

Accord-cadre de coopération internationale entre l'Université Paris Sud (France) et l'Université Félix Houphouët Boigny (Côte d'Ivoire)

Techniques de séchage

Kawthar BOUCHEMAL

Faculté de Pharmacie, Université Paris Sud

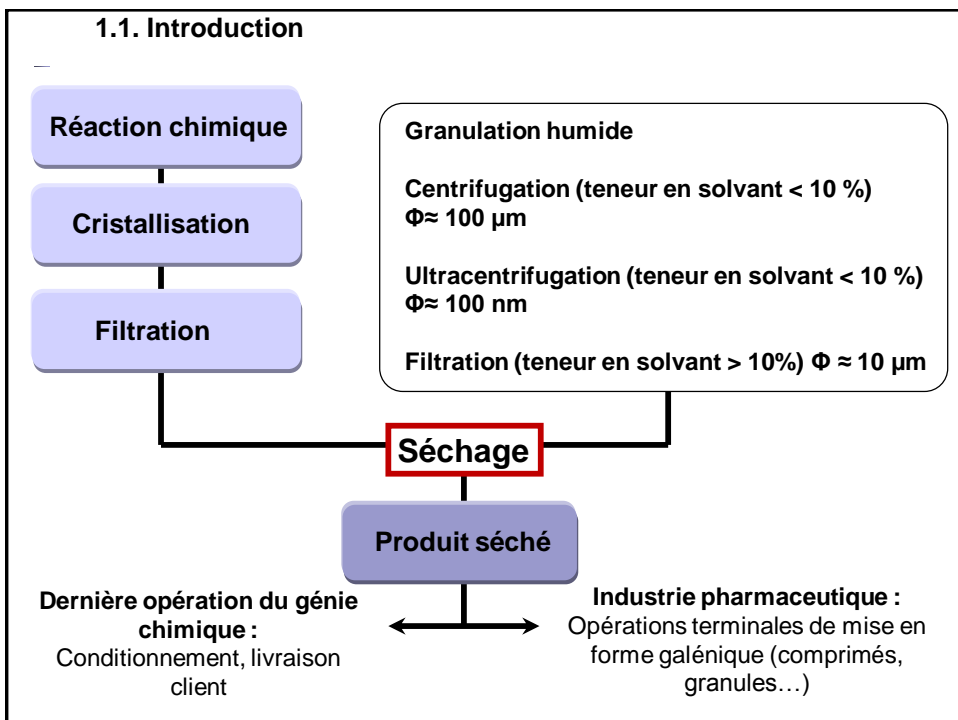
1

Plan

1. Généralités
2. Les cinétiques de séchage
3. Modes de séchage et appareillage
4. Sécurité de l'opération de séchage

1. Généralités et définitions

- 1.1. Introduction
- 1.2. Nature de l'humidité contenue dans le produit à sécher
- 1.3. Grandeurs en relation avec le solide à sécher
- 1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide
- 1.5. Paramètres à modifier pour agir sur la vitesse de séchage
- 1.6. Evolution de la masse du produit au cours du séchage

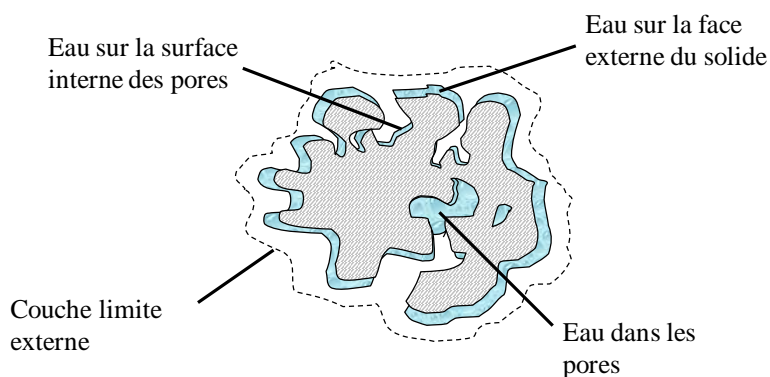


1.1. Introduction

Pourquoi faire appel au séchage ?

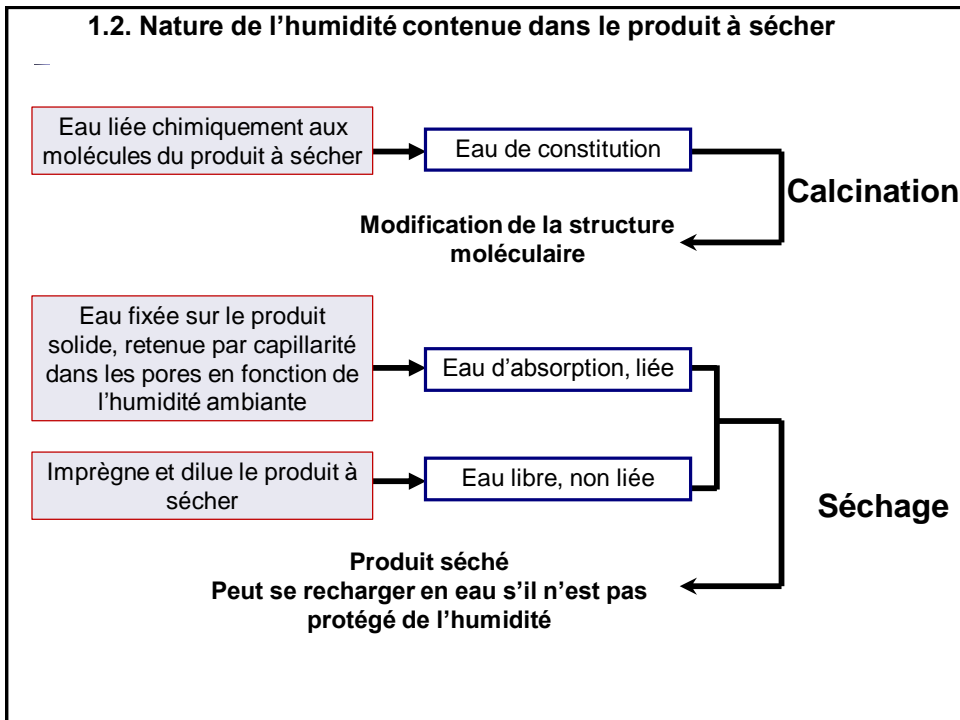
- Le produit humide se conserve mal,
 - Dégradation chimique (hydrolyse de la molécule par exemple),
 - Son aspect physique est modifié (mottage d'une poudre par exemple)
- Les coûts des manipulations et de transport du produit humide sont élevés même si le solvant résiduel ne gêne pas l'application.
- Le séchage apporte une modification morphologique du solide intéressante pour usage ultérieur (compression, formulation dans des gélules, granulation...etc).

1.2. Nature de l'humidité contenue dans le produit à sécher



Représentation schématique des types d'eau contenue dans un produit à sécher

1.2. Nature de l'humidité contenue dans le produit à sécher



1.3. Grandeurs en relation avec le solide à sécher

$$m_T = m_e + m_s$$

m_s : masse invariante de la matière sèche kg
 m_e : masse de l'humidité kg
 m_T : masse du matériau humide kg

X : représente une grandeur adimensionnelle exprimée sous deux formes :

X_{bs} : teneur en eau base sèche

- Egalement appelée **humidité absolue du solide à sécher**
- Cette grandeur permet de chiffrer la quantité d'eau par rapport à une quantité m_s qui est stable au cours du processus de séchage
- m_s n'est accessible qu'à la fin de l'opération de séchage

$$X_{bs} = X = \frac{m_e}{m_s}$$

1.3. Grandeurs en relation avec le solide à sécher

X_{bh} : teneur en eau base humide

- Egalement appelée **humidité relative du solide à sécher**
- On rapporte la masse d'eau contenue dans le produit à la masse totale du produit humide
- m_e est accessible tout au long du séchage

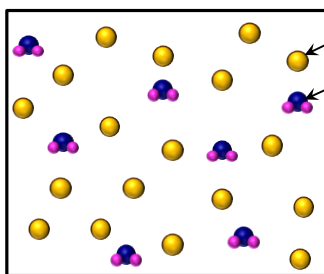
$$X_{bh} = \frac{m_e}{m_T}$$

- Dans la pratique, on utilisera plutôt la teneur en eau base sèche
- On peut relier les 2 teneurs par les relations :

$$X_{bs} = \frac{X_{bh}}{1 - X_{bh}} \quad X_{bh} = \frac{X_{bs}}{1 + X_{bs}}$$

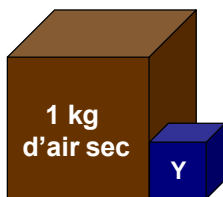
1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

Humidité absolue (Y) de l'air humide



$$Y = \frac{M_{eau}}{M_{airsec}}$$

Masse de l'eau (pointing to M_{eau})
Masse de l'air sec (pointing to M_{airsec})



$$Y = \frac{n_{eau}}{n_{airsec}} \frac{Mm_{eau}}{Mm_{airsec}}$$

Nombre de moles (pointing to n_{eau})
Masse molaire (pointing to Mm_{eau})

1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

Humidité absolue (Y) de l'air humide

Pour un gaz parfait : $PV = nRT$ $n = \frac{PV}{RT}$

$$Y = \frac{n_{eau} P_{eau}}{n_{airsec} (P - P_{eau})}$$

Diagram illustrating the variables in the equation for absolute humidity (Y):

- n_{eau} : Nombre de moles (Number of moles)
- P_{eau} : Pression partielle de l'eau (Partial pressure of water)
- n_{airsec} : Nombre de moles (Number of moles)
- $P - P_{eau}$: Pression totale (Total pressure)

1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

Pourcentage d'humidité (Y%) dans l'air

$$Y\% = \frac{Y}{Y_{sat}}$$

Diagram illustrating the variables in the equation for percentage humidity (Y%):

- Y : Humidité absolue (Absolute humidity)
- Y_{sat} : Humidité absolue de l'air Saturé à la même température (Absolute humidity of saturated air at the same temperature)

1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

Humidité relative (HR ou ε) de l'air humide

- Aussi appelée hygrométrie

$$\varepsilon = \frac{\text{Masse de vapeur d'eau à la } T \text{ considérée}}{\text{Masse de vapeur d'eau pouvant saturer cet air}}$$

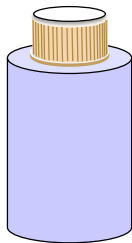
- Grandeur adimensionnelle comprise entre 0 et 1
- 1 représente de l'air saturé en humidité

1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

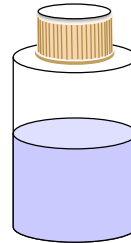
Humidité relative (HR ou ε) de l'air humide

- Explication : Prenant l'exemple d'une bouteille d'eau

- Elle peut être pleine
- C'est-à-dire contenir le maximum d'eau
- On ne peut plus rien rajouter



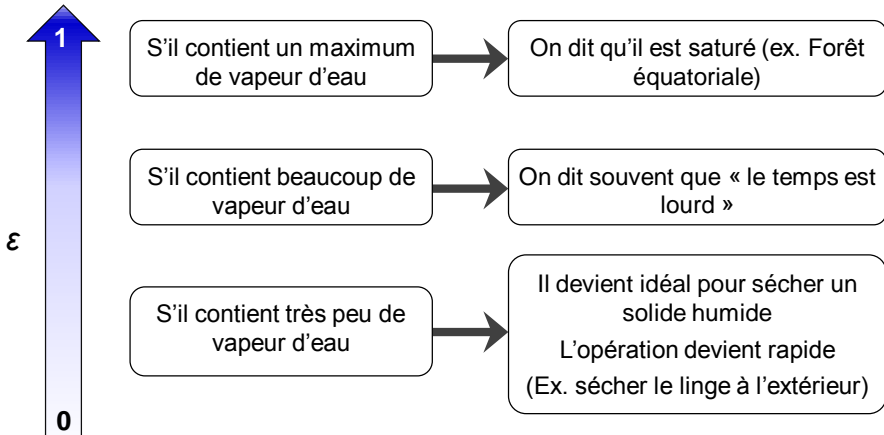
- Elle peut être partiellement pleine
- Elle peut donc dans ce cas recevoir une certaine quantité d'eau supplémentaire



1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

Humidité relative (HR ou ϵ) de l'air humide

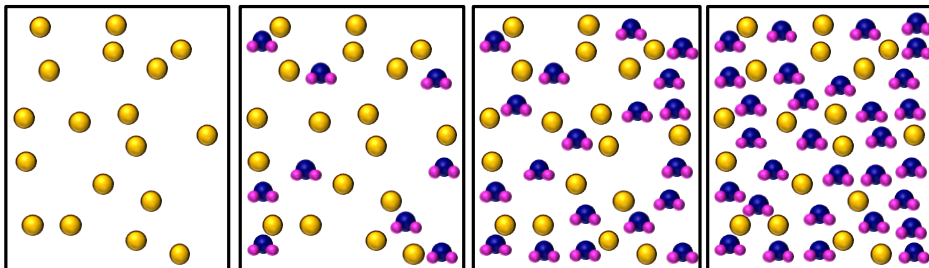
- Il en est de même pour l'air



1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

Humidité relative (HR ou ϵ) de l'air humide

- On peut aussi exprimer cette relation en pression de vapeur partielle de l'air (P_v)
- Si on admet que cette vapeur d'eau provoque naturellement une surpression due aux molécules d'eau en suspension dans l'air



$$\epsilon_1=0, P_{v1}$$

$$\epsilon_2, P_{v2}$$

$$\epsilon_3, P_{v3}$$

$$\epsilon_4=1 P_{Sat}$$

$$\epsilon_1 < \epsilon_2 < \epsilon_3 < \epsilon_4$$

$$P_{v1} < P_{v2} < P_{v3} < P_{Sat}$$

1.4. Grandeurs en relation avec l'air humide

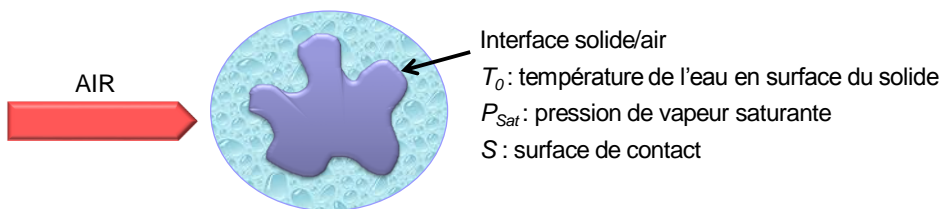
Humidité relative (HR ou ε) de l'air humide

$$\varepsilon = \frac{\text{Pression partielle de l'eau}}{\text{Pression de vapeur saturante}}$$

$$\varepsilon = \frac{P_V}{P_{Sat}}$$

$$HR(\%) = \frac{P_V}{P_{Sat}} \times 100$$

1.5. Paramètres à modifier pour agir sur la vitesse de séchage



T_{air} : température de l'air
 P_V : pression de vapeur partielle de l'air

$$V_s = \frac{S}{m_s} (P_{Sat} - p_v) V_{air} K$$

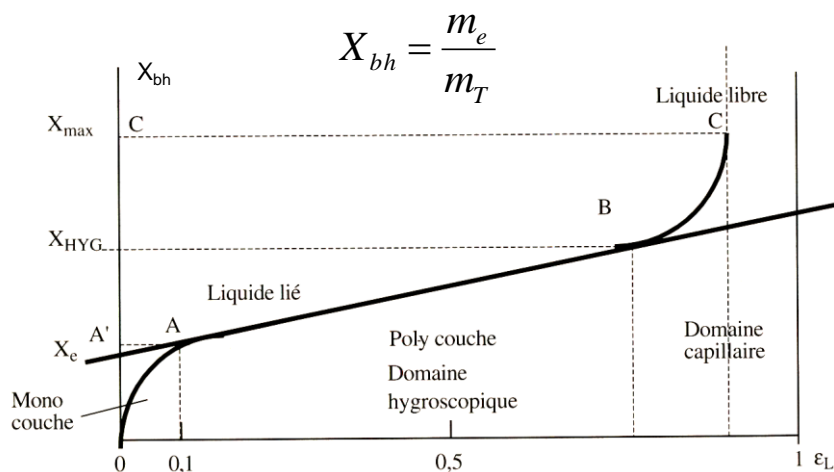
V_s : vitesse de séchage en kg.s^{-1} d'eau évaporée
 K : constante de transfert de matière
 V_{air} : Volume de l'air de séchage de matière

1.6. Evolution de la masse du produit au cours du séchage

- Pour caractériser la quantité d'eau contenue dans le produit humide, on peut utiliser les « isothermes de sorption »
- Courbe obtenue expérimentalement dans une atmosphère à humidité contrôlée
- Elle Traduit l'équilibre thermodynamique entre le produit et l'air ambiant lorsque l'humidité est fixée et contrôlée
- Tracé de X_{bh} en fonction de l'humidité de l'air ambiant en attendant l'équilibre entre les phases à chaque fois

1.6. Evolution de la masse du produit au cours du séchage

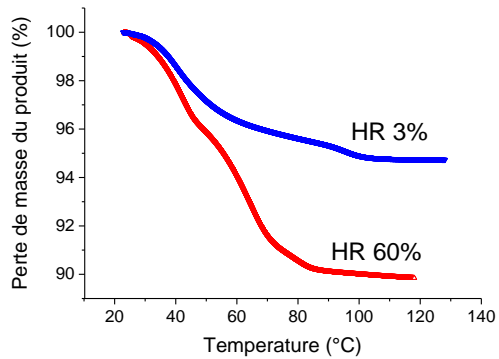
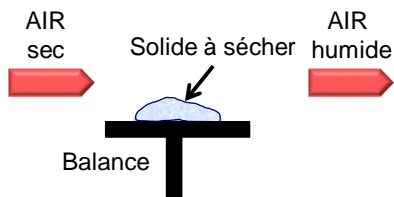
- ε : humidité relative de l'air



Isotherme de sorption type

1.6. Evolution de la masse du produit au cours du séchage

- Les isothermes de sorption sont souvent remplacés par l'analyse thermogravimétrique sous atmosphère à humidité contrôlée



2. Les cinétiques de séchage

- 2.1. Représentation du temps de séchage d'un produit humide
- 2.2. Evolution de la température de surface du produit en cours de séchage

2.1. Représentation des courbes de séchage d'un produit humide

—

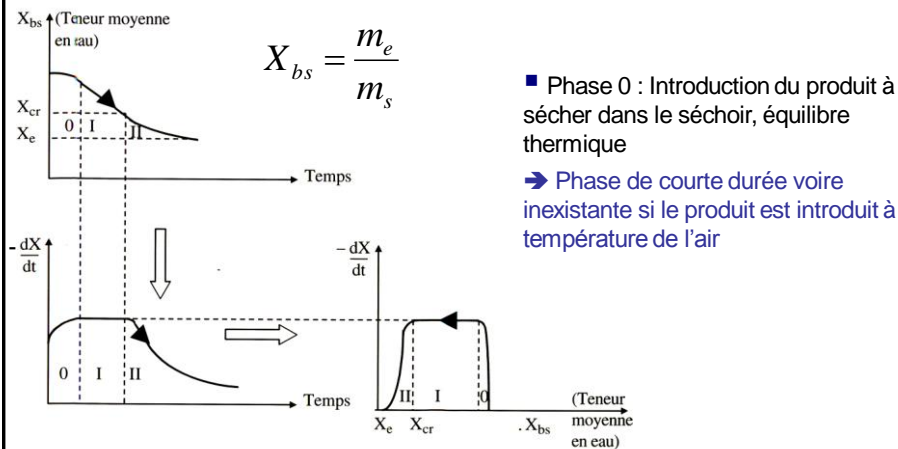
- La représentation des courbes de séchage est un des moyens de caractérisation des mécanismes de séchage d'un produit qui passe par la réalisation d'expériences en séchoir pilote
- Ces expériences sont réalisées dans des conditions opératoires parfaitement maîtrisées (P, T...etc)
- Les courbes de séchage permettent de connaître les informations sur :
 - La vitesse de séchage dX_{bs}/dt
 - L'humidité de l'air de séchage
 - Le conditionnement et la présentation du produit dans des conditions opératoires parfaitement maîtrisées

2.1. Représentation des courbes de séchage d'un produit humide

—

- Des moyens de mesure spécifiques permettent de suivre au cours du temps l'évolution au cours du séchage de
 - La masse de l'échantillon
 - la teneur en eau du produit
 - la vitesse de séchage
- Le produit est refroidi après séchage

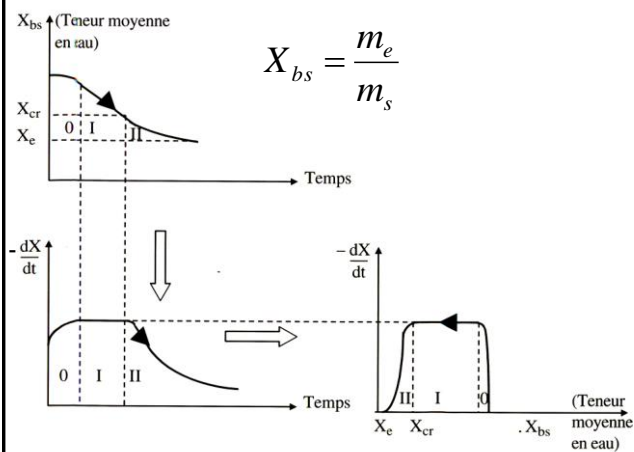
2.1. Représentation des courbes de séchage d'un produit humide



Représentation type des courbes de séchage d'un produit humide

- Phase I : Séchage à vitesse constante
- Élimination de l'eau libre*
- La température du produit reste constante et égale à la température humide de l'air de séchage
- Pour les produits sans eau libre, cette phase est inexistante

2.1. Représentation des courbes de séchage d'un produit humide

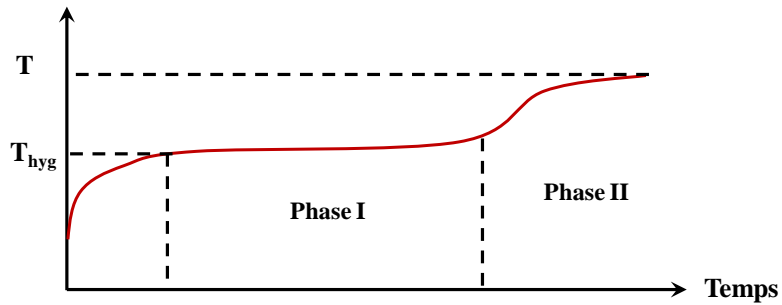


Représentation type des courbes de séchage d'un produit humide

- Phase II : Séchage à vitesse décroissante
- Élimination de l'eau liée*
- Au cours de cette phase, la température du produit augmente pour atteindre la température de l'air en fin de séchage

*Eau contenue dans les micro-pores ou l'eau adsorbée dans les pores du produit

2.2. Evolution de la température de surface du produit en cours de séchage



Evolution de la température de surface du produit en cours de séchage

- Le passage de la phase I à II est caractérisé par une humidité critique X_{cr}

3. Modes de séchage et appareillage

- 3.1. Généralités
- 3.2. Séchage par convection
- 3.3. Séchage par conduction
- 3.4. Séchage par rayonnement
- 3.5. Mélangeur-granulateur-sécheur
- 3.6. Représentation symbolique
- 3.7. Choix du mode de séchage

3.1. Généralités

- Les constructeurs proposent une grande variété d'appareils :
Séchoirs = Sécheurs.
- Il est possible de classer les sécheurs de différentes façons selon les critères retenus :
 - Selon le mode de mise en œuvre
 - Sécheurs continus (chargement et déchargement continu et automatique)
 - Sécheurs discontinus (chargement et déchargement par intermittence)
 - Selon le mode de transmission de la chaleur
 - Principalement : convection, conduction, rayonnement
 - Selon la pression qui règne dans l'enceinte de séchage
 - Pression atmosphérique ou sous vide partiel, etc
- Il existe des sécheurs mixtes
- Il existe des appareils de type mélangeur-granulateur-sécheur

3.1. Généralités

Différents modes de séchage et quelques exemples de sécheurs

Sécheurs convectifs	Sécheur à plateaux Sécheur à tapis Lits transportés pneumatiquement (Lits d'aire fluidisé, LAF) Atomiseurs
Sécheurs conductifs	Balayage à pression atmosphérique Séchage sous vide
Sécheurs rayonnants	Séchage par hautes fréquences Séchage par micro-ondes
Sécheurs mixtes	Sécheurs convectifs-conductifs Sécheurs convectifs-rayonnants Sécheurs conductifs-rayonnants

3.1. Généralités

Choix du mode de séchage

Création d'un maximum d'interface entre le produit à sécher et le milieu sec

Respecter les règles de sécurité

Respecter les propriétés d'usage des produits à sécher (produits thermosensibles)

Optimisation des transferts de matière et de chaleur

3. Modes de séchage et appareillage

- 3.1. Généralités
- 3.2. Séchage par convection
- 3.3. Séchage par conduction
- 3.4. Séchage par rayonnement
- 3.5. Mélangeur-granulateur-sécheur
- 3.6. Représentation symbolique
- 3.7. Choix du mode de séchage

3.2. Séchage par convection

Mode de séchage utilisé par la très grande majorité des installations de l'industrie chimique et pharmaceutique

La chaleur à transférer au milieu à sécher est apportée par un **gaz vecteur chaud** qui assure aussi le transport des vapeurs hors de l'enceinte de séchage.

3.2. Séchage par convection

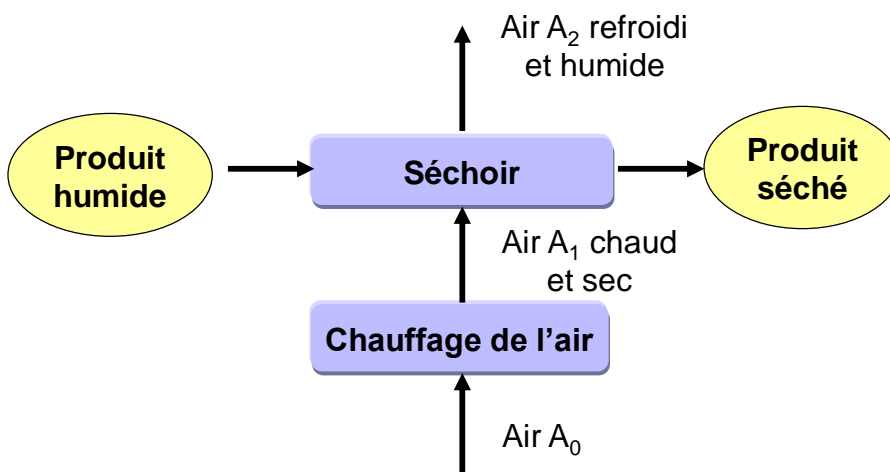
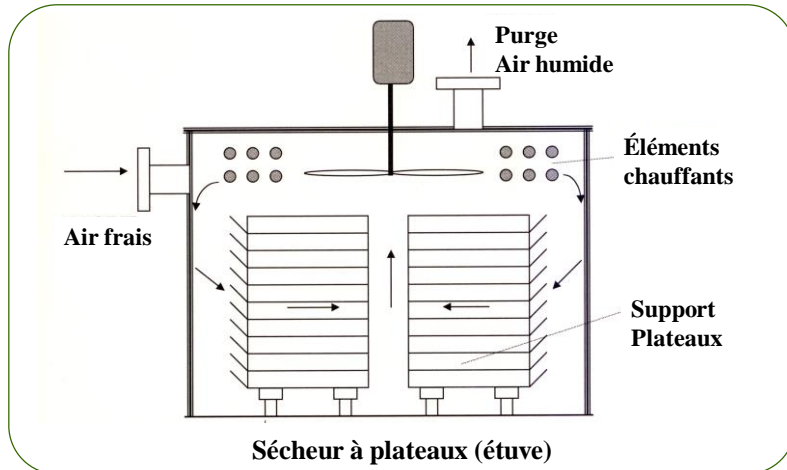


Schéma de principe d'un séchoir continu par convection

3.2. Séchage par convection

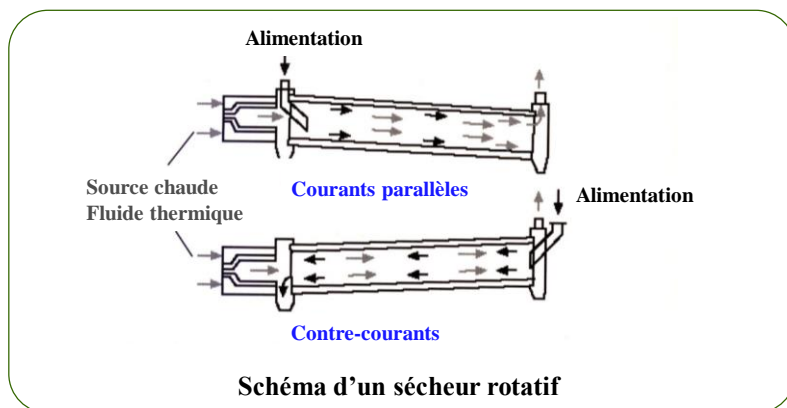
a. Sécheur à plateaux (étuve)



- Le produit à sécher est étalé en couches aussi régulières que possible sur des étagères (plateaux)
- La vitesse de séchage dépend de l'épaisseur du produit à sécher
- L'air préchauffé est soufflé sur le produit à sécher
- Sécheur utilisé pour les produits pâteux, granuleux ou encore gâteaux de filtration

2. Séchage par convection

b. Sécheur rotatif



- Alimentation en produit à sécher et en fluide thermique source de chaleur
- Le fonctionnement se fait soit à courants parallèles soit à contre-courants
- Possibilité de fonctionner sous vide
- La matière à sécher peut être agitée et mélangée grâce à une enceinte en rotation

3.2. Séchage par convection

c. Sécheur tapis

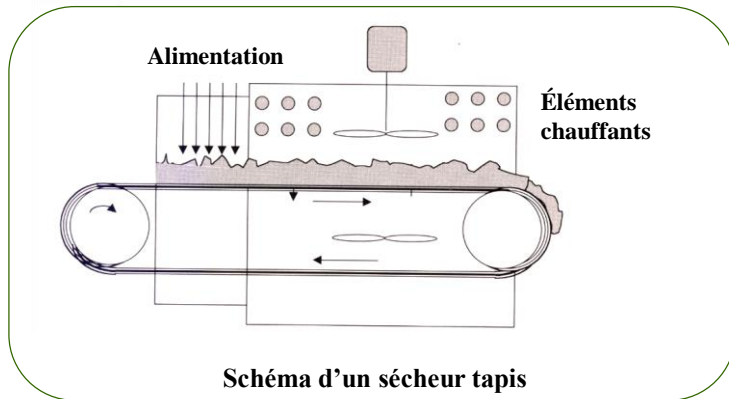


Schéma d'un sécheur tapis

3.2. Séchage par convection

d. Lits transportés pneumatiquement

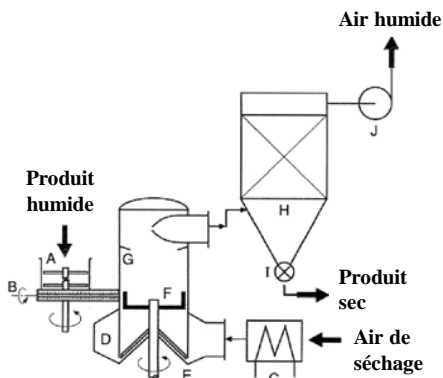
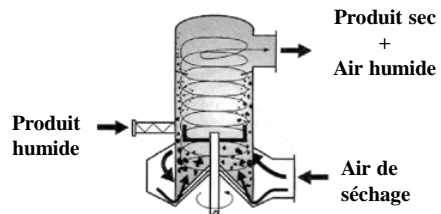


Schéma d'ensemble du sécheur

Sécheur pneumatique compact *Spin-Flash*® (d'après documentation APV Baker SA)



Chambre de séchage (détail de G)

- A Trémie d'alimentation agitée
- B vis d'alimentation à vitesse réglable
- C batterie de chauffage de l'air
- D distributeur d'air chaud
- E fente circulaire d'introduction de l'air dans la chambre
- F agitateur disperseur rapide (≈ 100 tr/min)
- G chambre de séchage
- H filtre
- I extraction
- J ventilateur d'extraction

3.2. Séchage par convection d. Lits transportés pneumatiquement

Principaux avantages

- La **cinétique de séchage est rapide** = temps de séjour du produit chauffé inférieur à 1 min.
- Le gaz à haute température (250 à 300°C) sans risque majeur pour le produit.
- Divers systèmes d'introduction du produit humide permettent de **traiter une large gamme de taux d'humidité initiale**.
- La chambre de séchage est **géométriquement simple** : tube, cylindre; son encombrement est souvent réduit.

Principaux inconvénients

- La **taille des particules du solide doit être faible**, inférieure au millimètre.
- Le solide peut subir des chocs importants.
- Une très faible humidité résiduelle n'est pas accessible.
- Nécessité d'un dispositif performant de séparation solide-gaz.
- Le séchage à l'air introduit un **risque d'explosion**.

3.2. Séchage par convection e. Sécheur par pulvérisation (atomiseur)

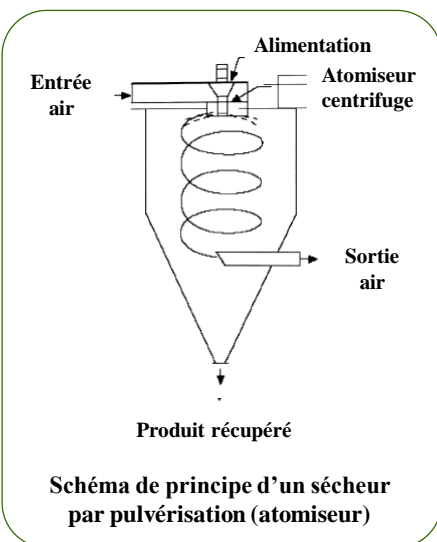
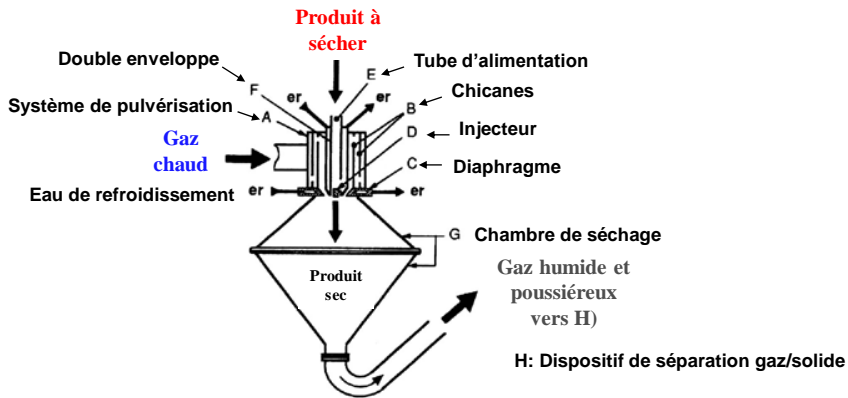


Schéma d'une buse d'atomiseur



- Cette méthode consiste à enlever l'eau du produit à sécher en le pulvérisant dans un grand courant d'air chaud.
- Possibilité de sécher en continu
- Opération rapide
- Permet de transformer des produits liquides éventuellement thermosensibles en poudre destinée aux industries **pharmaceutique, agro-alimentaire et chimique**.

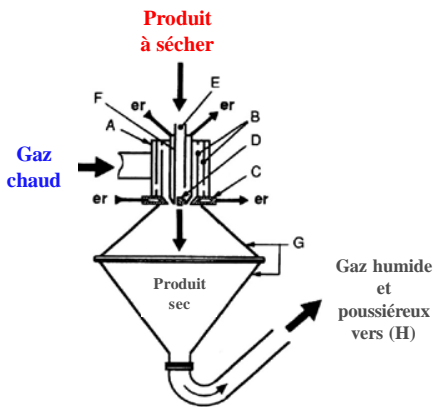
3.2. Séchage par convection e. Sécheur par pulvérisation (atomiseur)



Sécheur par atomisation *Leafflash*® (d'après documentation Rhône-Poulenc, Centre de Recherches d'Aubervilliers et Aoustin SA)

La pulvérisation de la suspension à sécher est directement réalisée par les gaz chauds de séchage. Elle n'est assistée par aucun moyen annexe tel qu'une buse, ce qui confère au système une grande fiabilité.

3.2. Séchage par convection e. Sécheur par pulvérisation (atomiseur)



- A Système de pulvérisation
- B Chicane
- C Diaphragme
- D Injecteur
- E Tube d'alimentation
- F Double enveloppe
- G Chambre de séchage
- H Dispositif de séparation gaz/solide
- er Eau de refroidissement

- Le gaz chaud est mis en rotation dans le système de pulvérisation (A).
- Le gaz converge au travers d'un diaphragme (C) au centre duquel est distribuée (sans pression) la suspension par un injecteur (D).
- Vitesse élevée d'éjection des gaz et de leur mouvement de rotation.
- Le diaphragme (C) ainsi que le tube d'alimentation (E) et la double enveloppe (F) sont refroidis par circulation d'eau (er).
- Le séchage s'effectue dans une chambre de forme biconique (G) à la sortie de laquelle se trouve le dispositif de séparation gaz/solide (H).

3.2. Séchage par convection e. Sécheur par pulvérisation (atomiseur)

Principaux avantages

- Les atomiseurs sont bien adaptés aux suspensions en évitant la filtration intermédiaire.
- Le **temps de séchage est très court**, inférieur à 1 min, d'où la possibilité d'un gaz entrant à haute température (250 à 300 °C).
- Une grande partie du **solide est séparée du gaz** dans la chambre de séchage.

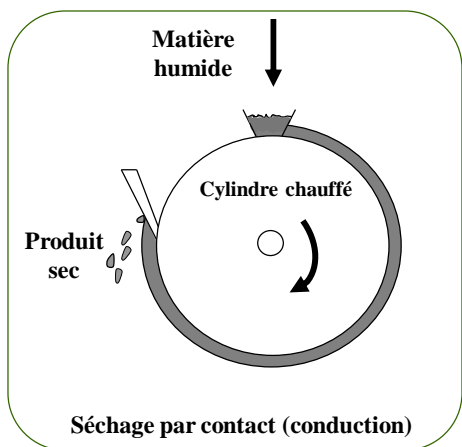
Principaux inconvénients

- Une très faible humidité résiduelle n'est guère accessible.
- La chambre de séchage est volumineuse.

3. Modes de séchage et appareillage

- 3.1. Généralités
- 3.2. Séchage par convection
- 3.3. Séchage par conduction
- 3.4. Séchage par rayonnement
- 3.5. Mélangeur-granulateur-sécheur
- 3.6. Représentation symbolique
- 3.7. Choix du mode de séchage

3.3. Séchage par conduction

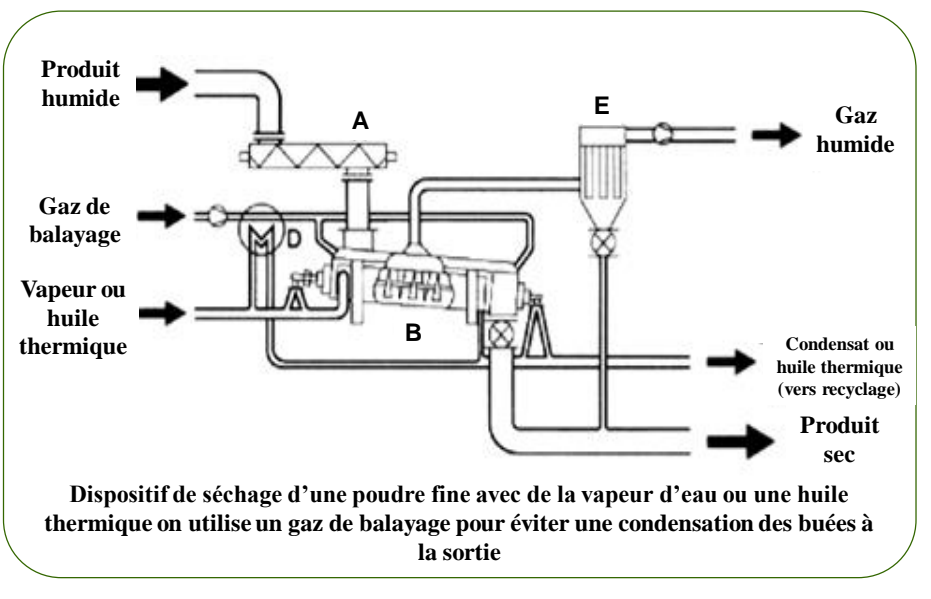


- L'énergie thermique nécessaire au séchage est transférée au produit par contact direct de celui-ci avec une surface d'échange thermique.
- Possibilité de séchage de produits liquides, solides pâteux, pulvérulents ou en suspension.
- La diminution de la température de séchage s'obtient sous pression réduite.

3. Séchage par conduction

Balayage à pression atmosphérique

A : vis sans fin, B : enceinte de séchage, C : condenseur, D : réchauffeur du gaz de balayage, E : filtre.



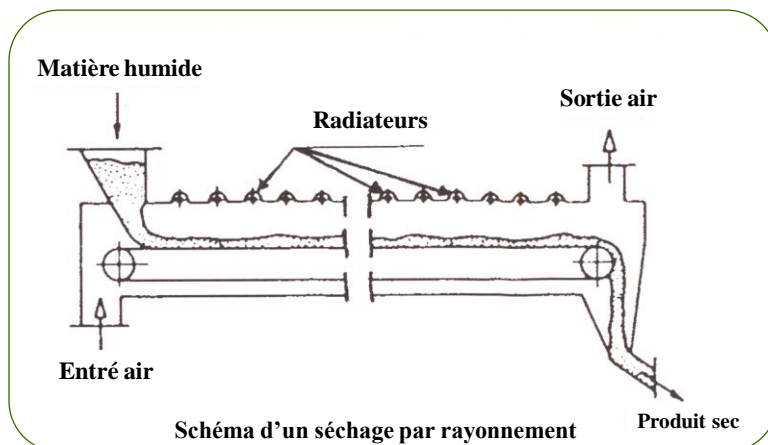
3.3. Séchage par conduction

- Les vapeurs du liquide évaporé sont soit **évacuées** par un courant de gaz à pression atmosphérique, soit **aspirées** par un circuit de vide.
- La séparation des fonctions apport de chaleur par un fluide caloporteur, d'une part, et évacuation des buées, d'autre part, **améliore la gestion de l'énergie**.
- En effet, le fluide caloporteur n'étant pas chargé des vapeurs de liquide évaporé, il peut être **recyclé** directement à l'entrée du sécheur après passage dans un dispositif de réchauffage.

3. Modes de séchage et appareillage

- 3.1. Généralités
- 3.2. Séchage par convection
- 3.3. Séchage par conduction
- 3.4. Séchage par rayonnement
- 3.5. Mélangeur-granulateur-sécheur
- 3.6. Représentation symbolique
- 3.7. Choix du mode de séchage

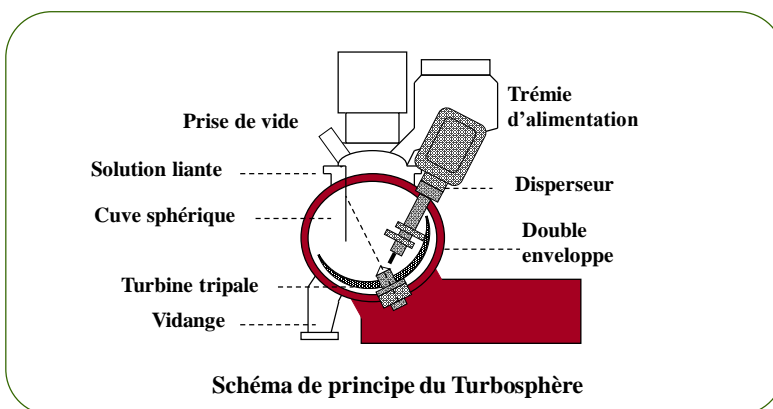
3.4. Séchage par rayonnement



- L'échange thermique est obtenu par :
 - Absorption par le solide humide de chaleur émanant de rayons infrarouges.
 - Ou friction moléculaire du liquide contenu dans le solide humide soumis à un champ électromagnétique à hautes fréquences (micro-ondes).






3.5. mélangeur- Granulateur- Sécheur

Séchage inclus dans d'autres appareils tels que le mélangeur, granulateur, sécheur

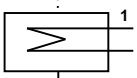
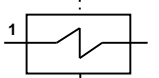

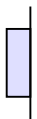


- Le séchage du granulé est assuré par la double enveloppe.
- Refroidissement par diminution de la température du granulé.

3.6. Représentation symbolique

<i>Production</i>	Désignation	Symbole NF E 04-202-4
Symboles généraux	Source de chaleur (foyer)	
	Chauffage électrique	
Symboles particuliers	Chauffage électrique direct	
	Chauffage électrique par résistance	
	Brûleur (symbole général, combustible solide, liquide ou gazeux)	

3.6. Représentation symbolique

<i>Transfert thermique</i>	Désignation	Symbole NF E 04-202-4
Symboles particuliers	Refroidisseur (1 caloporteur)	
	Réchauffeur (1 caloporteur)	
	Echangeur à serpentin	
	Echange thermique par double enveloppe	

3. Modes de séchage et appareillage

- 3.1. Généralités
- 3.2. Séchage par convection
- 3.3. Séchage par conduction
- 3.4. Séchage par rayonnement
- 3.5. Mélangeur-granulateur-sécheur
- 3.6. Représentation symbolique
- 3.7. Choix du mode de séchage

3.7. Choix du mode de séchage

—

En fonction du matériau de construction du sécheur

- ⊕ Le liquide, en particulier l'eau, peut y concentrer des ions corrosifs tels que les chlorures, en situation favorable pour aggraver la corrosion du matériau métallique constituant le sécheur :
 - Risque de la pollution du produit sec par des métaux indésirables.
 - Risque de la dégradation rapide du matériel.
- ⊕ Il est donc important de veiller, lors de l'étude du séchage, à la **compatibilité du matériau du sécheur avec le milieu à sécher**, ce qui peut limiter le choix des technologies adaptées au cas à traiter.

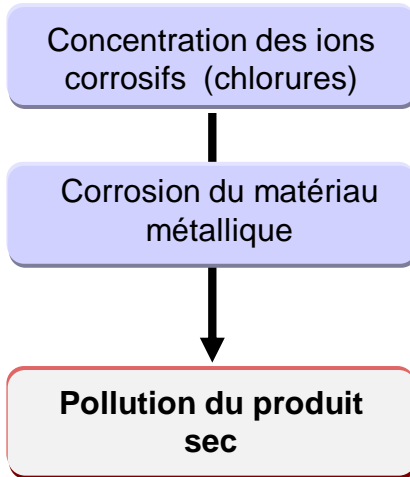
- Le séchage est une opération complexe à optimiser, c'est une étape critique dans un procédé
- Cette opération unitaire conditionne très souvent la qualité finale du produit
- Elle intervient d'une façon significative dans le bilan énergétique global
- L'opération de séchage nécessite de respecter les conditions de sécurité

4. Sécurité de l'opération de séchage

- 4.1. Risques de pollution du produit sec
- 4.2. Risques d'explosion
- 4.3. Conditions d'explosion
- 4.4. Moyens préventifs de protection des sécheurs

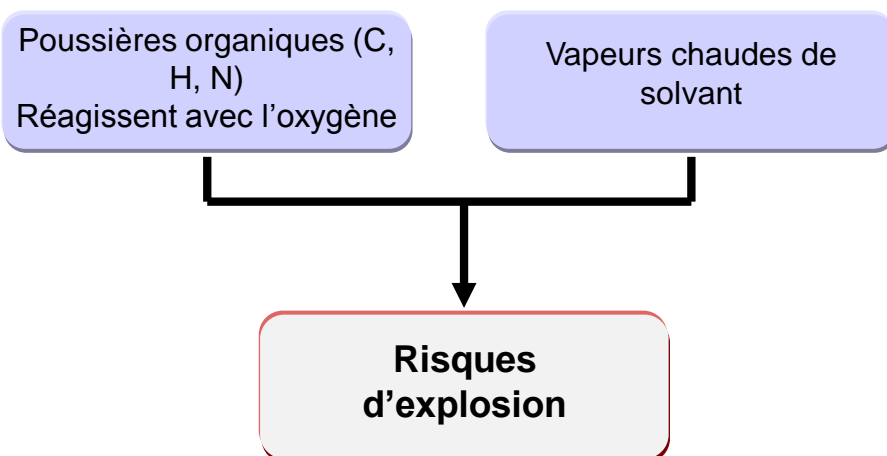
4. Sécurité de l'opération de séchage

4.1. Risques de pollution du produit sec



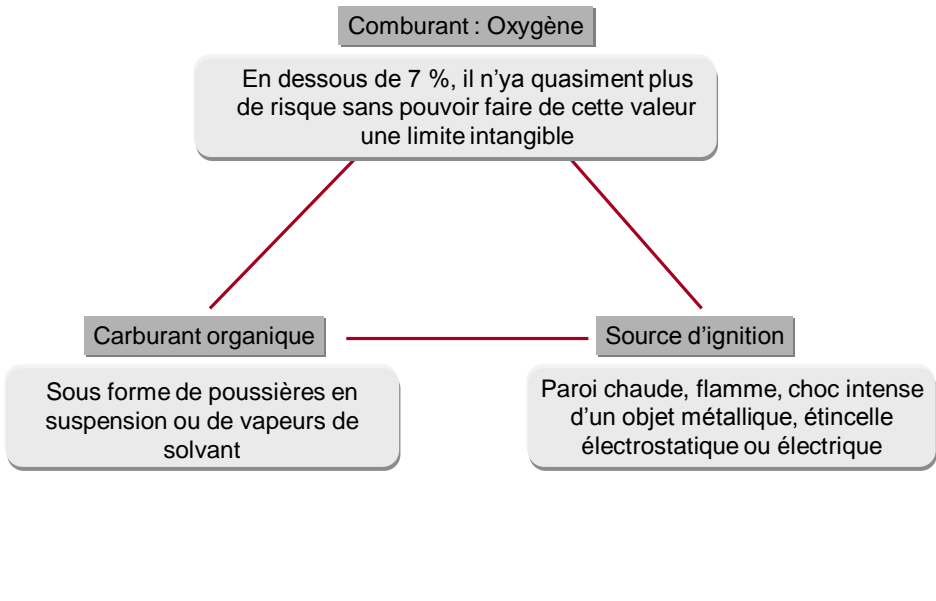
4. Sécurité de l'opération de séchage

4.2. Risques d'explosion



4. Sécurité de l'opération de séchage

4.3. Conditions d'explosion



4. Sécurité de l'opération de séchage

4.4. Moyens préventifs

❑ Action sur la source d'ignition :

- Entretien et propreté de l'appareil.
- Contrôle des parties métalliques surtout celles qui sont mobiles.

❑ Action sur la concentration du carburant

- La concentration en carburant (poussières) doit être largement hors de la zone d'explosivité du mélange : Propreté de l'appareil.

❑ Action sur la teneur en oxygène

Injection dans le sécheur d'un courant d'azote destiné à réduire significativement la teneur en oxygène dans le sécheur.

- ➔ Contrôler le débit d'azote.
- ➔ Contrôler la concentration en oxygène de l'atmosphère du sécheur.
- ➔ Recycler l'azote à l'entrée du sécheur ce qui complique l'installation du sécheur et augmente le coût.