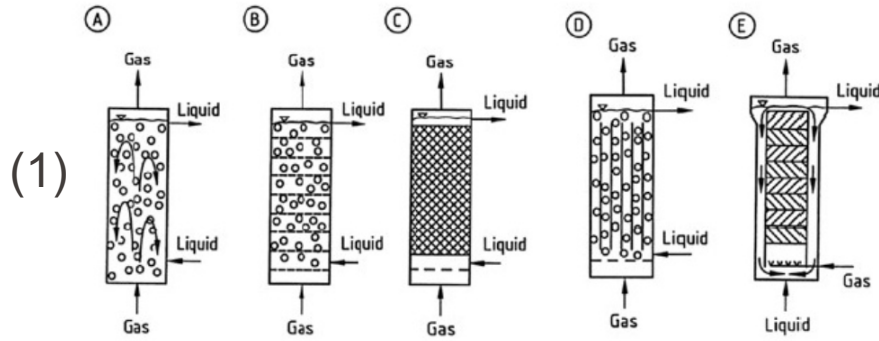
L'absorbeur devra être choisi soit en fonction de ses performances du point de vue transfert de matière, soit en fonction du volume de liquide mis en jeu. Ils ont des formes très diverses :

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

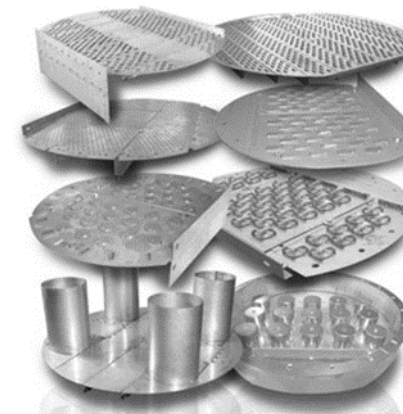
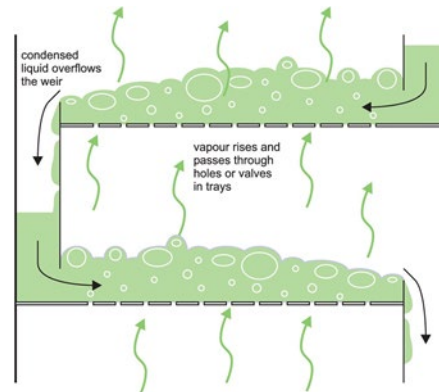
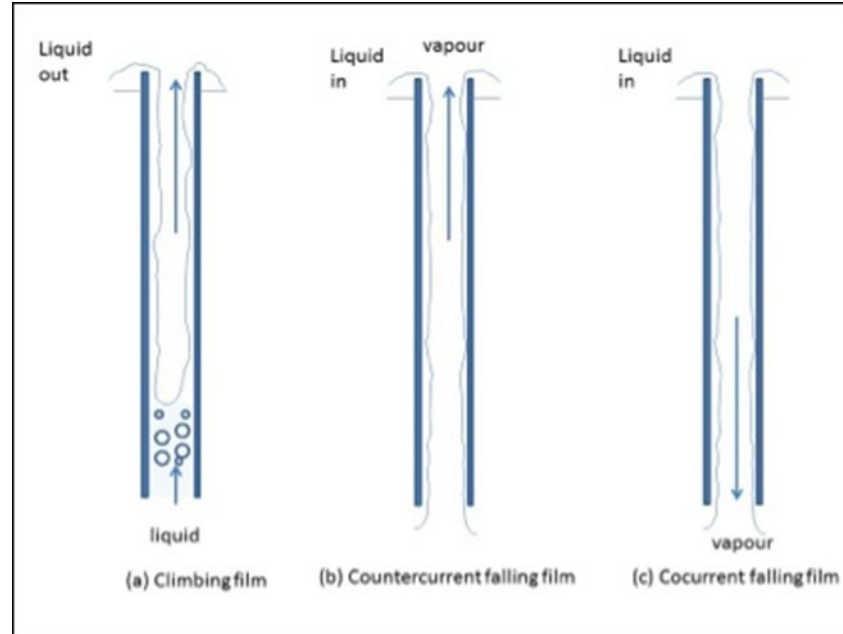


# Module 4.1: Types d'absorbeurs (2)

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



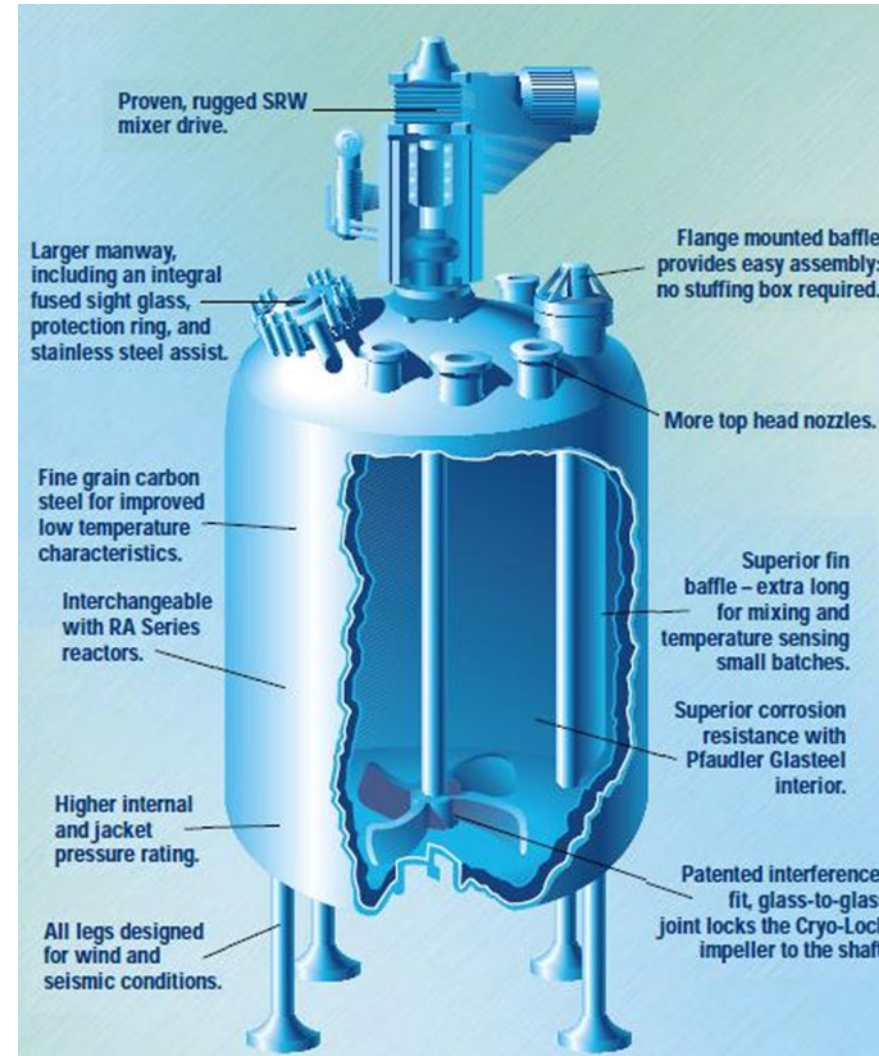
- a) Colonne simple à bulles
- b) Colonne à plateaux en cascade
- c) Colonne remplie
- d) Colonne multitubulaire
- e) Colonne avec mélangeurs statiques



(4)

# Module 4.1: Types d'absorbeurs (3)

## Réacteurs type cuve agitée





# Module 4.1: Types de brasseurs

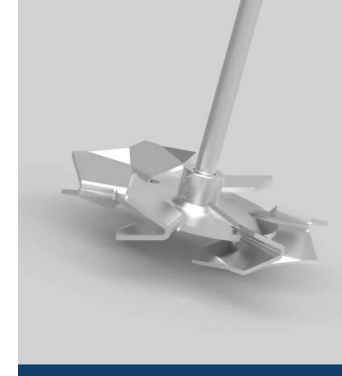
Quelques brasseurs typiques pour la dispersion de gaz



Turbine Rushton



Ekato Phasejet



EKATO

Advanced Process Solutions

Durée 1'55"



Ekato Wingjet



EKATO

Advanced Process Solutions

Durée 1'49"

EKATO

Side Entry Agitators  
for Gas Absorbers

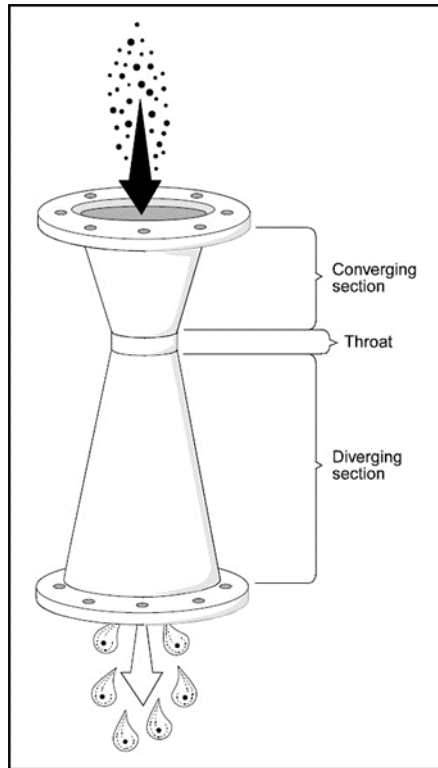
Advanced Process Solutions

Durée 4'12"

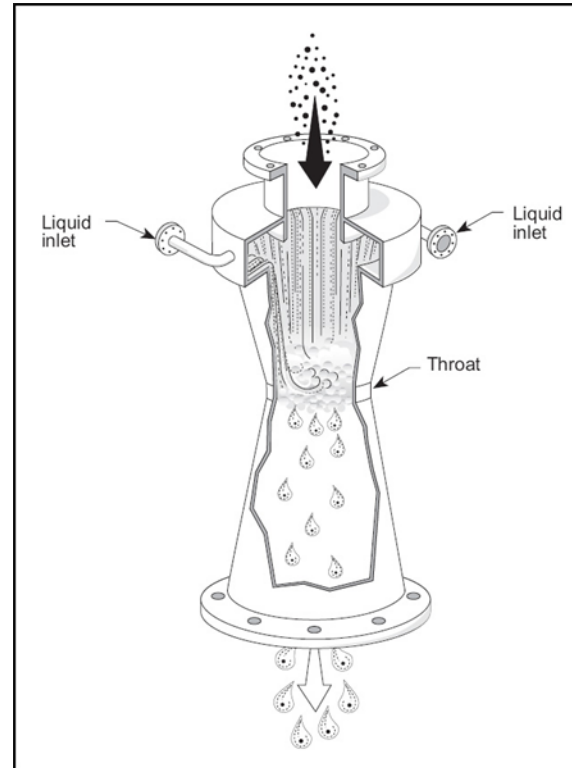
Ekato Gasjet

# Module 4.1: Types d'absorbeurs (4)

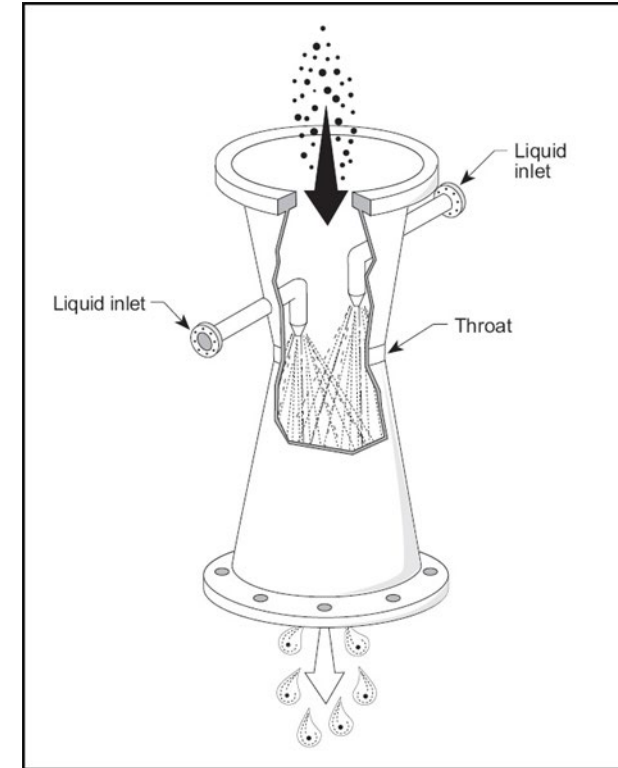
Réacteurs de type jets ou venturis



Type venturi simple



Venturi humide supérieur



Venturi humide à la gorge

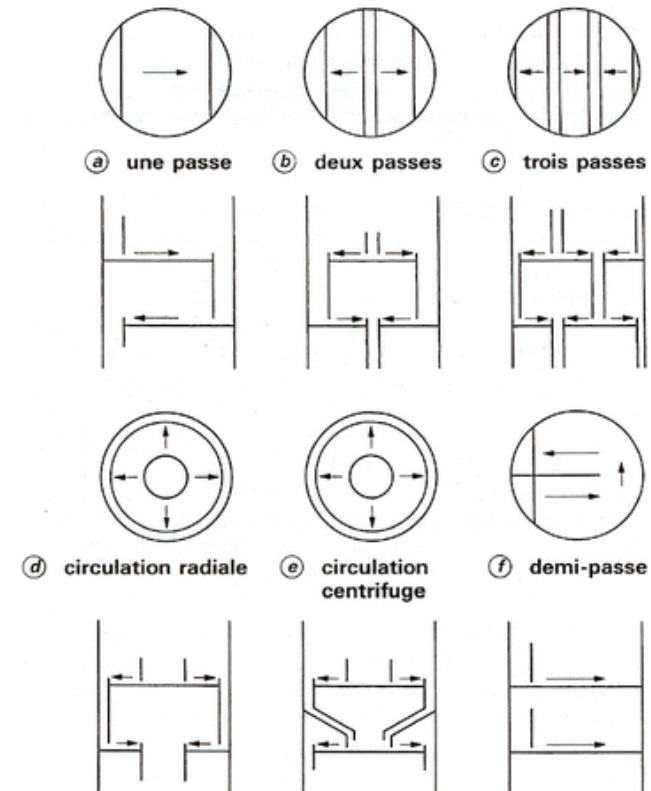
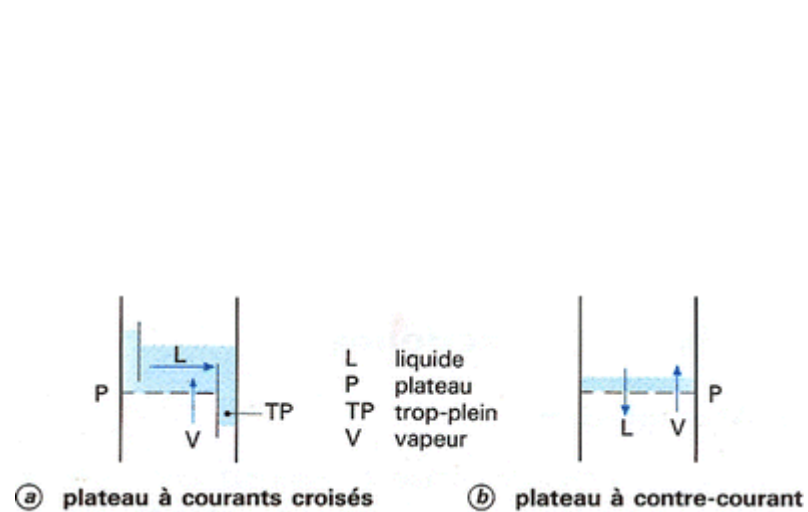


## Module 4.2

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

## 4.2 La distillation

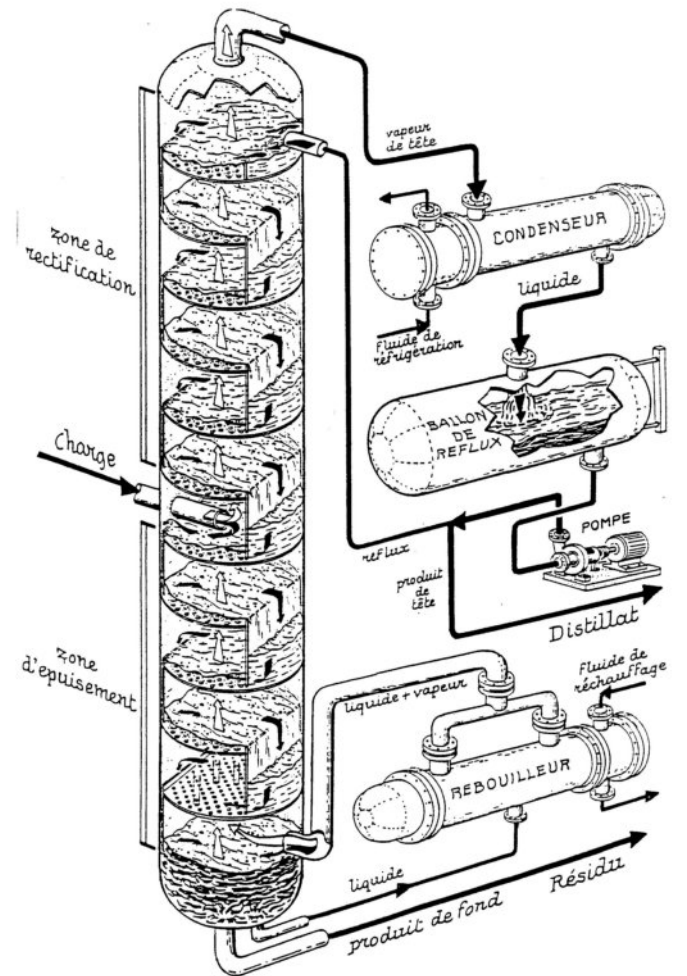
## A) Colonnes à plateaux



# Module 4.2: Types de colonnes de distillation (2)

## A) Colonnes à plateaux

Vue 3d des écoulements dans une colonne



### Distillation Column

Mentor: Prof. M. D. Atrey  
Developer & Animator: Sneha Deorukhkar  
Project OSCAR (Open Source Courseware Animations Repository)

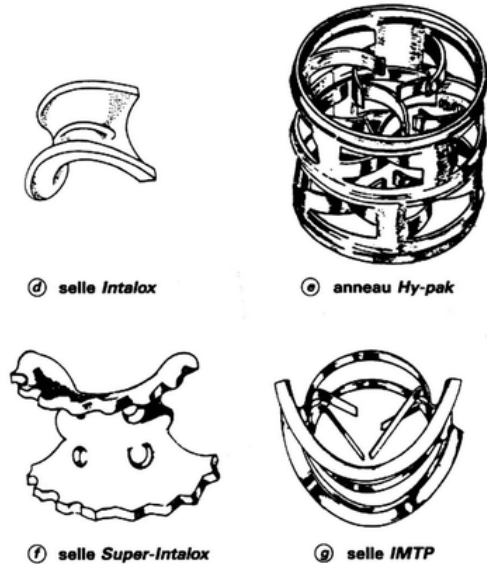
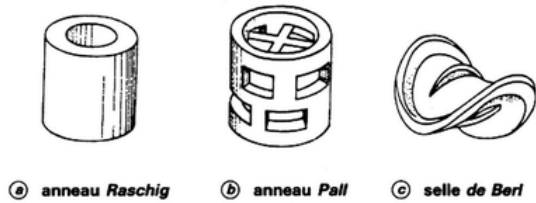
Durée 2'41''





# Module 4.2: Types de colonnes de distillation (3)

## B) Colonnes à garnissage



Garnissage en vrac



Sulzer Mellapak



Sulzer BX

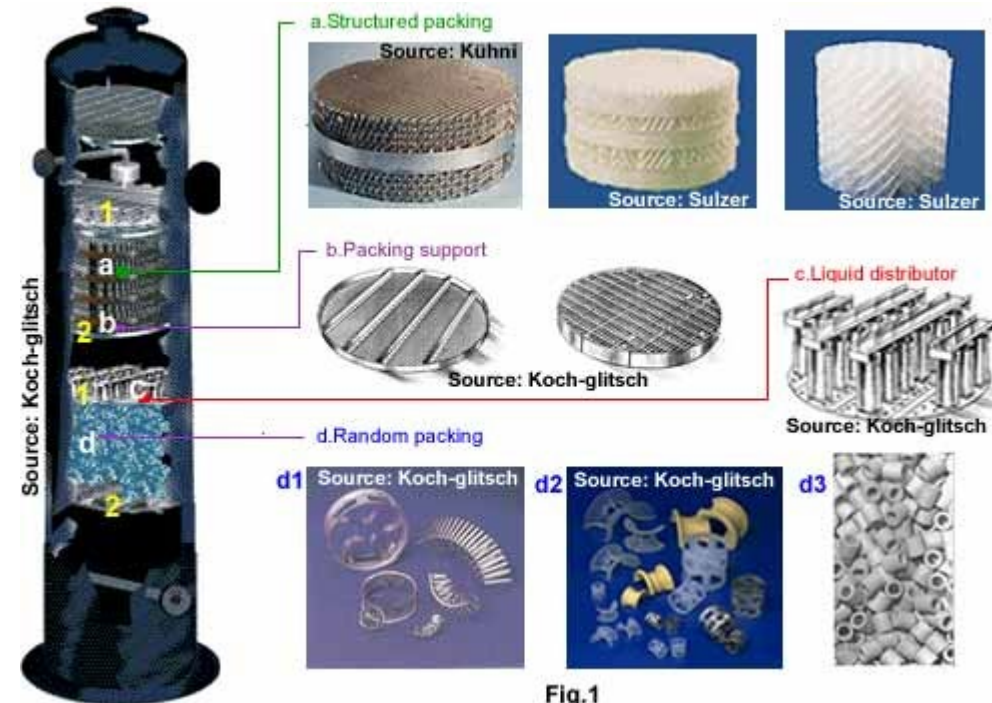
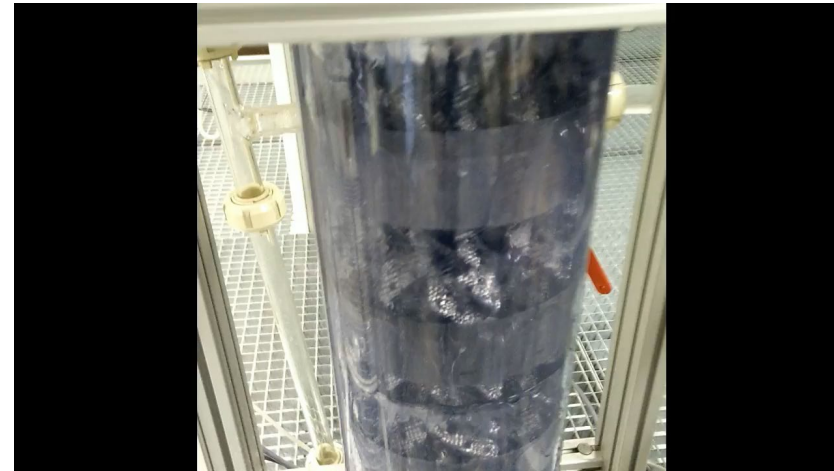
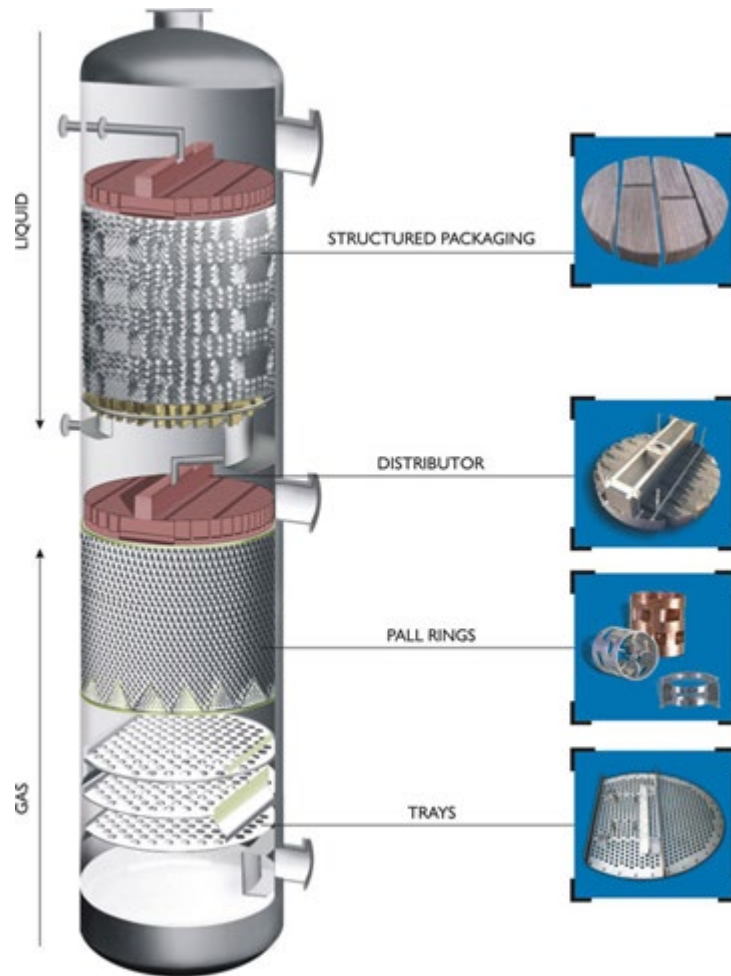


Fig.1

Garnissage structuré

## B) Colonnes à garnissage



Durée 32''

## 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 **différentiels**, 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
Pulsation	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	
RDC <i>Rotating Disc Contactor</i> ARD <i>Asymetric Rotating Disc</i>		



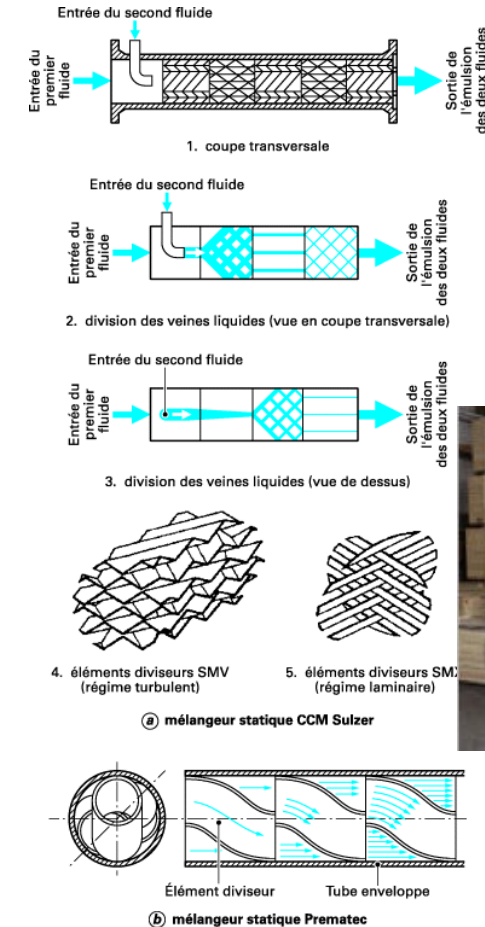
## A) Les contacteurs à étages individualisés

### a) Mélangeurs-décanteurs



Mélangeurs à agitation mécanique

Sulzer SMV

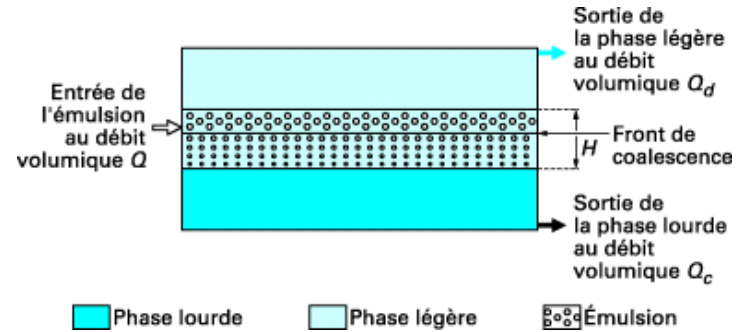


Mélangeurs statiques

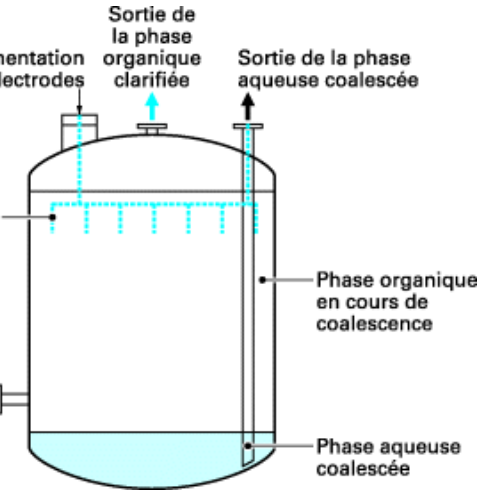
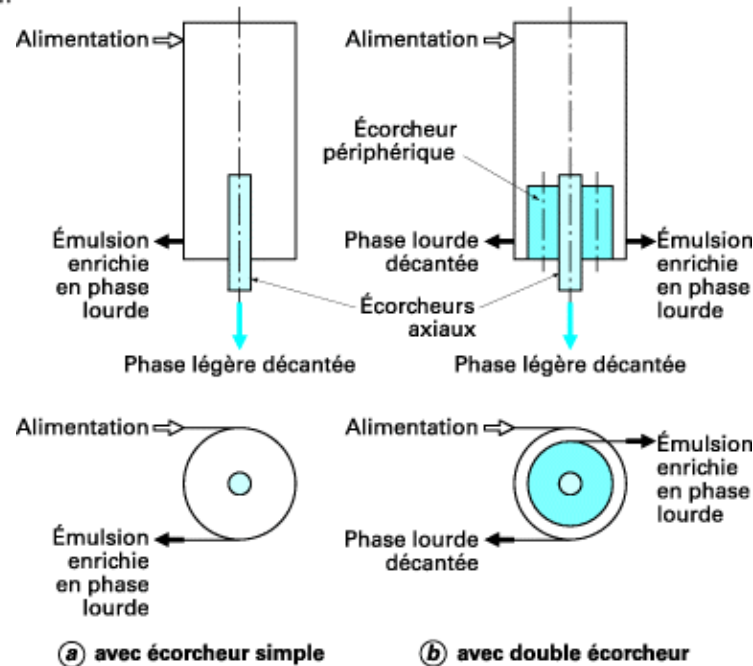
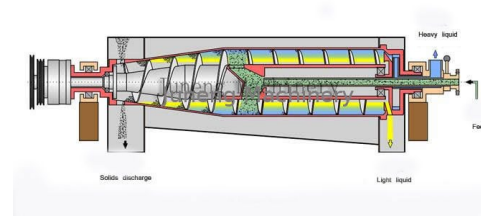
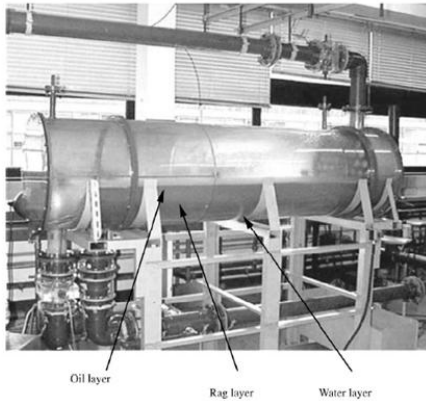
# Module 4.3: L'extraction (4)

A) Les contacteurs à étages individualisés

b) Décanteurs



Décanteurs gravitaires



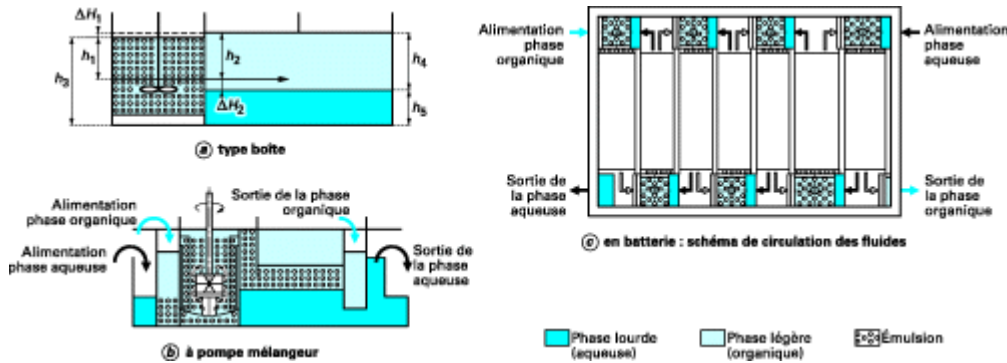
Coalesceur électrostatique

Décanteurs centrifuges

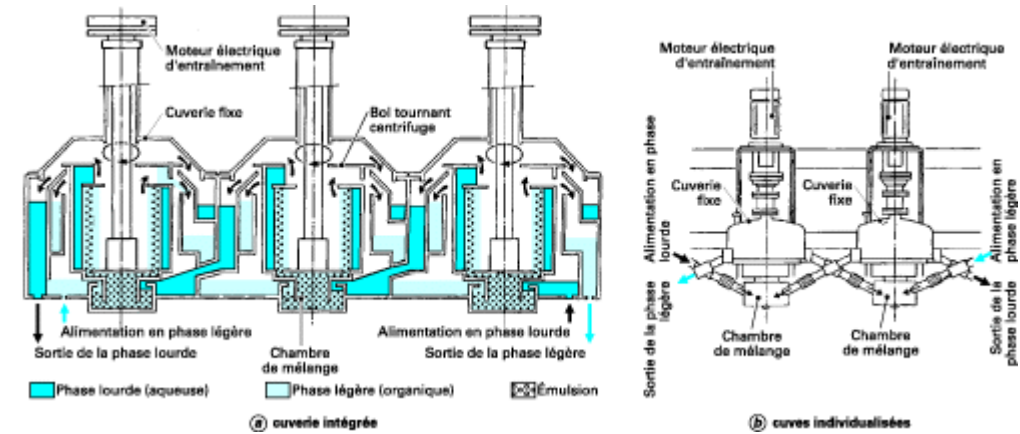
# Module 4.3: L'extraction (5)

A) Les contacteurs à étages individualisés

c) Mélangeurs-décanteurs industriels



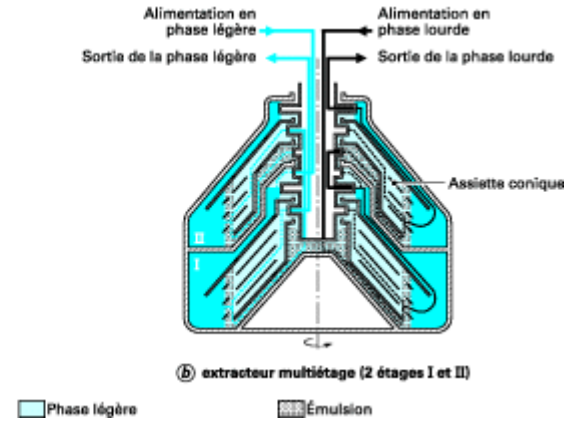
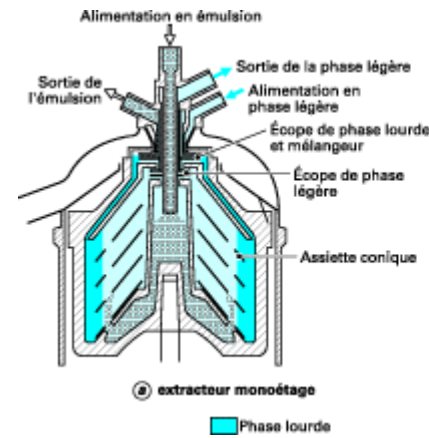
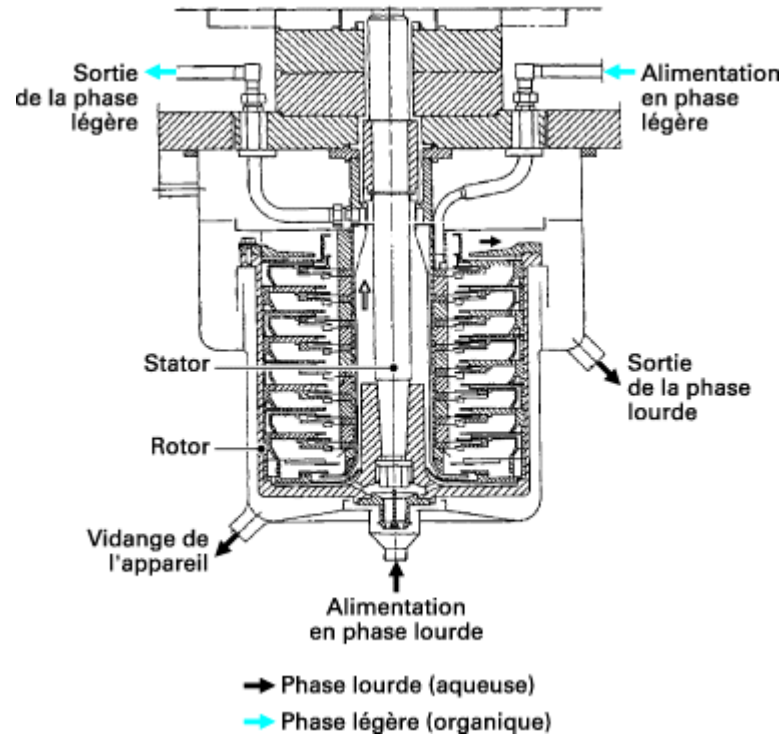
mélangeurs-décanteurs type pump-mix



Batterie d'extracteurs centrifuges (type Savannah River)

# Module 4.3: L'extraction (6)

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



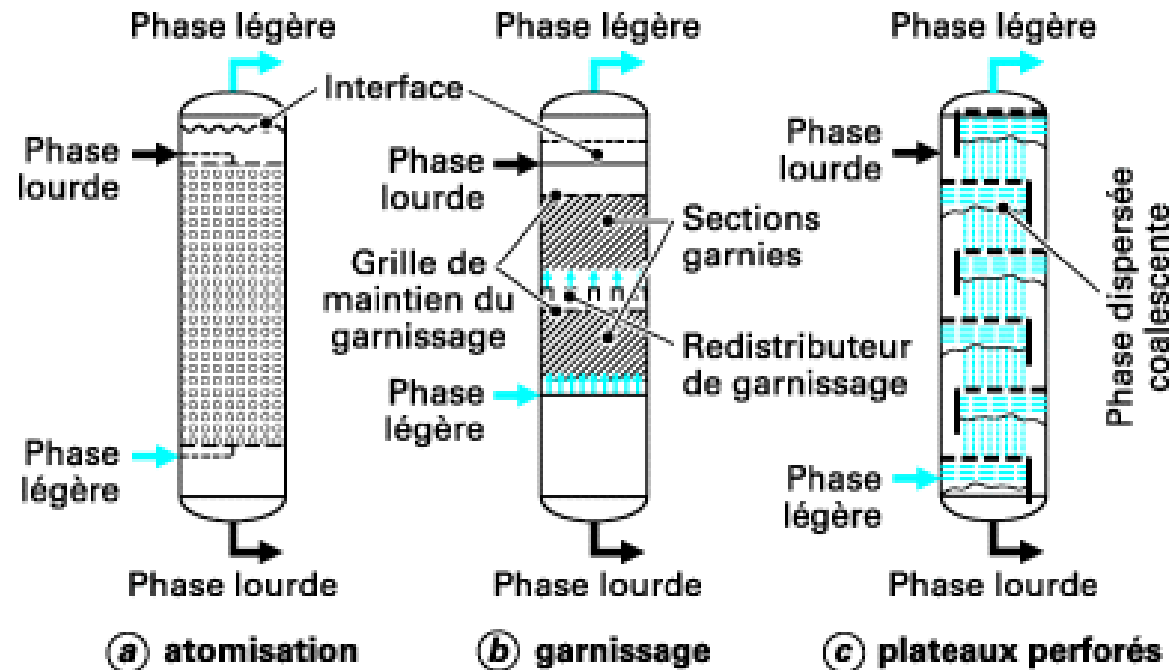
Extracteurs centrifuge conique Luwesta de Westfalia

Extracteur centrifuge multiétages (type Robatel)

# Module 4.3: L'extraction (7)

## B) Les contacteurs différentiels

### a) Colonnes gravitaires



Colonnes à pulvérisation (ou atomisation)

Colonnes à garnissage

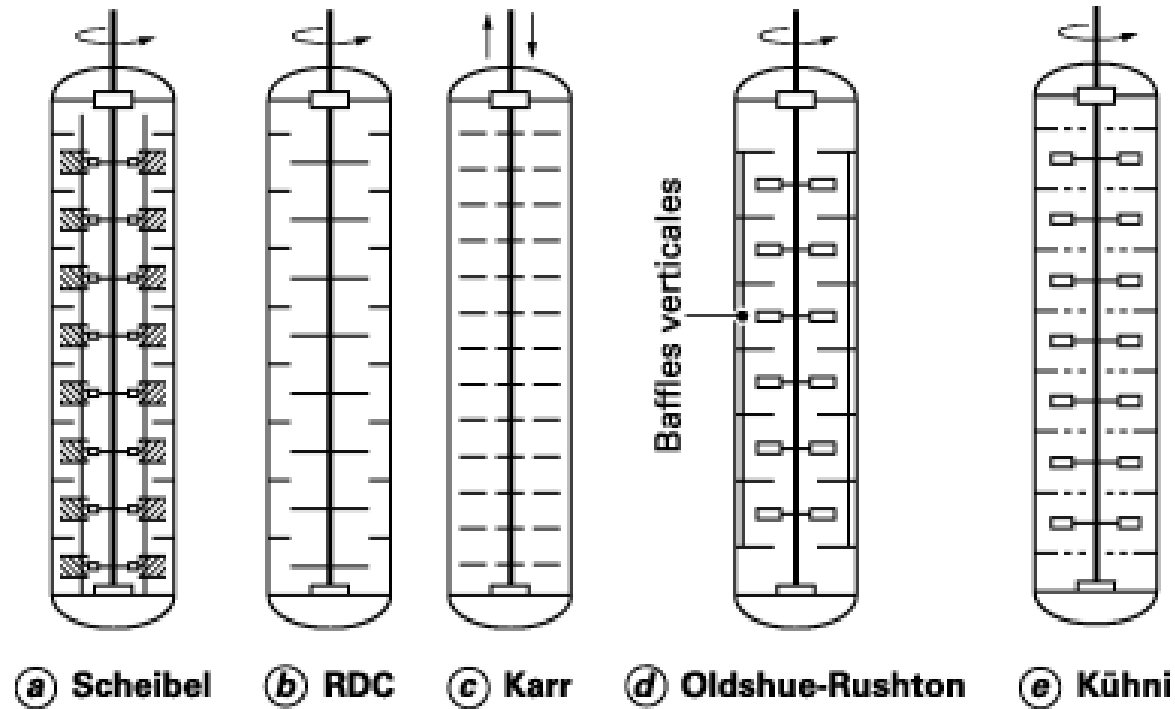
Colonnes à plateaux perforés

Colonnes à garnissages structurés



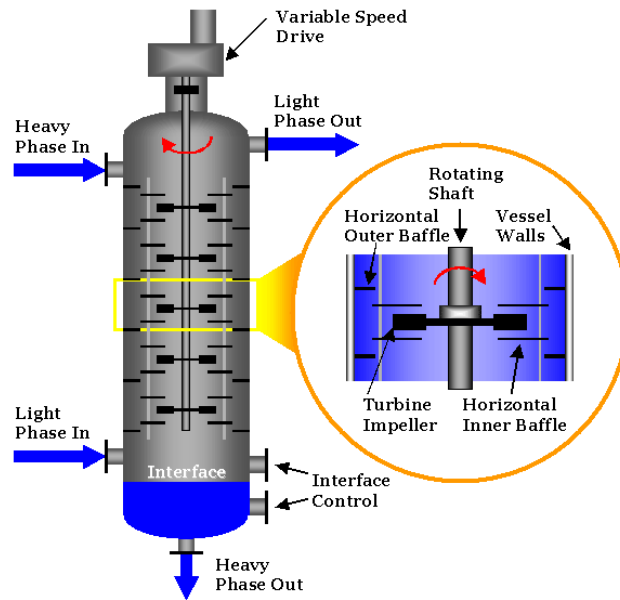
## B) Les contacteurs différentiels

### b) Appareils à agitation mécanique



## B) Les contacteurs différentiels

### b) Appareils à agitation mécanique



Colonne Scheibel

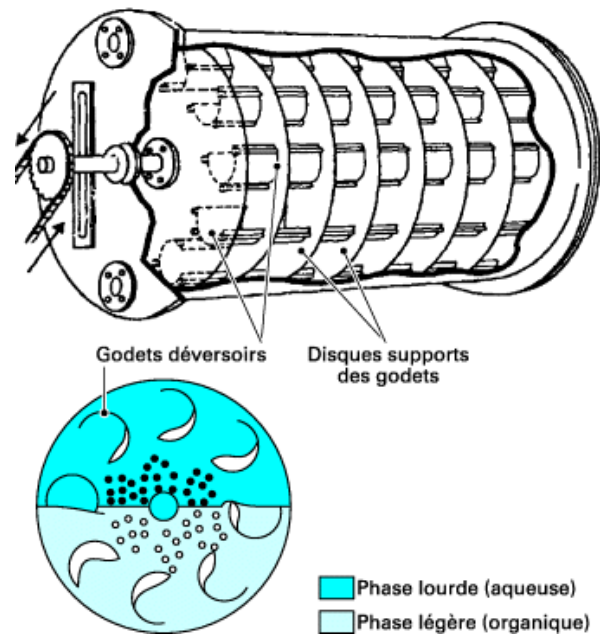
RDC colonne à disque rotatif



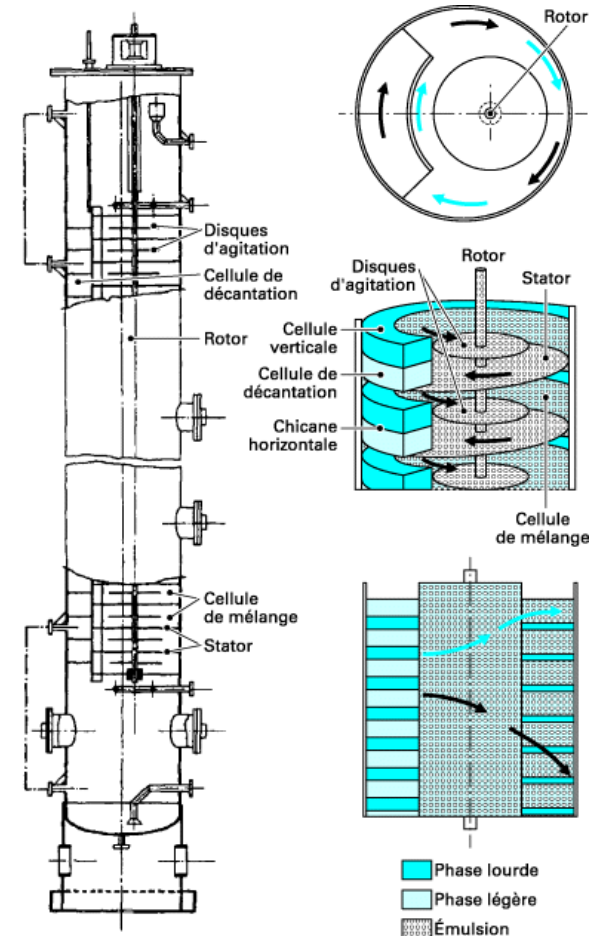
Durée 21''

## B) Les contacteurs différentiels

### b) Appareils à agitation mécanique



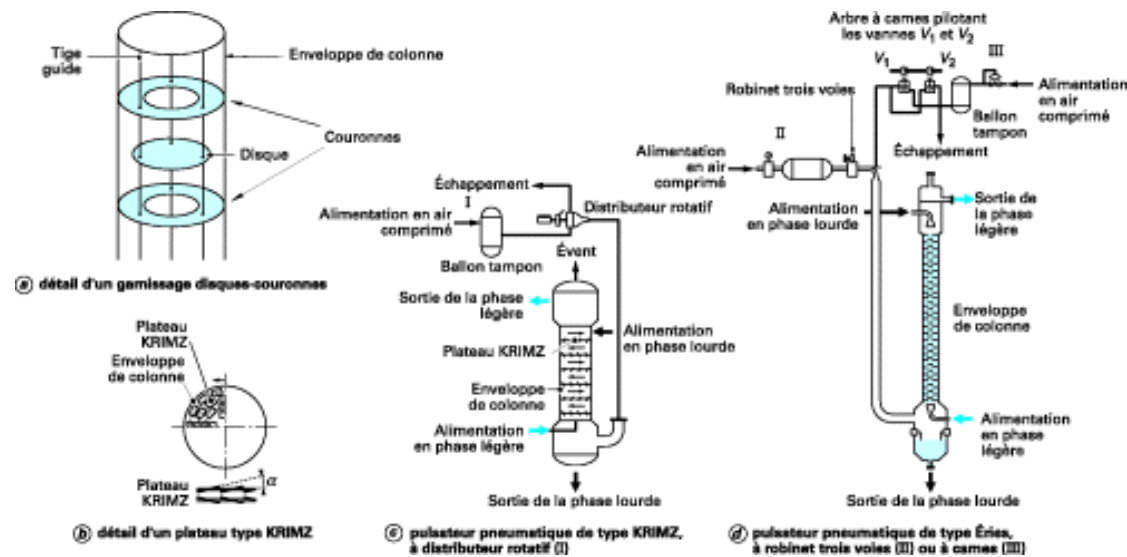
Contacteur Graesser



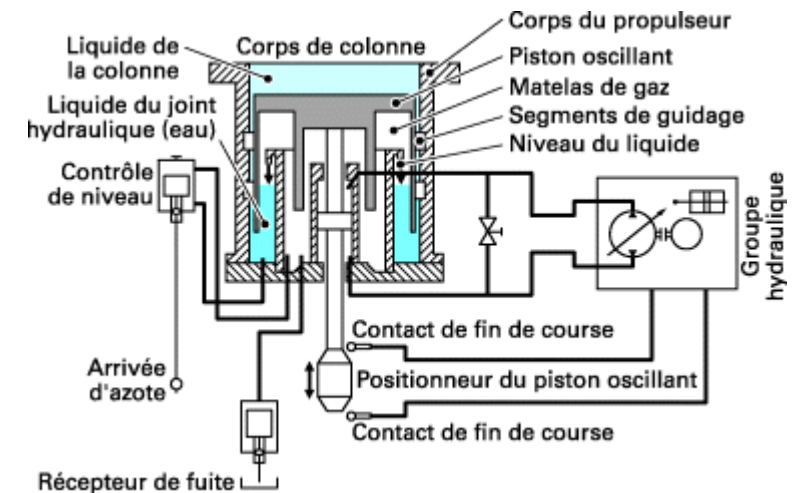
Colonne asymétrique Luwa

## B) Les contacteurs différentiels

### b) Appareils à agitation mécanique



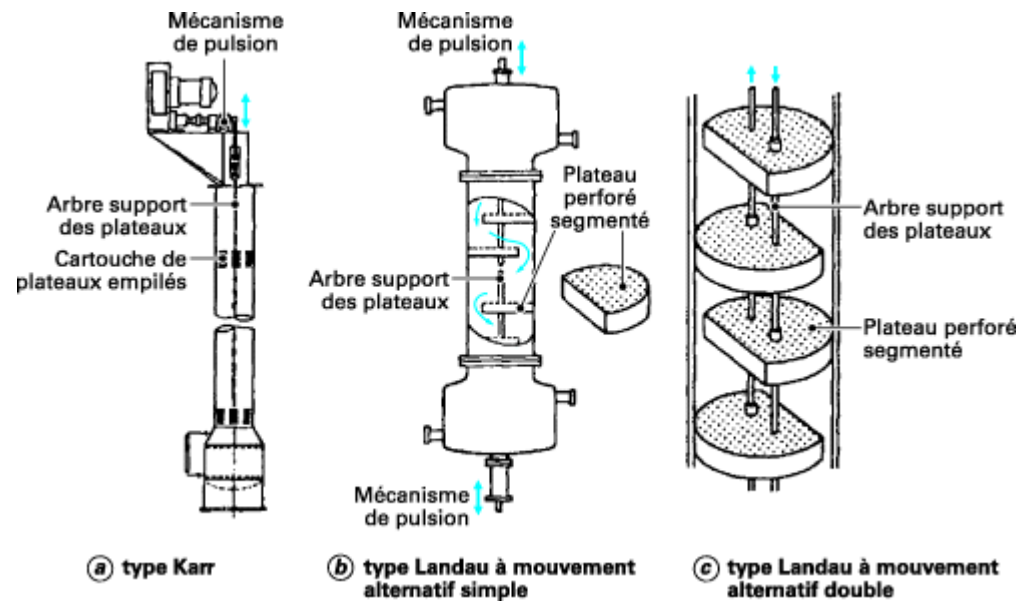
Colonnes pulsées à plateaux perforés



Détail du pulsateur

## B) Les contacteurs différentiels

### b) Appareils à agitation mécanique

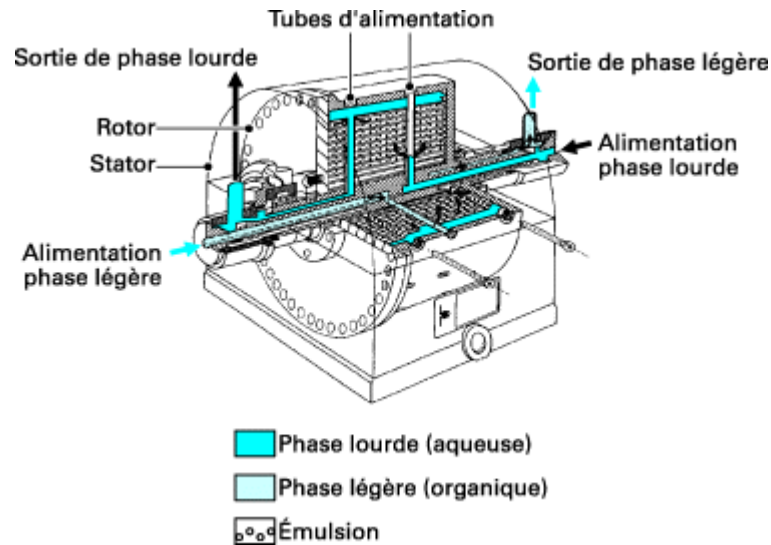


Colonnes à plateaux pulsés

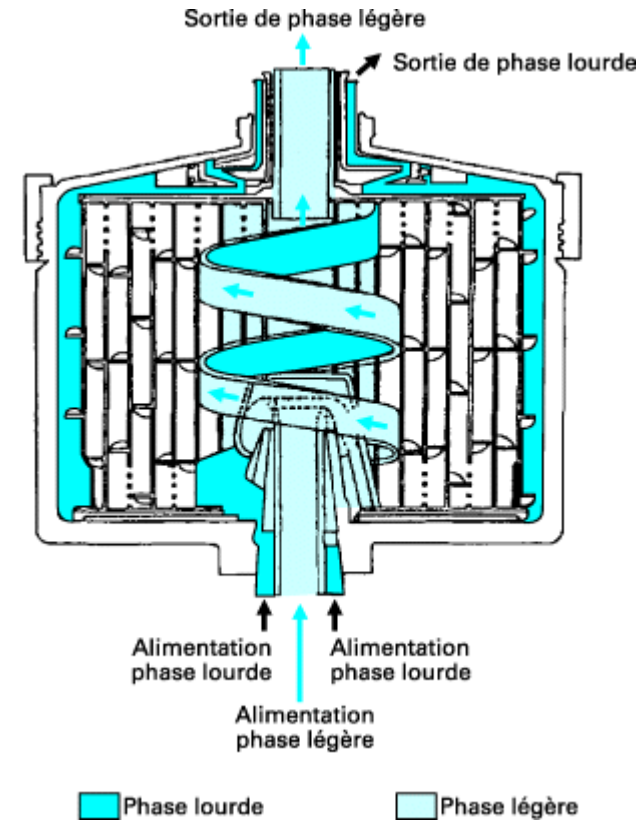


B) Les contacteurs différentiels

c) Appareils centrifuges

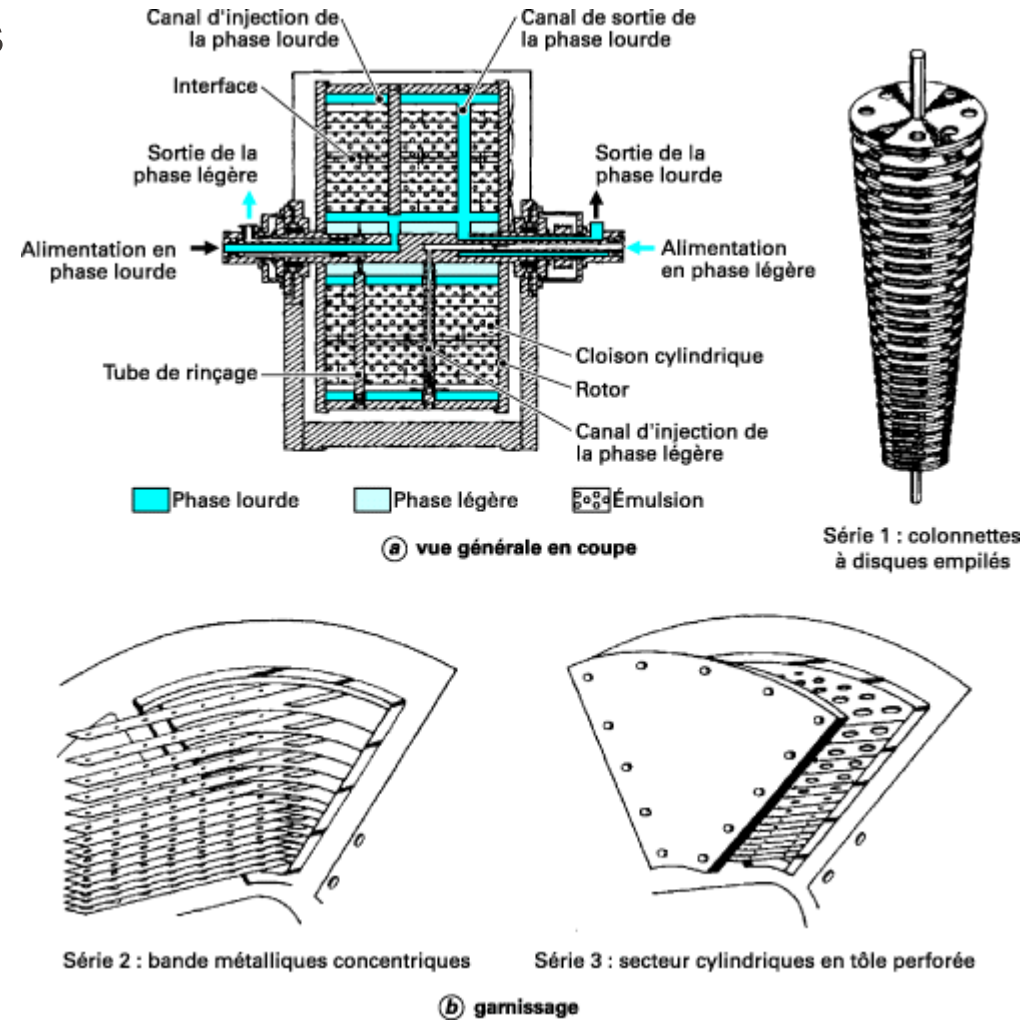


Contacteur Podbielniak



Appareil centrifuge différentiel Alfa-Laval

- B) Les contacteurs différentiels  
c) Appareils centrifuges



Contacteur centrifuge Quadronic

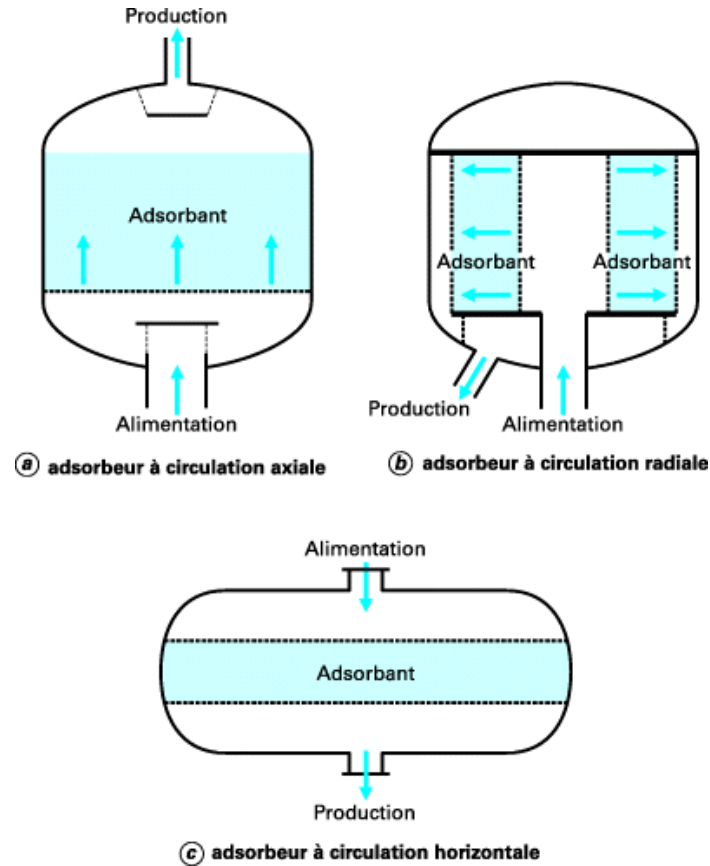
# Module 4.4

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

## A) Les adsorbours fixes

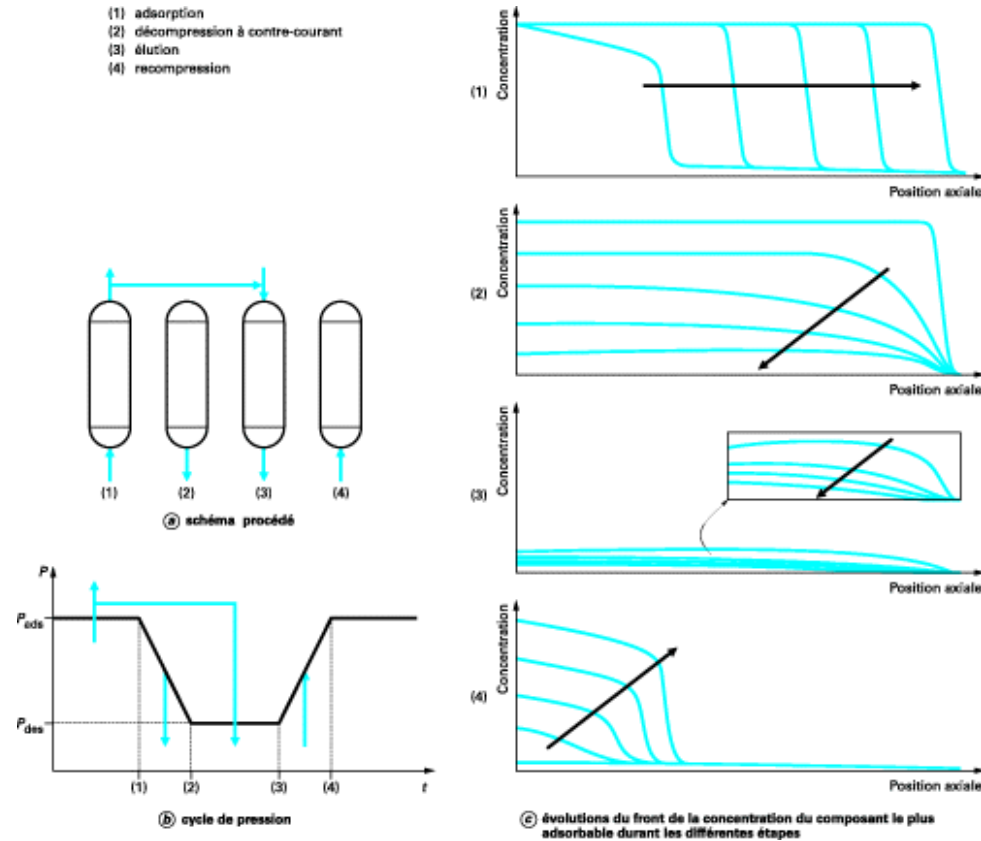


Critères d'évaluation des qualités d'un adsorbant:

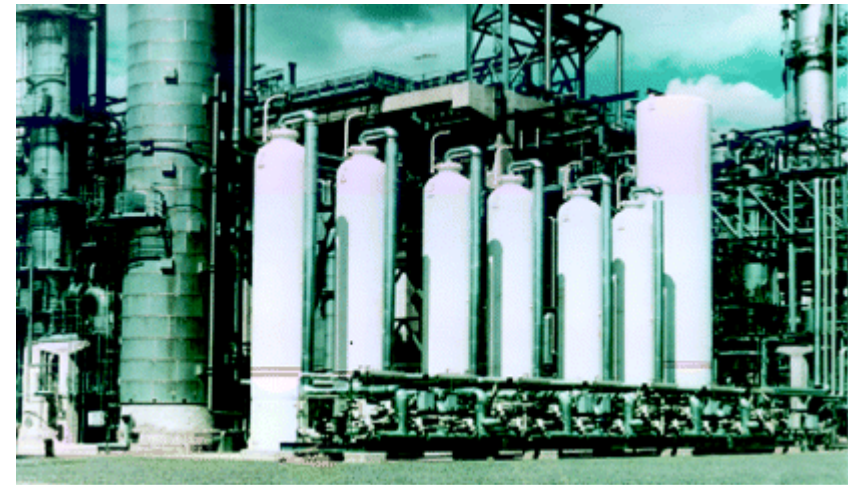
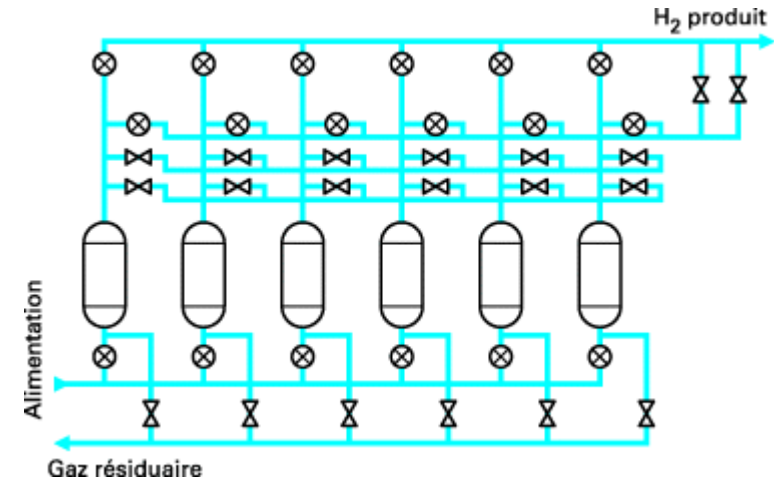
- Capacité
- Sélectivité
- Régénérabilité
- Cinétiques
- Résistance mécanique, chimique et thermique
- Coûts de fabrication

# 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 Nm<sup>3</sup>/h) à Anvers, Belgique



# Module 4.4: L'adsorption (3)

## C) L'adsorption modulée en température (TSA)

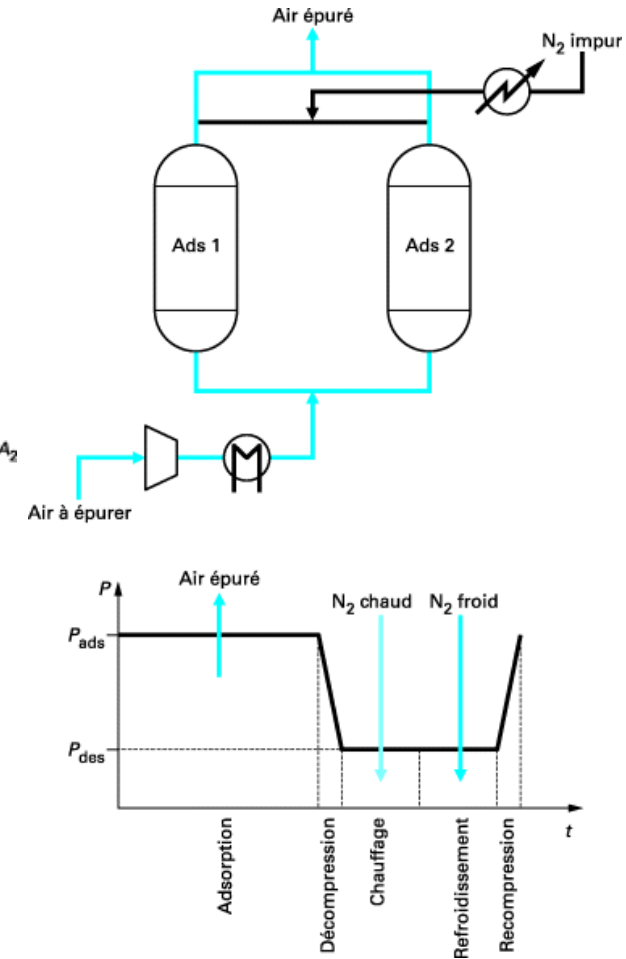
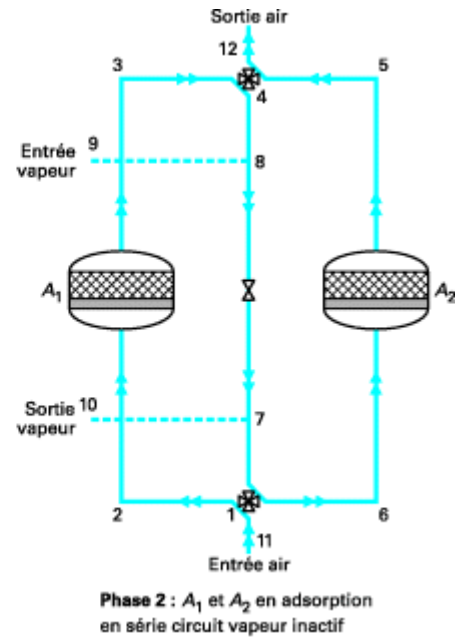
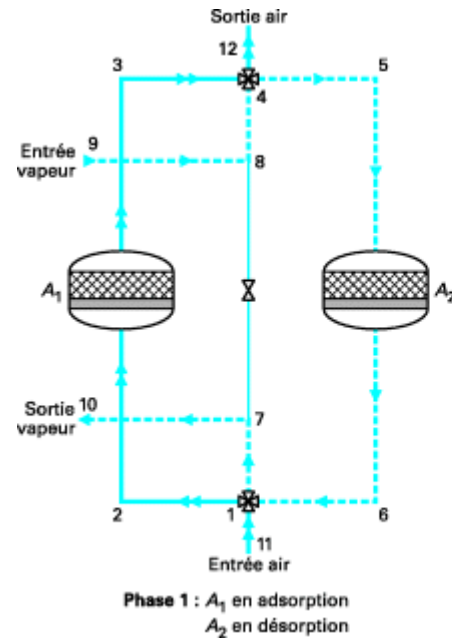
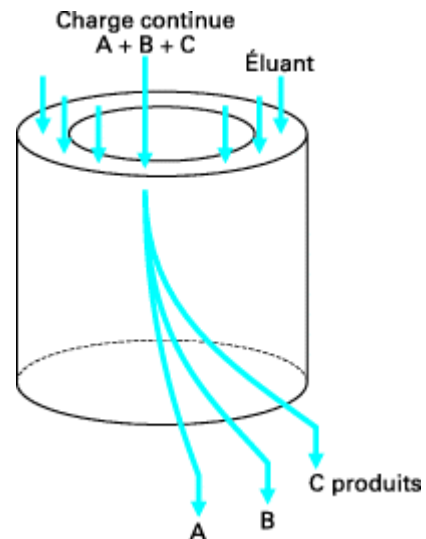


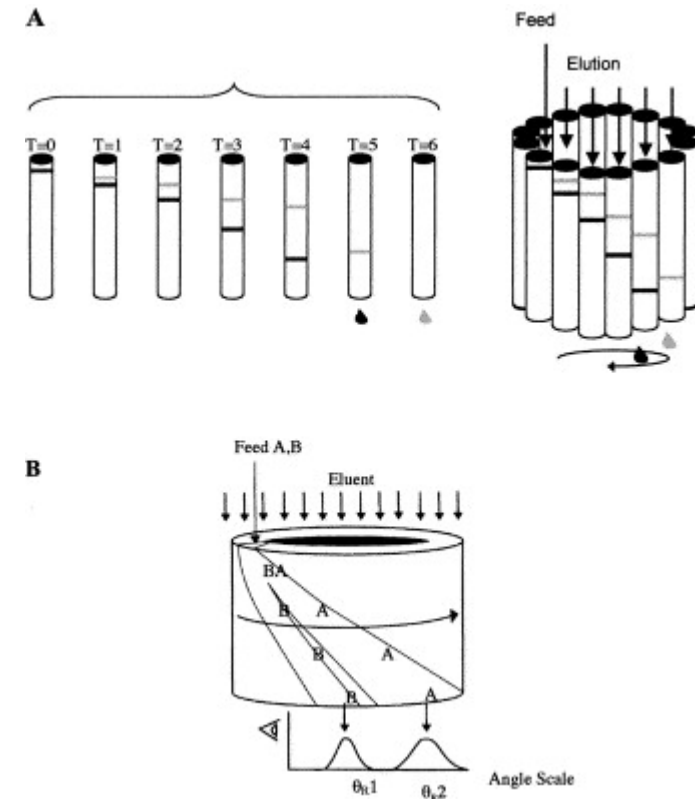
Schéma et cycle d'un procédé TSA pour l'épuration de l'air

## D) La chromatographie

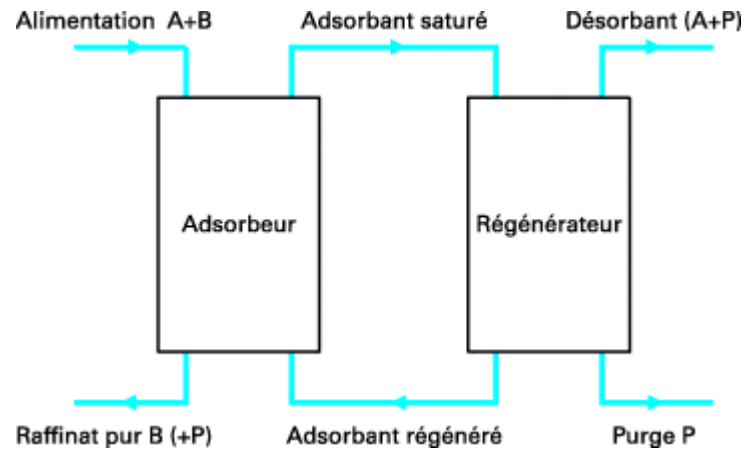
Colonne annulaire tournante (CAC): On alimente à un endroit défini dans l'espace annulaire rempli d'adsorbant, alors que l'éluant est introduit sur tout le pourtour de la colonne qui tourne à une vitesse bien choisie pour permettre la séparation. On soutire les produits séparés dans les différentes fractions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



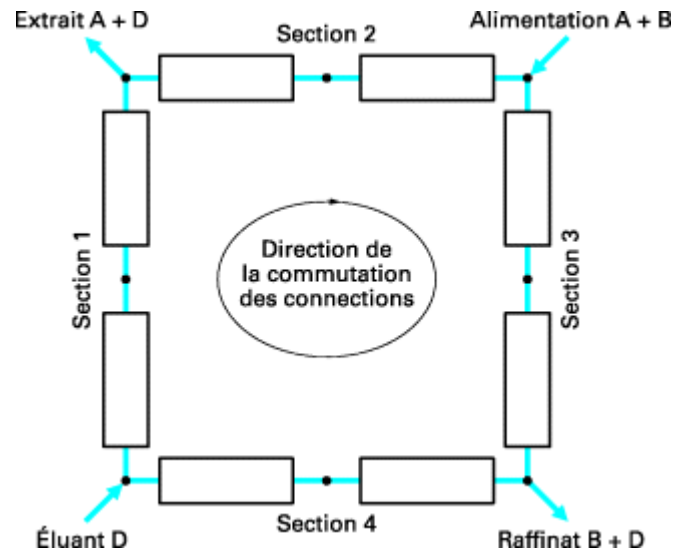
Principe de la chromatographie annulaire continue



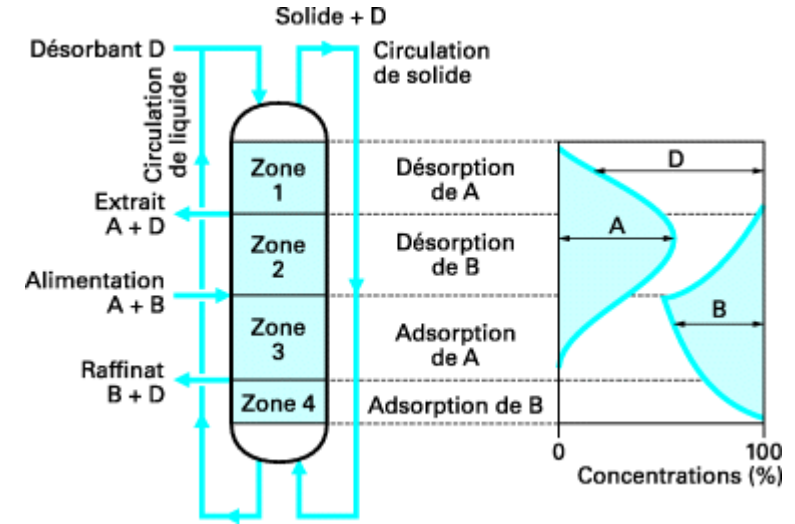
## E) Adsorption continue



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



Opération en contre-courant en lit mobile simulé



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

## Module 4.5

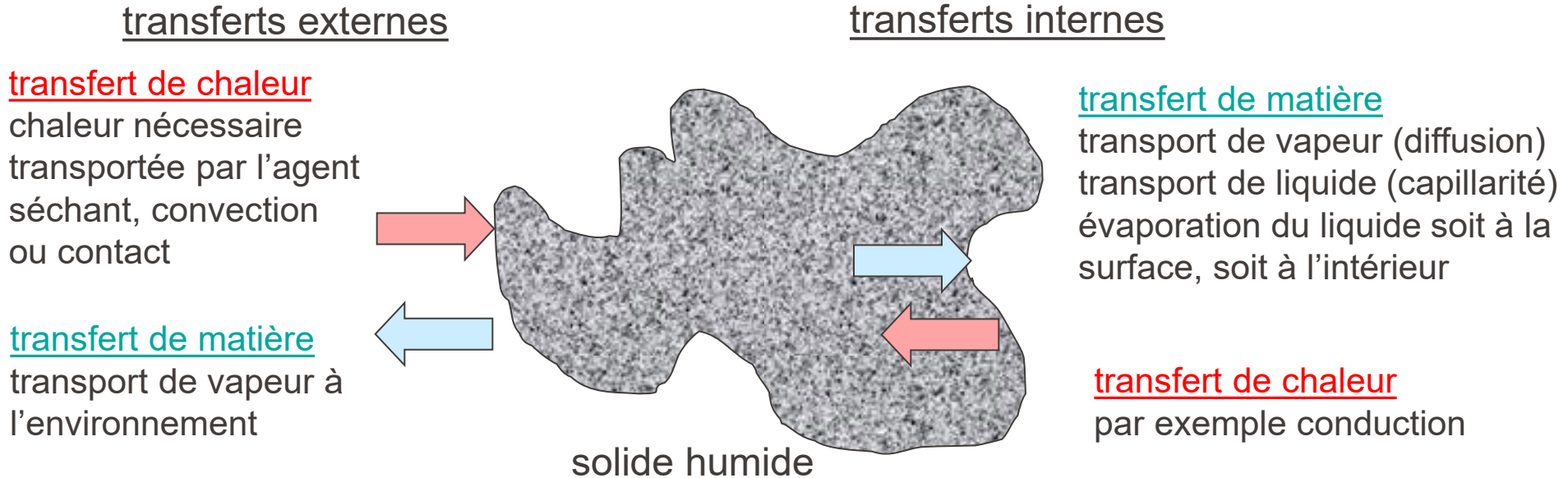
Le séchage transforme un produit initial humide en un solide sec en éliminant une partie du solvant. Cela peut se traduire par un solide, un "solide divisé", ou une poudre.

### 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.



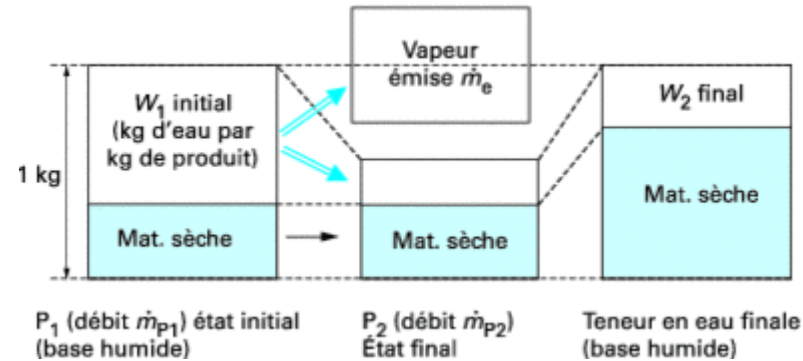
La vitesse globale du processus est généralement limitée par le transport du liquide à la surface du solide ou son évaporation. Cette limitation est fortement influencée par les propriétés physico-chimiques du matériau humide.



# 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).*



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  $P_2$  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:

pression de vapeur saturante      pression partielle du gaz inerte

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

- L'humidité de saturation est :

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

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

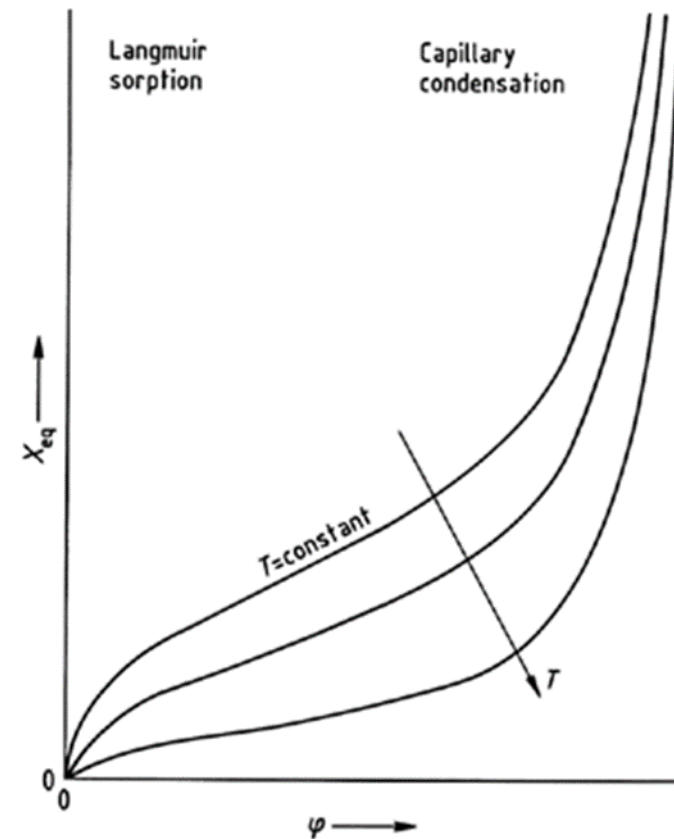
## Cas 2 (**liquide lié**) :

Si le liquide est « sorbé » sur le solide, l'humidité à l'équilibre thermodynamique ( $Y_{eq}$ ) ne dépend pas uniquement de  $T$  mais aussi du taux d'humidité  $X_{eq}$ . On notera que  $Y_{eq} < Y^*$  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 inter-moléculaires entre le solide et le fluide jouent un rôle dominant, on parle de **sorption de Langmuir**.

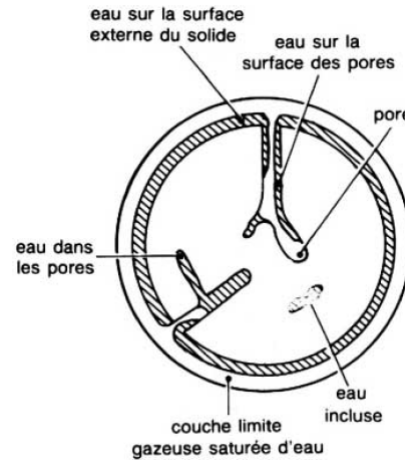
On décrit l'humidité à l'équilibre d'un solide ( $X_{eq}$ ) en fonction de l'humidité relative du gaz à différentes températures: **isothermes de sorption**.



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:

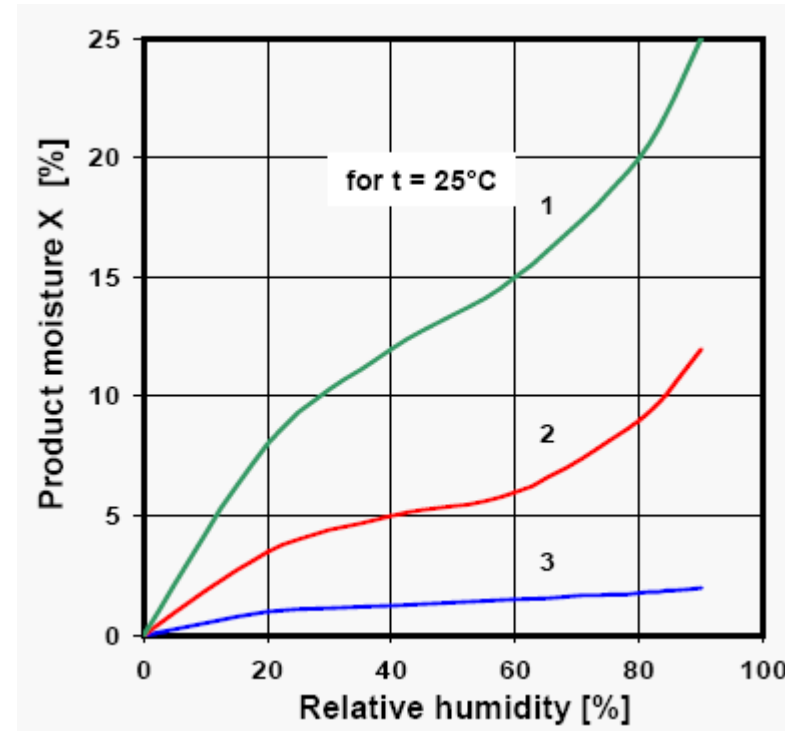
- liquide adhérent à la surface (externe ou interne)
- liquide capillaire (dans les pores et veines)
- liquide hydraté (retenu par pression osmotique)
- liquide cristallin (retenu dans la structure du solide)

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 cryogénisation (froid) ou par radiation ou par hautes fréquences ou par micro-ondes.

# Module 4.5.1: Séchage convectif

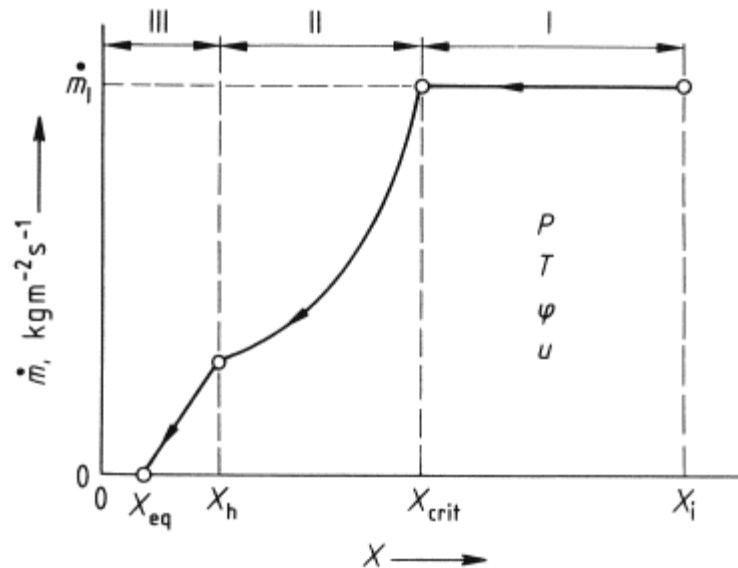
Le débit massique de vapeur quittant la surface du solide est donné par :

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

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

X : taux d'humidité du solide en *kg humidité / kg solide sec*

$m_s$  : masse de solide sec en *kg*



**Phase I:** Il y a uniquement la vaporisation du liquide a 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**.

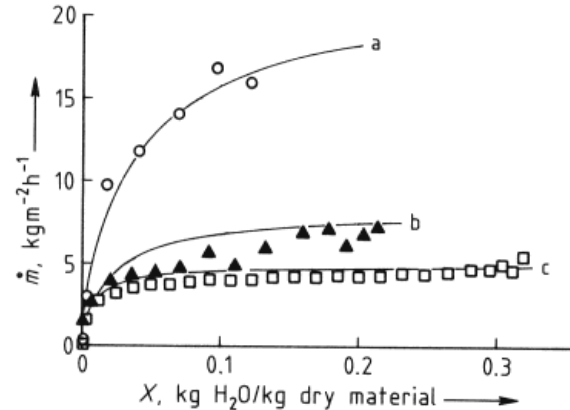
**Phase II:** Après  $X_{crit}$ , les forces capillaires ne **sont plus suffisantes** pour transporter le liquide à la surface. L'interface liquide-vapeur se déplace à l'intérieur du solide. La portion sèche du solide près de la surface empêche le transport de la vapeur vers le gaz. C'est pour cela que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

Figures: Ullmann's encyclopedia

# 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 (sècheur mélangé)  
Conditions:  $P = 2.63 \text{ kPa}$ ,  $T_w = 80 \text{ °C}$ , 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  $\text{K}$

$T_b$  : température du bulk en  $\text{K}$

$\Delta H_v$  : enthalpie de vaporisation en  $\text{J kg}^{-1}$

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

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

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

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

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

$d$  : diamètre de particule moyen en  $\text{m}$

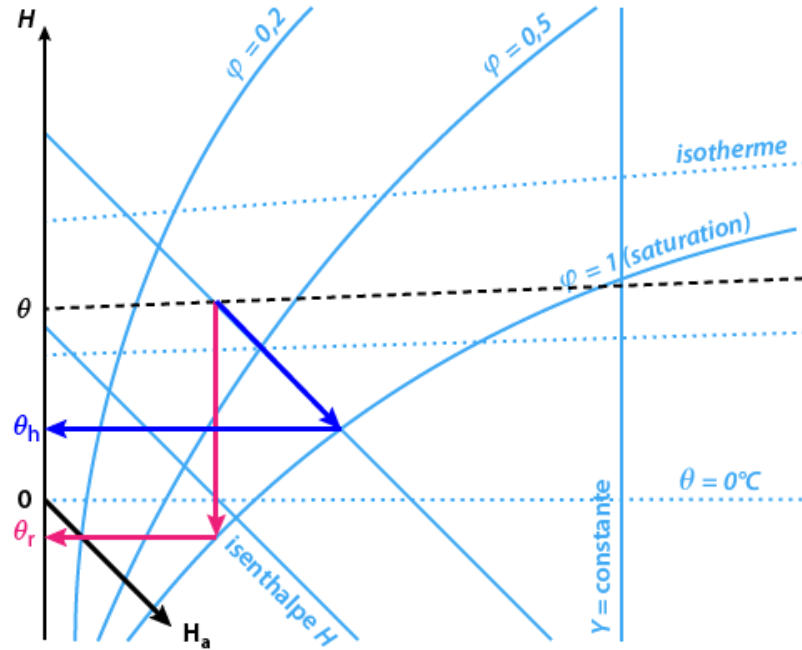
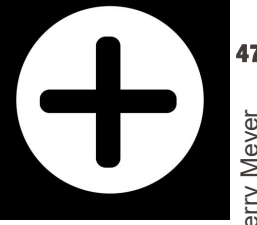
$l$  : chemin moyen libre en  $\text{m}$

$\delta$  : rugosité de surface en  $\text{m}$  ( $0 < \delta < 10^x$ ),  $\chi$  = rapport des MM

$\zeta$  : chemin libre moyen des vapeurs en  $\text{m}$

$\gamma$  : 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  $\text{W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$

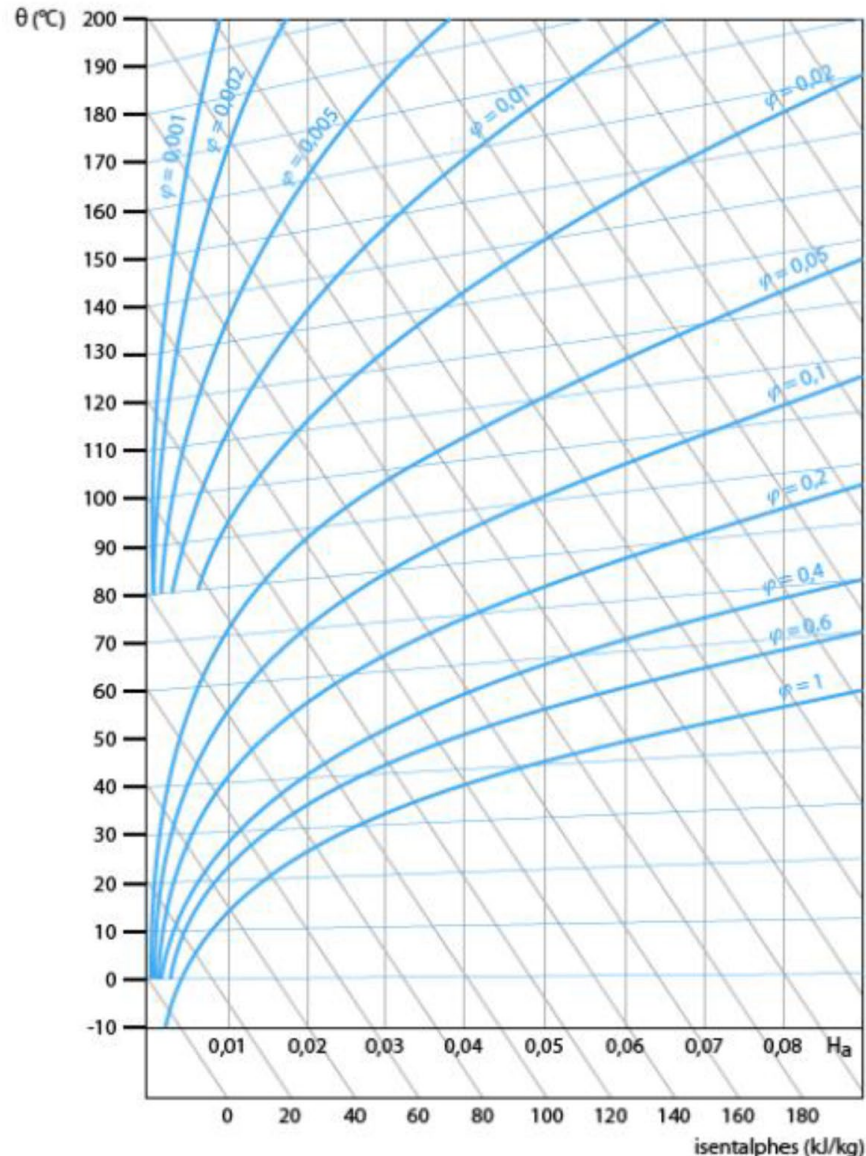
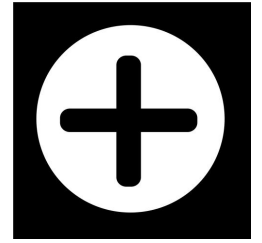


**Diagramme enthalpique de l'air humide** de « Mollier-Ramzine »:

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

- Ce diagramme est un instrument pratique et efficace pour :
  - étudier et évaluer l'énergie nécessaire à la maîtrise des conditions du séchage
  - 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 ( $\theta_r$ ), température du thermomètre humide ( $\theta_h$ ), 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.
- $\theta_h$  se lit à l'intersection de la droite isenthalpe passant par  $(\theta, H_a)$  de l'air avec la courbe  $\varphi = 1$  (saturation).  $\varphi$  étant l'humidité relative.
- La température de rosée ( $\theta_r$ ) 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 ( $\theta_h$ ) 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.





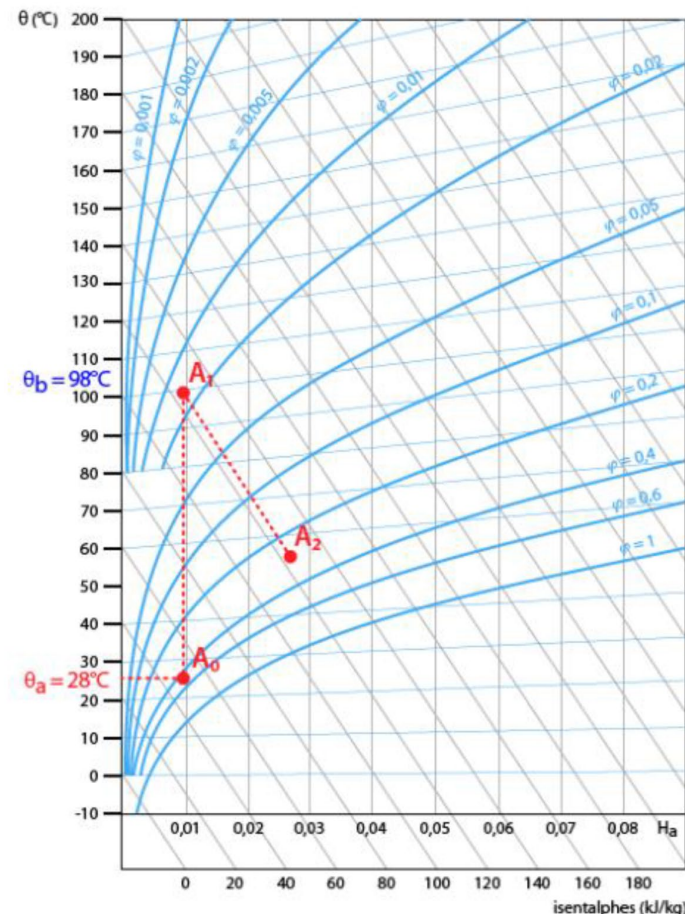
## Comment cela fonctionne ? Exercice 1

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

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

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

1. Déterminer  $Ha_1$  et  $Ha_2$  (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

$Ha_1 = 0.01$  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  $\rightarrow$  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 :

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

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



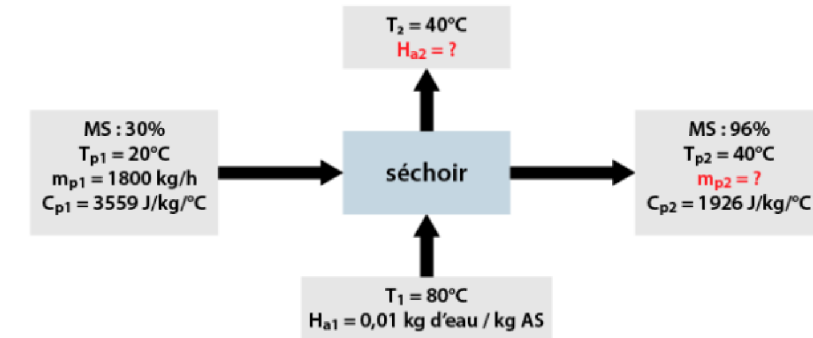
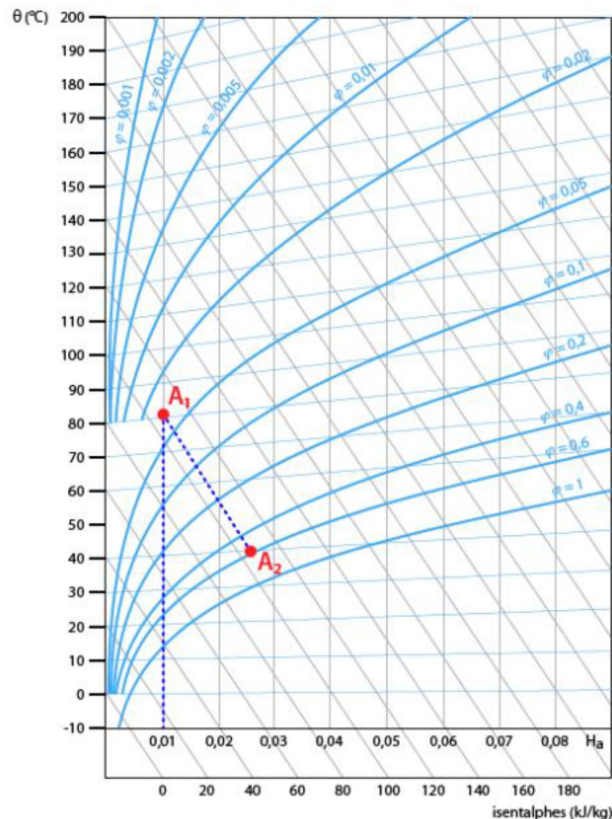


## Comment cela fonctionne ? Exercice 2

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  $T_1 = 80\text{ °C}$  et  $H_{a1} = 0.01\text{ kg d'eau/kg d'air sec}$  et quitte le sécheur à  $T_2 = 40\text{ °C}$ . Le produit entre à  $20\text{ °C}$  avec un débit de  $1800\text{ kg/h}$  et sort à  $40\text{ °C}$ .

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

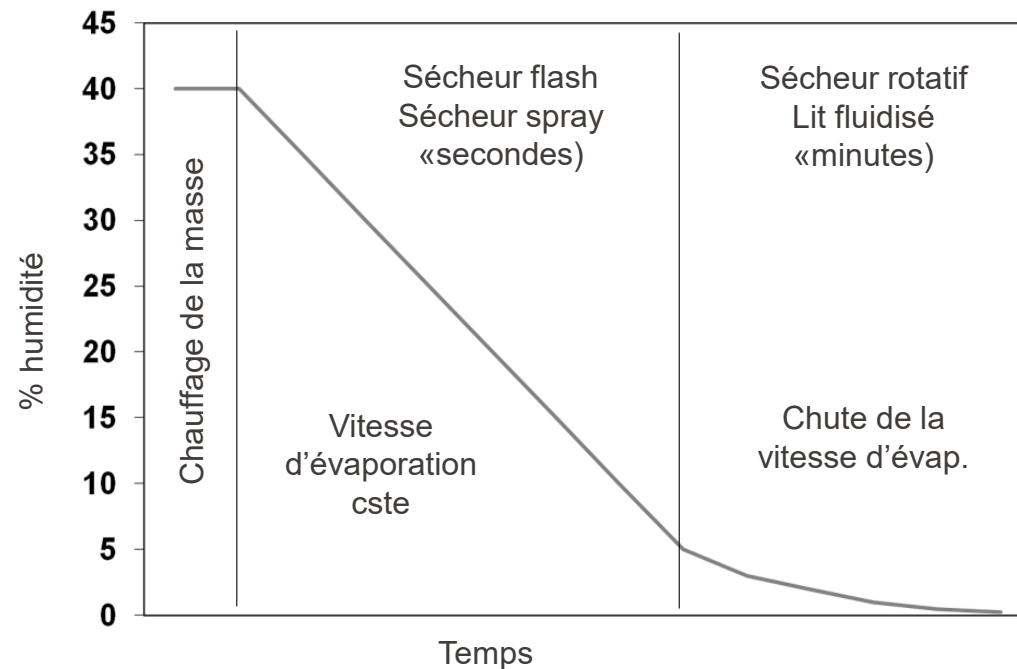
# Module 4.5.2: Choix du sécheur (1)

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

## 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)

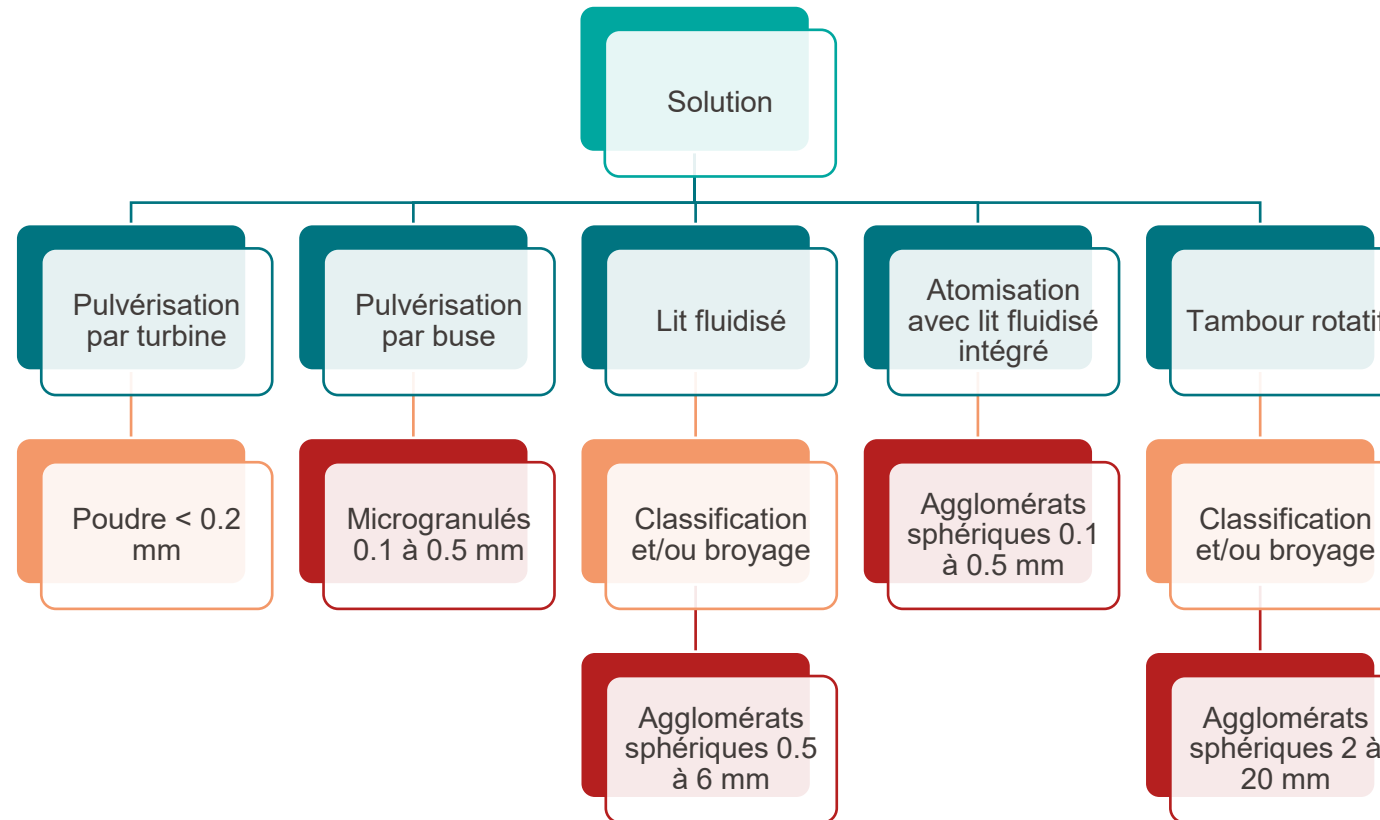
2) Sur la base de contraintes liées au procédé de fabrication

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	En	Cv	M	h	non
Contact	Eb	Cd	M	h	non
Tambour Direct	En	Cv	M	min	oui
Indirect	En	Cd	M	min	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



3) Sur la base de contraintes liées au produit



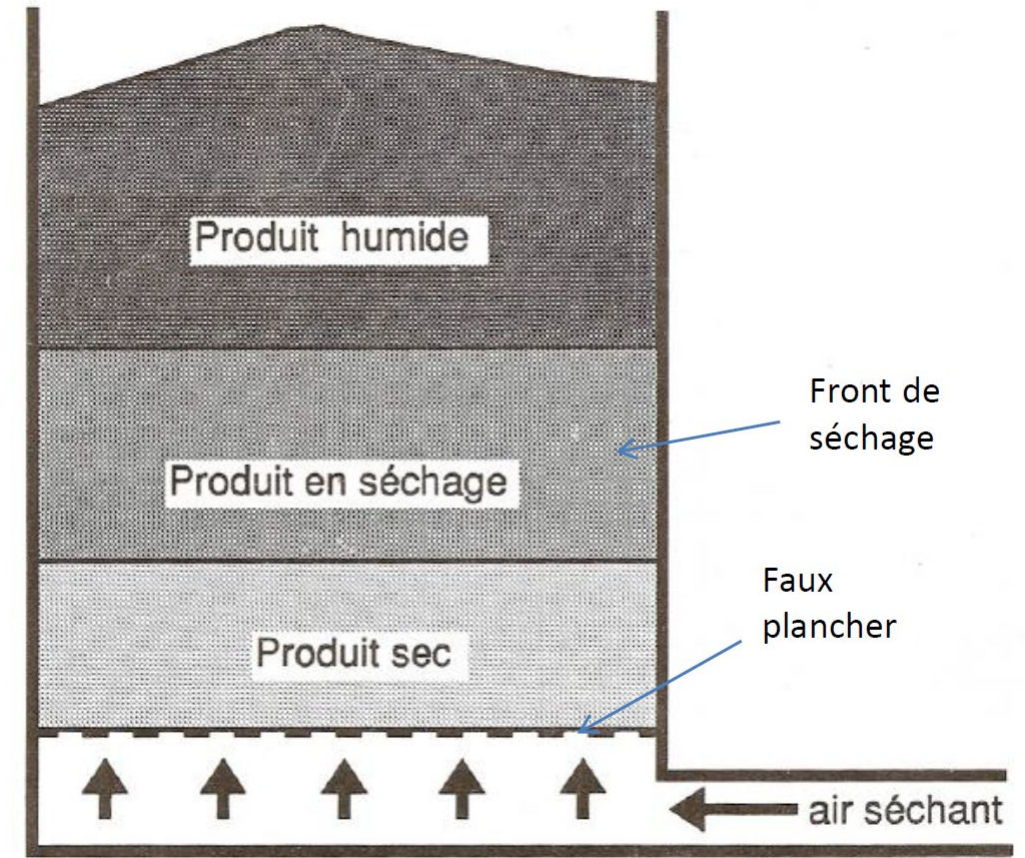
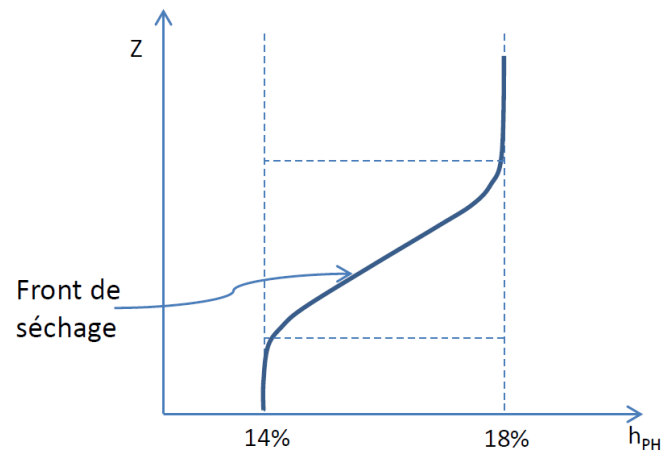
## 4) Sur la base de contraintes techniques

Front de séchage et existence de zones

Le produit ne sèche pas de manière uniforme.

Il existe 3 zones:

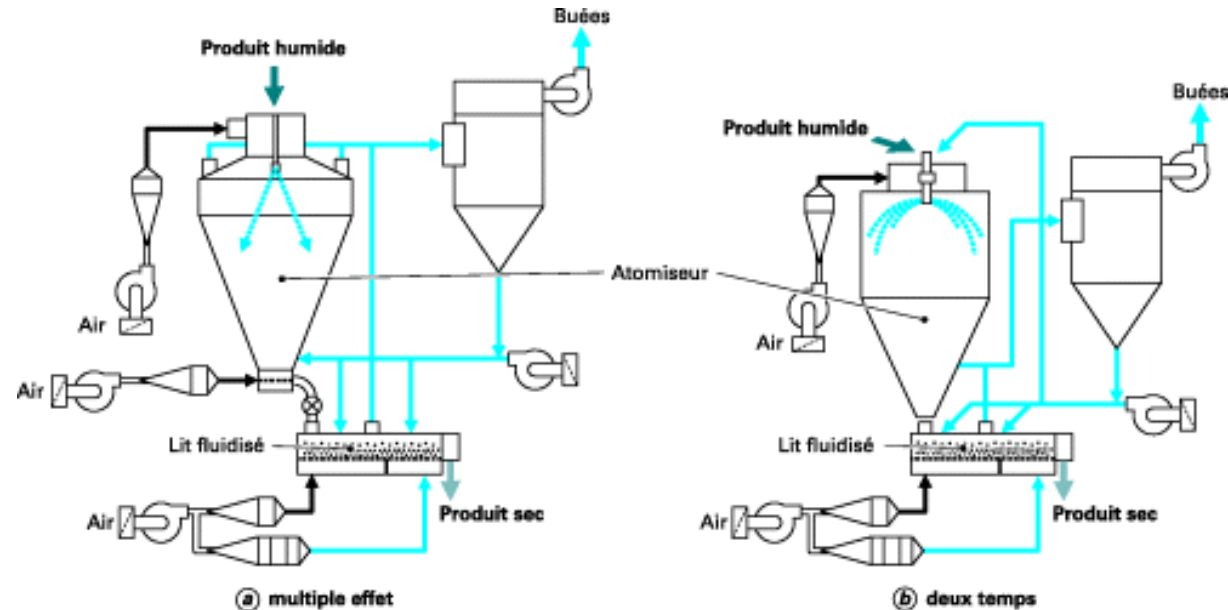
- Zone inférieure (sèche)
- Zone de transition (en séchage)
- Zone supérieure (humide)



## 1. Atomiseur

### Caractéristiques :

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



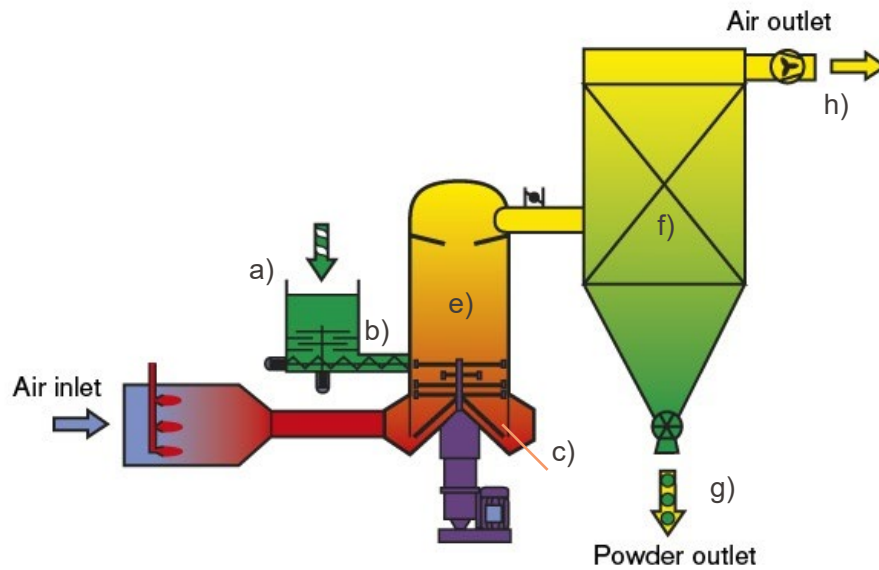
# Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (2)

## 2. Sécheur à mouture (Spin flash)

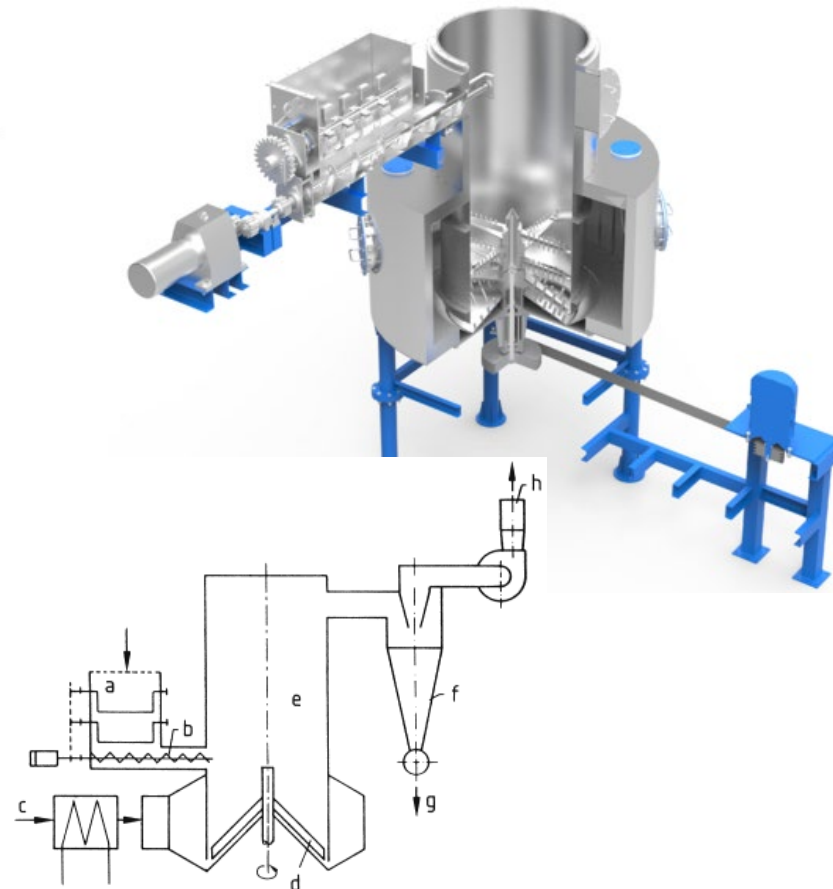
### Caractéristiques :

alimentation : solide (pâte ou gâteau de filtration)

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



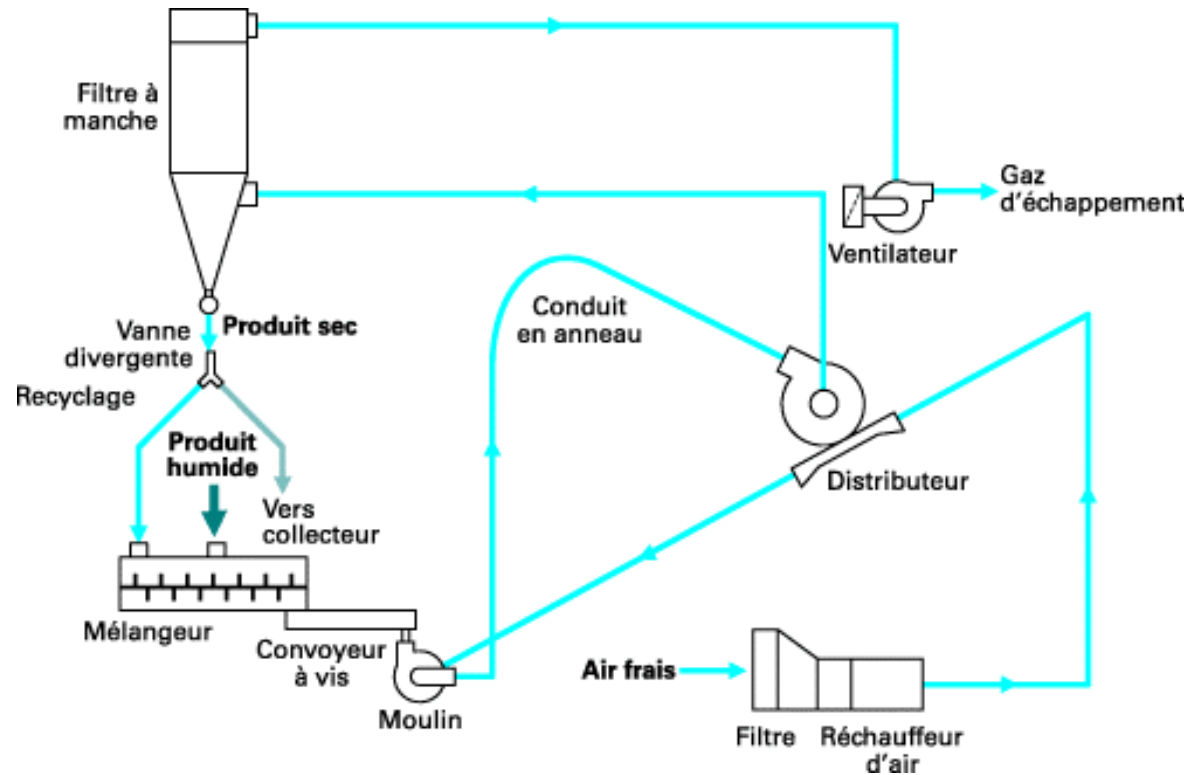
a) Solide humide; b) Alimentation; c) Entrée air; d) Brasseur; e) Chambre de séchage; f) cyclone; g) Décharge; h) Evacuation air



## 3. Sécheur pneumatique

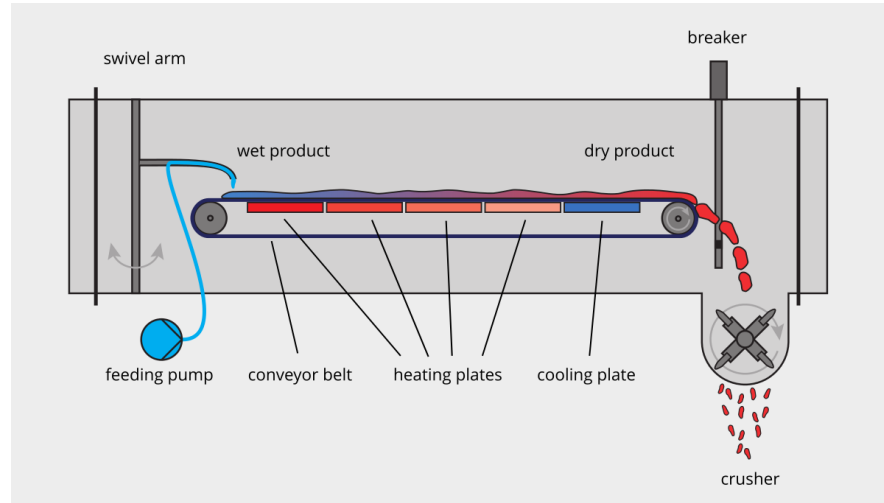
### Caractéristiques :

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



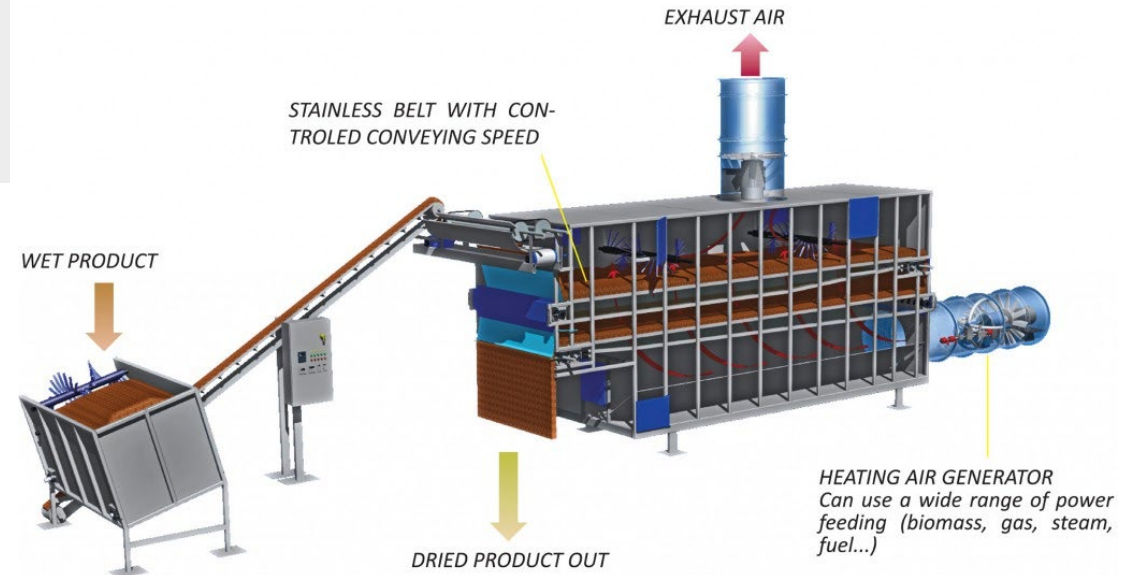
# Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (4)

## 4. Sécheur à tapis



### Caractéristiques :

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

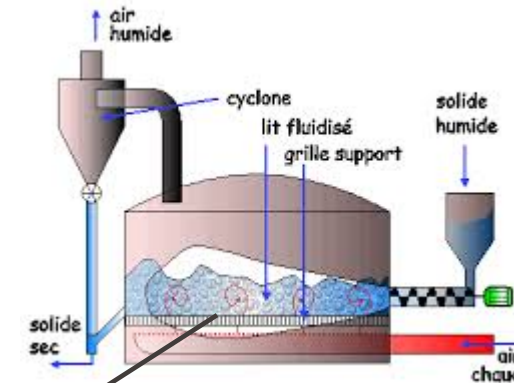
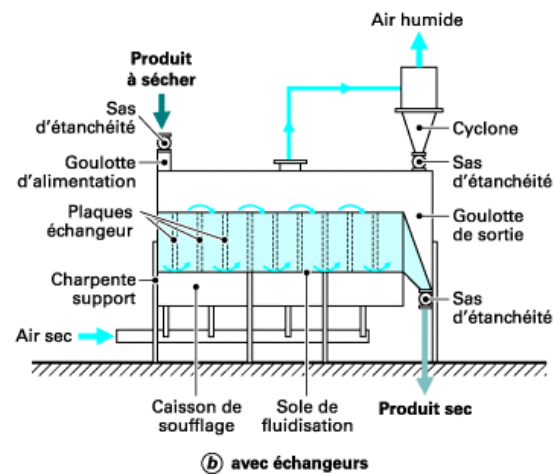
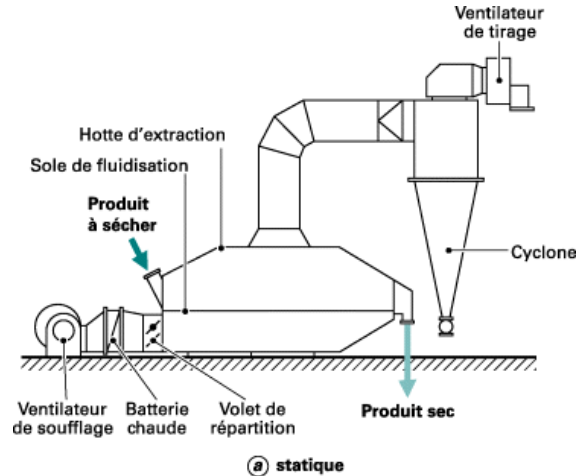




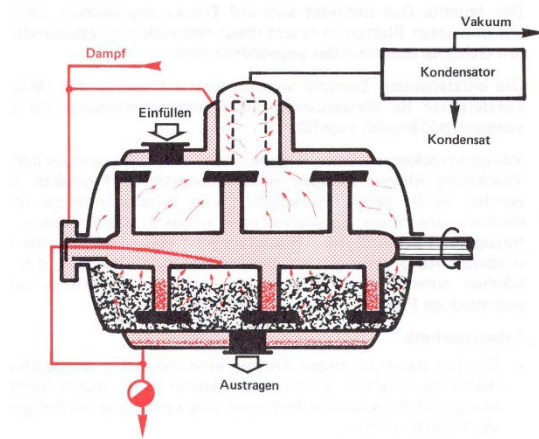
## 5. Sécheur à lit fluidisé

### Caractéristiques :

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

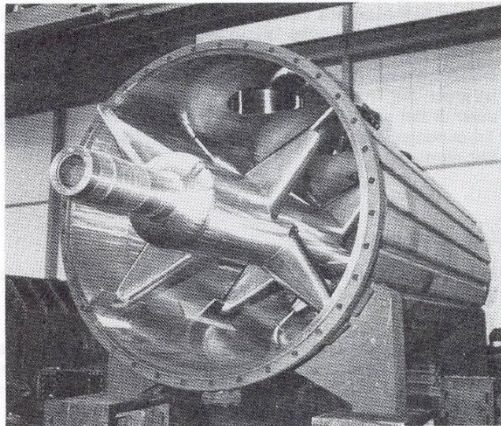
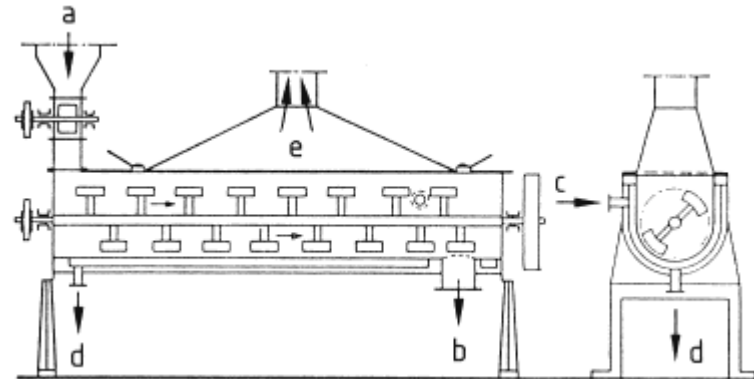


## 6. Sécheur à palettes



### Caractéristiques :

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



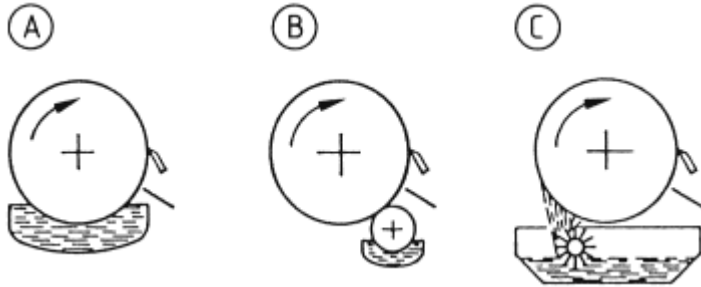
# Module 4.5.2: Types de sécheurs industriels (7)

## 7. Sécheur à tambour

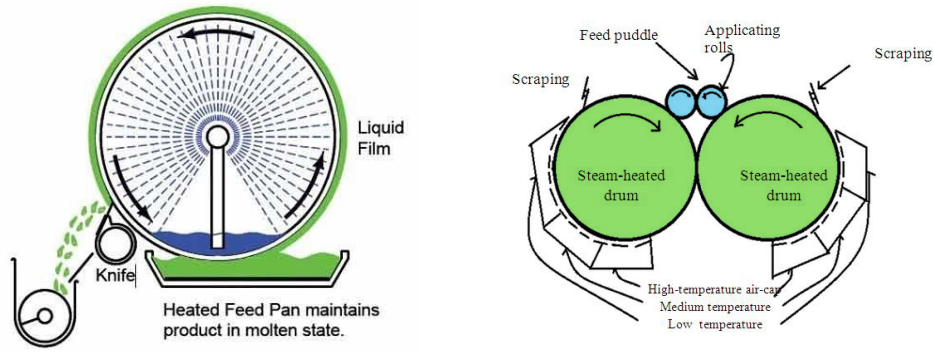
### Caractéristiques :

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

Tambour interne



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



Tambour externe

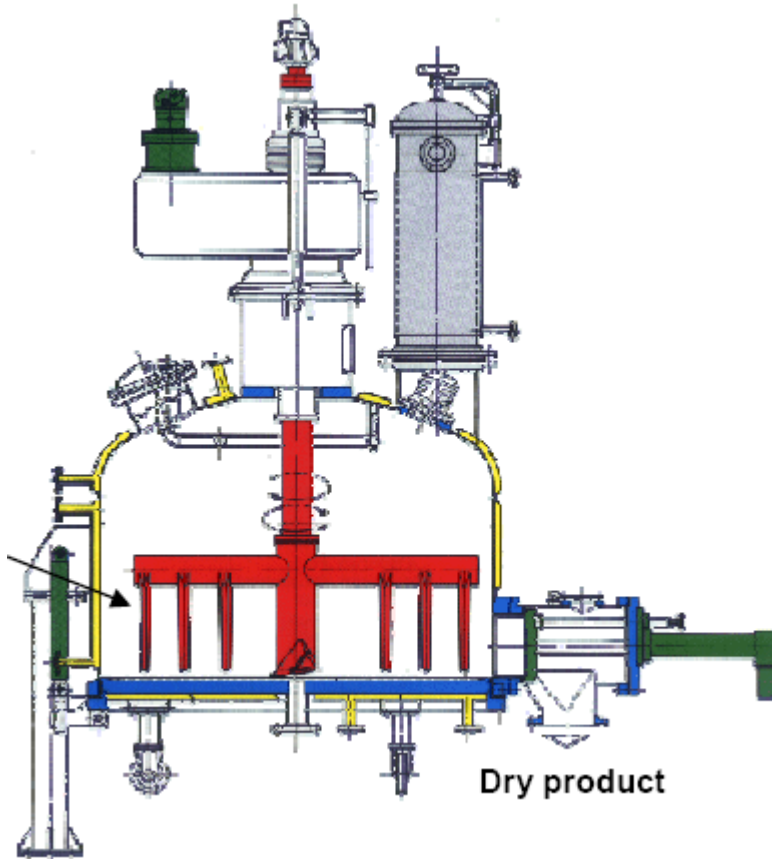


Durée 32''

## 8. Sécheur à filtres

### Caractéristiques :

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

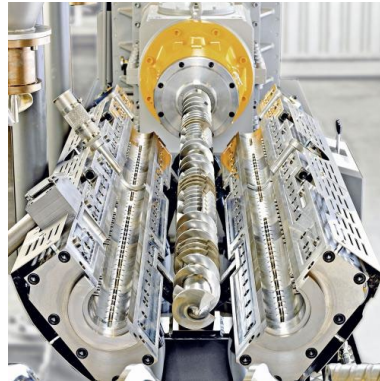
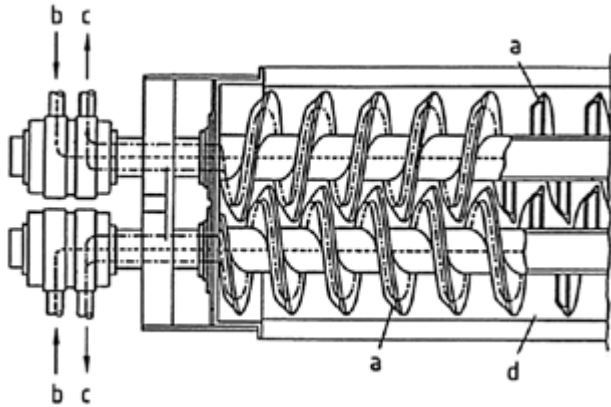




## 9. Sécheur type extrudeuse

### Caractéristiques :

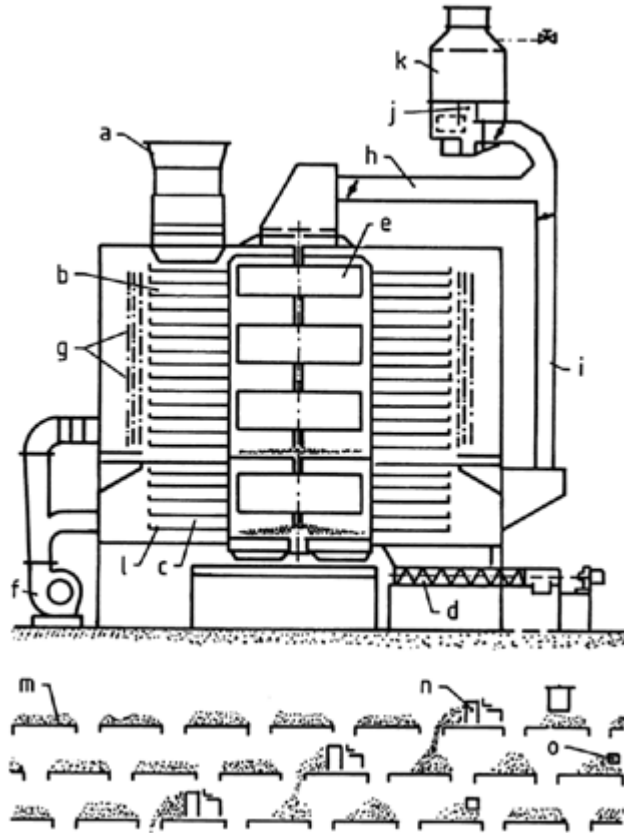
- alimentation : pâte, solide
- mode : continu, discontinu
- durée : minutes
- produit : poudre, granulés



Durée 1'51''

Source: <https://www.tegerian.com/products/>

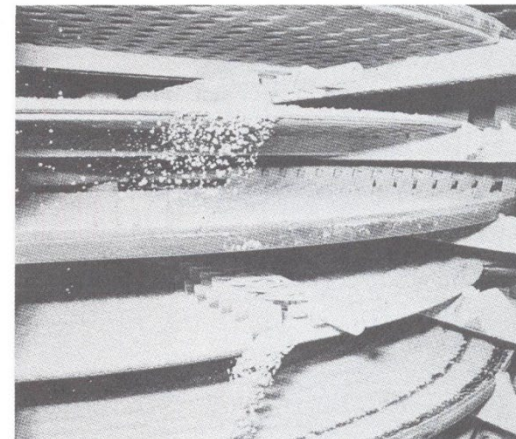
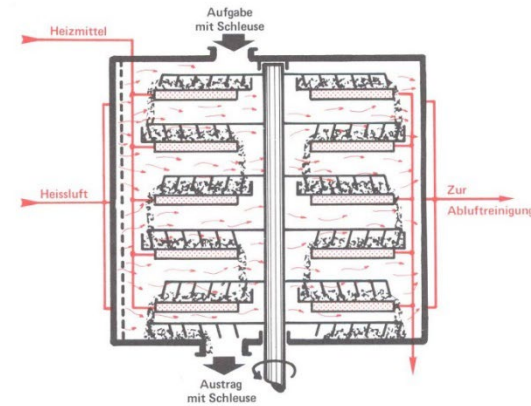
## 10. Sécheur rotatif à plateaux



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



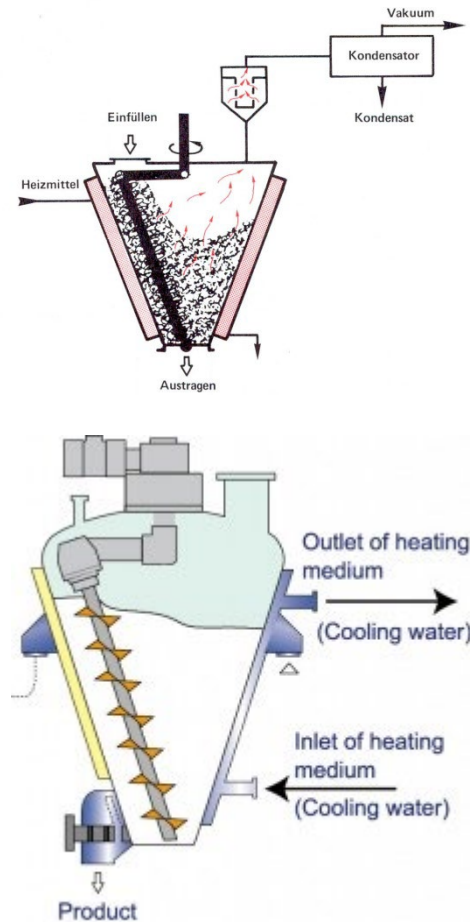


## 11. Sécheur mélangeur

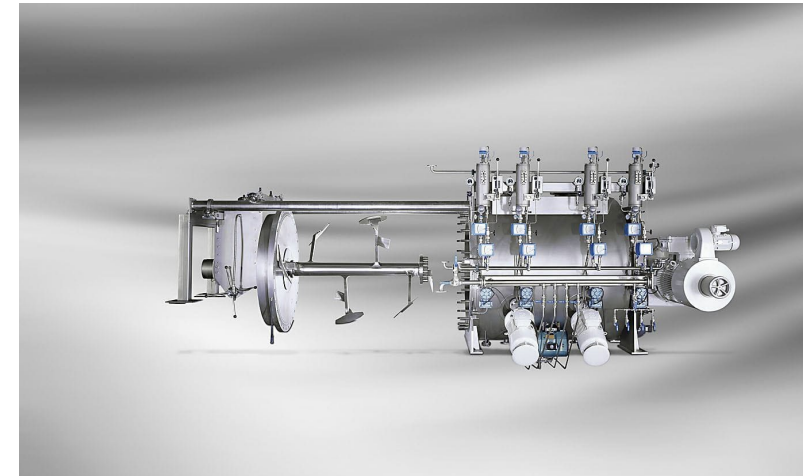
### Caractéristiques :

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

### Version conique verticale



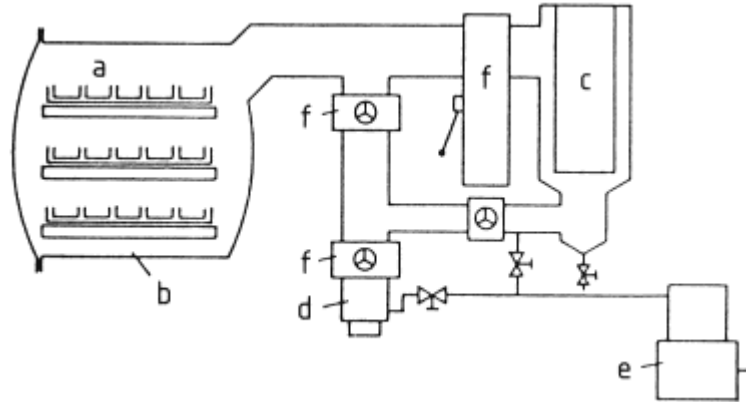
### Version horizontale



## 12. Lyophilisateur

### Caractéristiques :

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



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

Le procédé se décompose en plusieurs étapes:

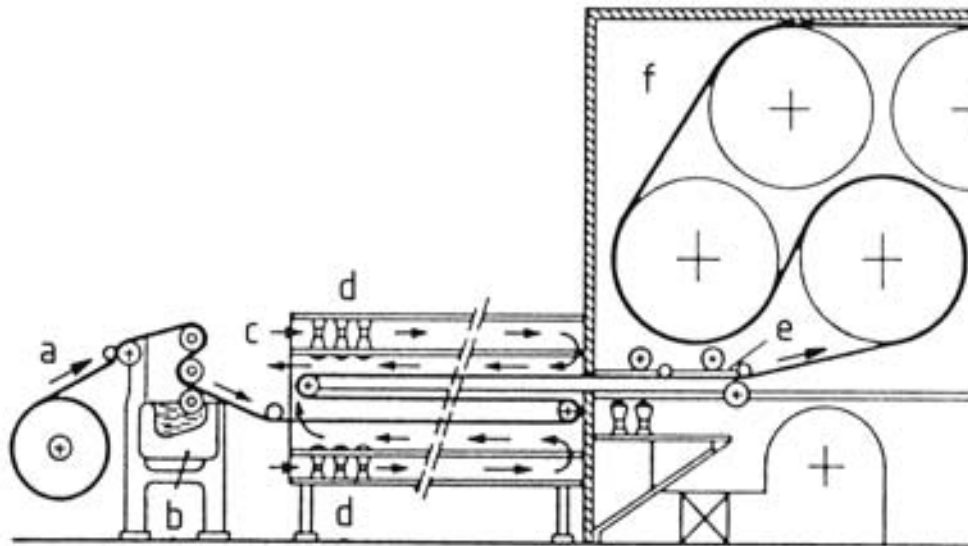
1. Refroidissement et congélation du produit à environ  $-20^{\circ}\text{C}$ .
2. Mise sous vide (50-100 Pa)
3. Chauffage par les plateaux (contact)
4. Condensation des vapeurs sur surface froides ( $-40$  à  $-60^{\circ}\text{C}$ ).
5. Concassage du produit si cela est nécessaire (gros morceaux)



## 13. Sécheur radiant

### Caractéristiques :

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



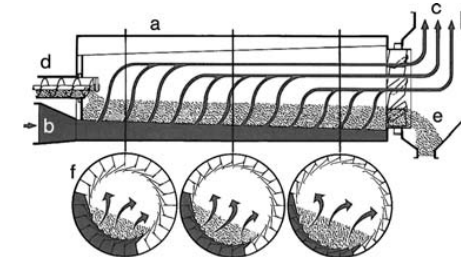
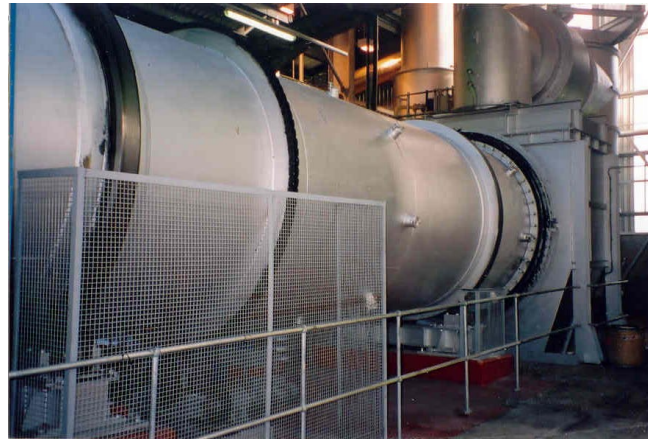
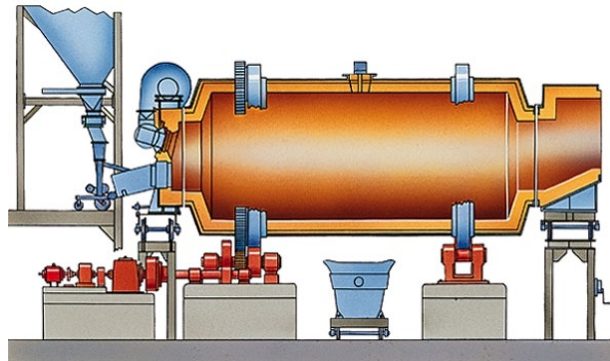
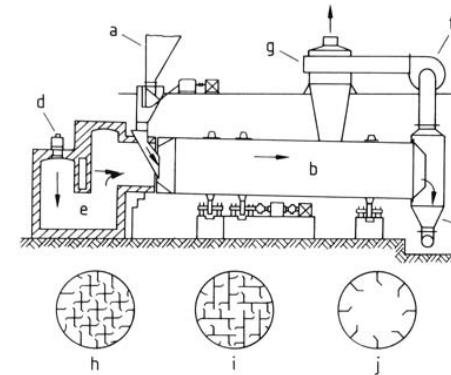
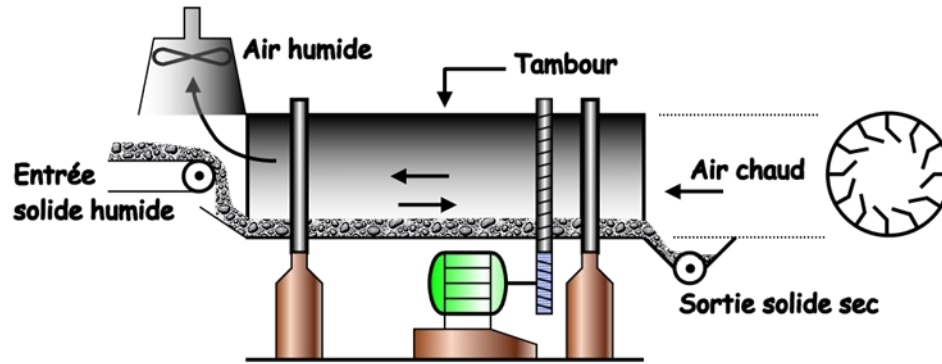
### Sécheur type Philips

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

## 14. Four rotatif

### Caractéristiques :

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

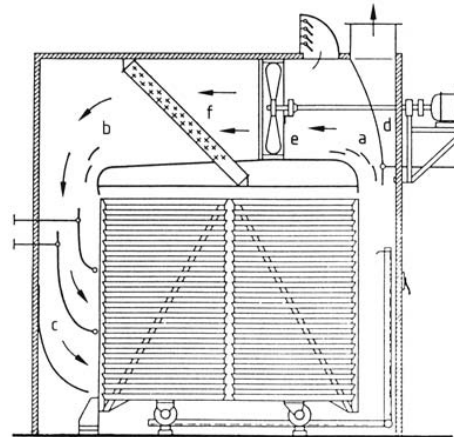
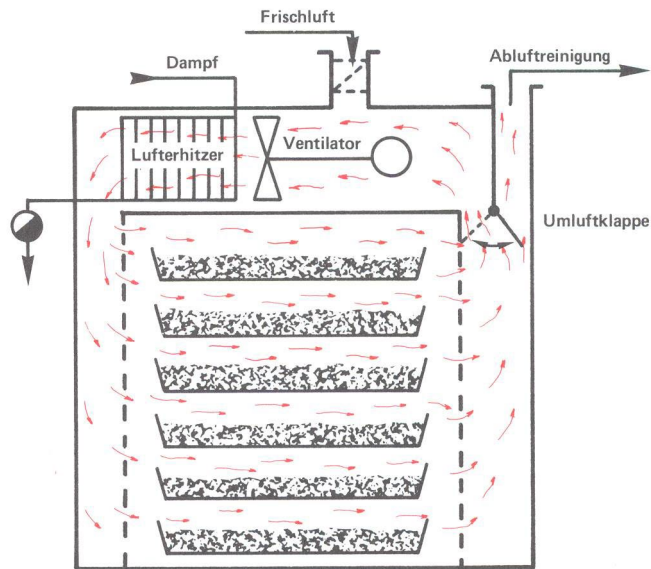




## 15. Sécheur type four

### Caractéristiques :

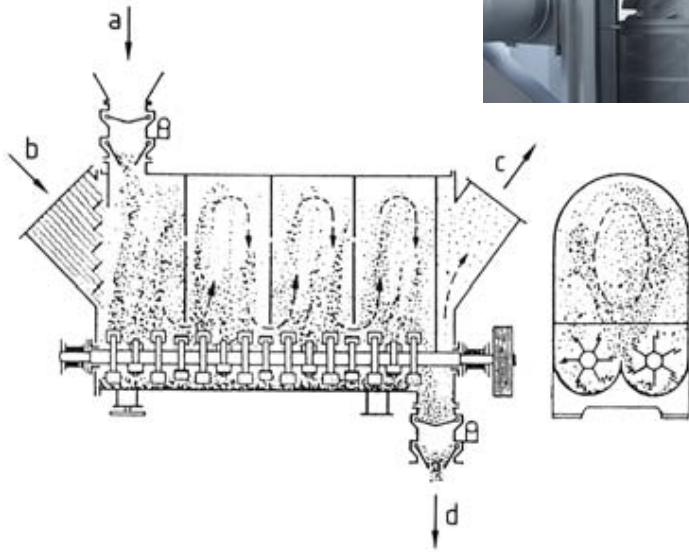
- alimentation : pâte, solide
- mode : discontinu
- durée : minutes, heures
- produit : poudre, agglomérats



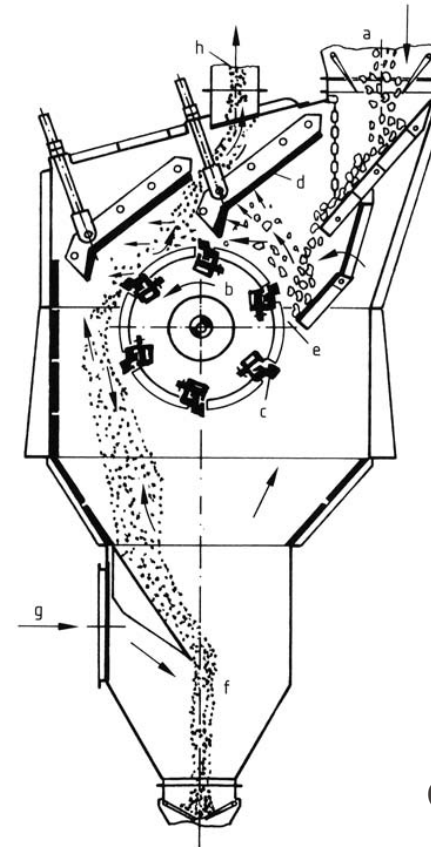
## 16. Sécheur centrifuge

### 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



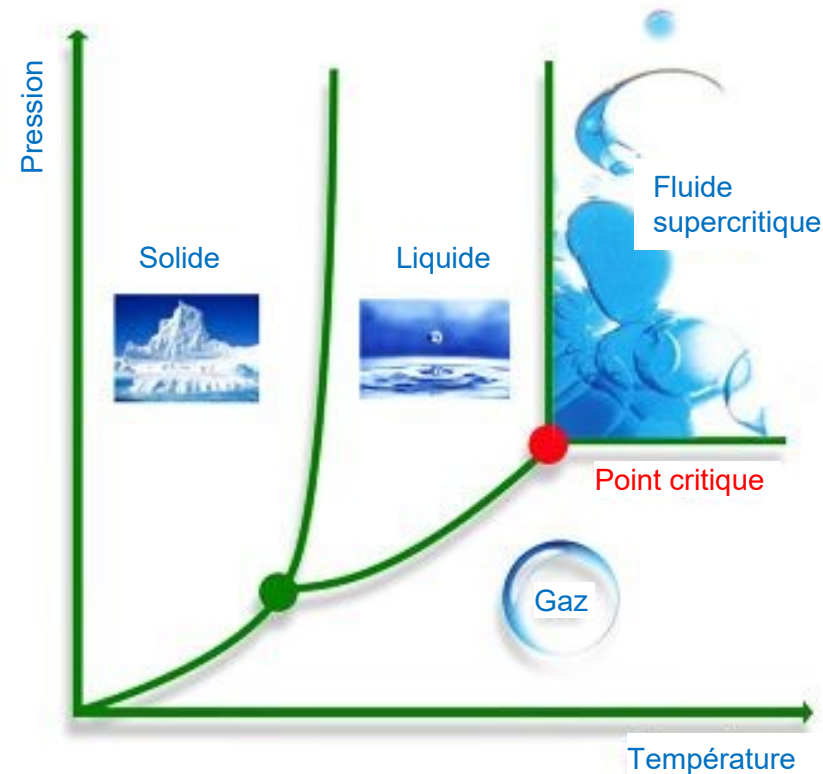
## Module 4.5.3

# 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 ( $P_c$ ,  $T_c$ )



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

Solvant	$T_c$ °C	$P_c$ bar
Eau	374	218
CO <sub>2</sub>	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)

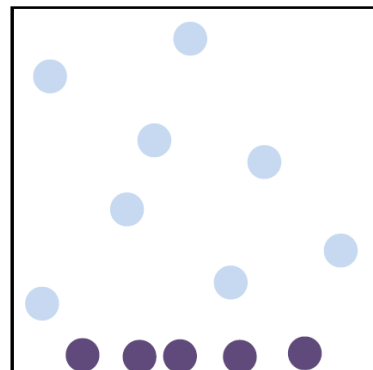
Juste sous le point critique, on trouve

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

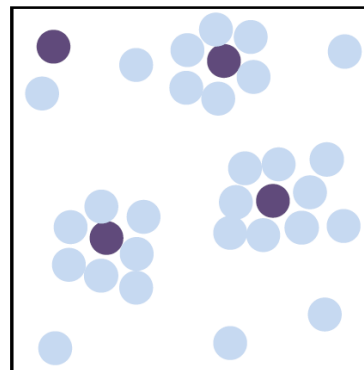
Au point critique, ces deux phases ne sont plus distinguables → état supercritique

A l'état supercritique:

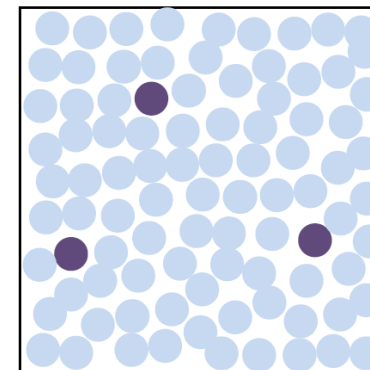
- Les molécules s'associent en agrégats fugaces et très mobiles
- La densité macroscopique est proche de celle d'un liquide (quelques centaines de  $\text{kg/m}^3$ ) → pouvoir solvant vis-à-vis de molécules



gaz

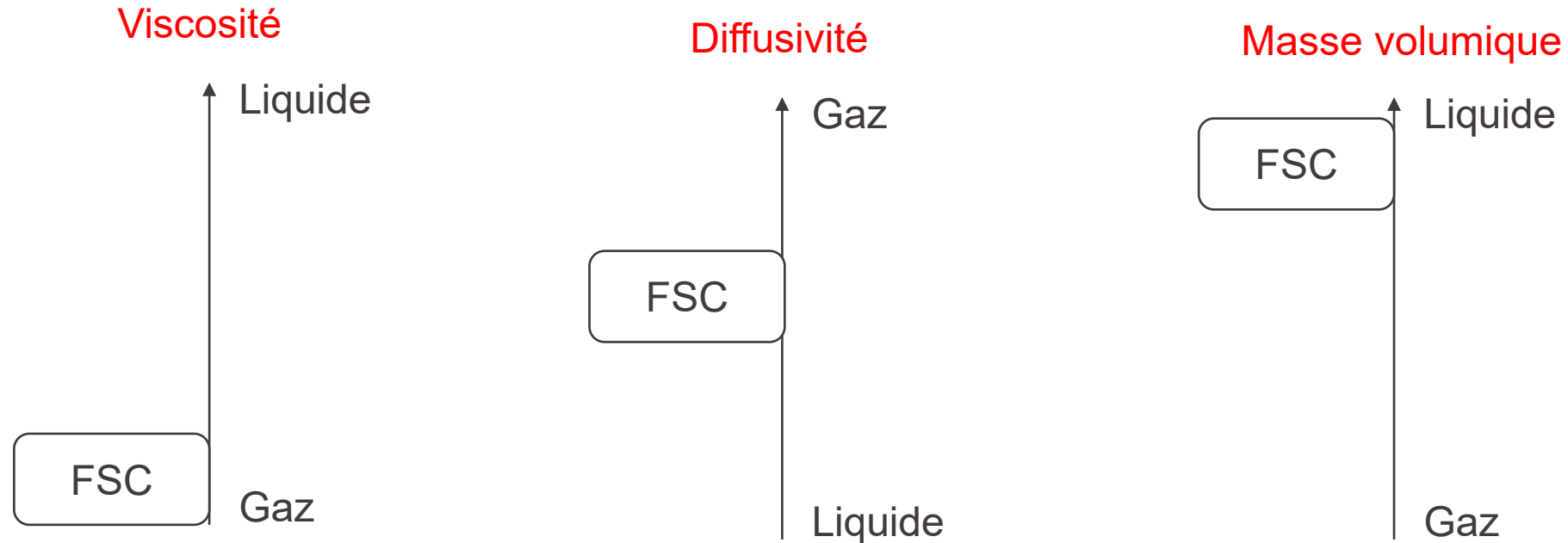


FSC



Liquide

# Module 4.5.3: Propriétés des fluides supercritiques (2)



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

- 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<sub>2</sub>O

- Température critique élevée (374°C)
- «agressivité»

Utilisations limitées, alliages spéciaux

Hydrocarbures légers (éthane, propane, etc.)

- Coordonnées critiques intéressantes
- Faible toxicité
- Inflammabilité

Utilisations limitées

CO<sub>2</sub>

- Beaucoup d'avantages
- Peu d'inconvénients

Beaucoup d'applications



# Module 4.5.3: Utilisation du CO<sub>2</sub> (1)

- Élaboration de solides divisés
  - CO<sub>2</sub> supercritique comme solvant: micronisation de composés variés (caféine, cholestérol,  $\beta$ -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

## scCO<sub>2</sub> 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 CO<sub>2</sub> 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 CO<sub>2</sub> (3)



Machine industrielle au scCO<sub>2</sub> à laver le linge, <https://czero-solutions.com>



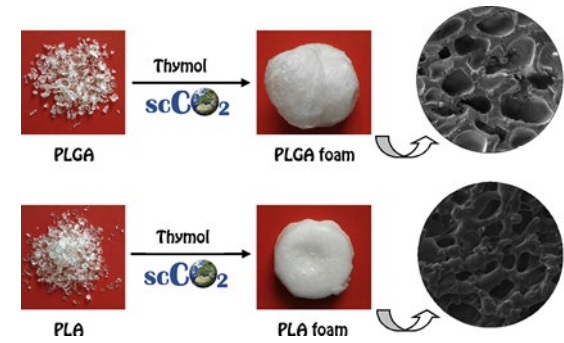
Machine domestique au scCO<sub>2</sub> à laver le linge,  
<https://lobaostudio.com>

Équipement monobloc  
avec 1 autoclave et  
l'Unité Technique



Installation dans l'atelier  
de production

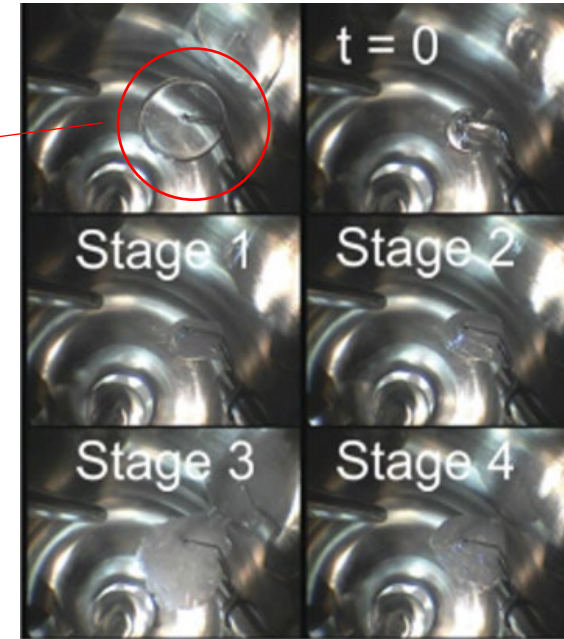
Machine de dégraissage de pièces  
mécaniques V=83 L au scCO<sub>2</sub>,  
<https://www.qarboon.com/>



## scCO<sub>2</sub> comme solvant:

- Certains matériaux peuvent parfois être incompatibles avec le scCO<sub>2</sub>. C'est le cas par exemple de certains polymères dans lesquels le CO<sub>2</sub> se diffuse et reste piégé. Lors du retour à pression atmosphérique, le CO<sub>2</sub> passe à l'état gazeux et fait alors buller le polymère (déformation géométrique et modification des propriétés mécaniques).

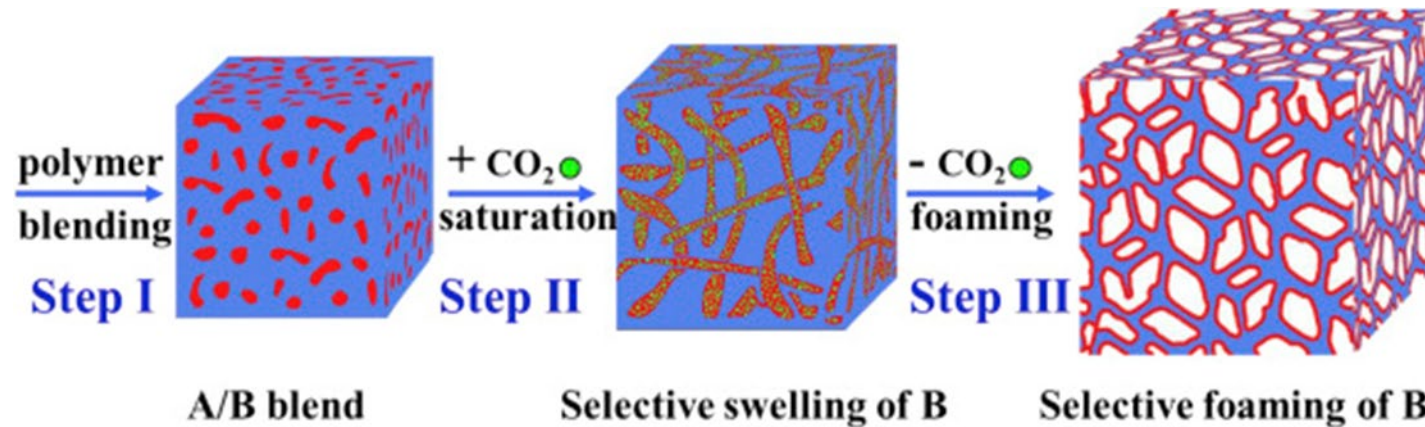
Exemple d'une pastille de PMMA soumise à l'exposition de scCO<sub>2</sub> pendant 60 min (modification interne de la structure, stage 1-3) et ensuite une dépressurisation (stage 4).



Jacobs, LJM; Kemmere, MF; Keurentjes, JTF; Mantelis C., Meyer T., Temperature-induced morphology control in the polymer-foaming process, *AIChE Journal*, 53 (10): 2651-2658, 2007. <https://doi.org/10.1002/aic.11273>

scCO<sub>2</sub> 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>

## scCO<sub>2</sub> 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 scCO<sub>2</sub> 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, ...



## 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 CO<sub>2</sub>
  - Solide humide inséré dans un autoclave
  - Augmentation de la pression pour atteindre les conditions supercritiques du CO<sub>2</sub>
  - Lavage au CO<sub>2</sub> supercritique
  - Dépressurisation et passage de l'état FSC à gaz



# 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 ( $PE < 30^{\circ}\text{C}$  )
- Connaître 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