

Université A.MIRA-BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés

Cours des opérations unitaires Fluide /Solide

Réalisé par Dr. Lamia KHENNICHE

PREAMBULE

Ce polycopié est destiné aux étudiants de master 1 en génie pharmaceutique axé sur les opérations de séparation des mélanges impliquant des fluides et des liquides. Il couvre probablement divers aspects liés à la séparation, à la filtration et à la purification des produits chimiques et pharmaceutiques.

Contenu du polycopié

Le contenu de ce cours est consacré aux opérations unitaires utilisées pour séparer des mélanges de type fluide/solide. La cristallisation, opération unitaire cruciale dans diverses industries, y compris l'industrie pharmaceutique et chimique pour purifier des substances et produire des cristaux de haute qualité est abordée dans le premier chapitre.

Le second chapitre est dédié à la sédimentation. Cette dernière est une opération utilisée pour séparer les particules solides d'un liquide en les laissant se déposer sous l'effet de la gravité. Pour comprendre ce processus, la théorie de Kynch importante pour comprendre le processus de sédimentation a été développée, car elle aide à prédire la vitesse à laquelle les particules se déposent et à optimiser la conception des décanteurs.

Dans le troisième chapitre, la théorie de la filtration à débit constant et à pression constante a été présentée. La loi de Ruth dans le cas des gâteaux compressibles sont développés.

L'opération du séchage des solides a été introduite dans le dernier chapitre. Plusieurs points importants en rapport avec cette opération sont développés à savoir : des généralités sur le séchage, les modes de séchage (continu, discontinu, contre-courant, co-courant, par convection, conduction etc...), les mécanismes de séchage, l'établissement des bilans matière et enthalpique pour un sécheur, l'étude de la cinétique du séchage et le calcul de la vitesse et la durée de séchage, les différents types de sécheurs et les critères de choix d'un sécheur,

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
------------------------------	----------

CHAPITRE I : CRISTALLISATION

I.1	.Introduction	2
I.2	Notions fondamentales	3
I.2.a	Les mélanges	3
I.2.b	Dissolution	3
I.2.c	Etat de la matière	3
I.3	Définition de la cristallisation	4
I.4	Solubilité et sursaturation	5
I.5	Courbe de solubilité et métastabilité	7
I.6	Mécanismes de cristallisation	8
I.6.1	Etape de nucléation	8
I.6.2	Etape de croissance	9
I.7	Modes de création de la sursaturation	10
I.7.1	Procédés thermiques	10
I.7.1.a	Refroidissement simple	10
I.7.1.b	Évaporation de solvant	14
I.7.1.c	Refroidissement sous vide	14
I.7.2	Procédés chimiques ou physico-chimiques	15
I.7.2.a	Addition d'un tiers solvant	15
I.7.2.b	Cristallisation extractive	15

I.7.2.c	Cristallisation adductive	16
I.7.2.d	Précipitation	16
I.8	Ensemencement	17
I.9	Facteurs affectant le processus de cristallisation	18
I.9.a	la vitesse d'agitation	18
I.9.b	la température	18
I.9.c	la viscosité	18
I.9.d	la vitesse de refroidissement	18
I.9.e	Incidence des impuretés	18
I.10.	Bilans dans les cristallisoirs	19
I.10.a	Bilan matière	19
I.10.b	Bilan de chaleur	20
I.11	Choix du procédé de cristallisation	22
I.12	Types de cristallisoirs	23
I.12.1	Cristallisoir par refroidissement simple	24
I.12.2	Cuves agitées en série	27
I.12.3	Cristallisoirs par évaporation	27
I.12.4	Cristallisoirs sous vide	28
I.12.5	Cristallisoirs à lit fluidisé	29
CHAPITRE II : CENTRIFUGATION		
II.1	Introduction	30
II.2	Forme de la surface libre du liquide	31
II.3	Effet centrifuge	31

II.4	Principe de l'opération de centrifugation	32
II.5	Types de centrifugation	34
II.5.1	La décantation centrifuge	34
II.5.2	Equipement de la décantation centrifuge	37
II.5.2.1	Centrifugation à vitesse modérée	37
II.5.2.2	Centrifugeuse à grande vitesse	38
II.6	Filtration centrifuge (essorage)	39
II.6.1	Différentes phases d'un cycle tournant de fonctionnement d'uneessoreuse centrifuge	40
II.6.2	Lois de débit de filtration	41
II.6.3	Différents types d'essoreuses centrifuges	41
II.6.3.1	Essoreuses discontinues	41
II.6.3.1	Essoreuses continues	43
	CHAPITRE III : SEDIMENTATION ET DECANTATION	
III.1	Introduction	46
III.2	Définition du procédé	47
III.3	Principe de la décantation	48
III.4	Types de décantation	49
III.5	Indices de la décantabilité	50
III.5.1	L'Indice de Mohlman	50
III.5.2	Indice de boue (Taux de boue)	51
III.6	Facteurs régissant sur la séparation par décantation	52
III.7	Vitesse de sédimentation	53

III.7.a	Cas de suspension diluée (faible concentration)	53
III.7.b	Cas de suspension concentrée	55
III.8	Théorie de Kynch	56
III.9	Courbe de Kynch	56
III.10	Aspects technologiques	58
III.10.1	Décantation statique	58
III.10.1.a	Décanteurs circulaires raclés	58
III.10.1.b	Décanteurs rectangulaires	59
III.10.2	Décantation lamellaire	60
CHAPITRE IV : FILTRATION		
IV.1	Introduction	62
IV.2	Définition de l'opération de filtration	62
IV.3	Objectifs de l'opération	62
IV.4	Filtration en profondeur	63
IV.5	Filtration sur support	63
IV.6	Pression de filtration	64
IV.7	Équation différentielle de base	65
IV.7.1.	Loi de Darcy	65
IV.7.2	Masse du gâteau déposée	66
IV.7.3	Résistance spécifique	68
IV.8	Filtration idéale	70
IV.8.1	Débit de filtration	70
IV.8.2	Filtration à débit constant	70

IV.8. 3	Filtration sous pression constante : Loi théorique	72
IV.8. 3.a	Tracé expérimental de la droite ($t/V, V$)	73
IV.8 3.b.	Équation de Ruth	73
IV.7. 4	Gâteaux compressibles	74
IV.8.4.a	Répartition des pressions dans le gâteau	74
IV.8.4.b	Exercice d'applications	77
CHAPITRE V : SECHAGE DES SOLIDES		
V.1	Introduction	79
V.2	Définition du séchage	80
V.3	Comment se présente l'eau dans un matériau	81
V.4	Intérêt du séchage	
V.5	Terminologie liée au solide à sécher	83
V.5.1	Humidité	83
V.5.2	Taux d'humidité	83
V.5.3	Humidité relative	83
V.5.4	Hygroscopicité	83
V.5.5	Taux d'humidité à l'équilibre	84
V.5.6	Matériau anhydre	84
V.6	Grandeurs caractéristiques des gaz humides	85
V.6.1	Pression de l'air humide	85
V.6.2	Pression de vapeur saturante et degré hygrométrique	85
V.6.3	Humidité absolue	86

V.6.4	Point de rosée	86
V.6.5	Température sèche et température humide du gaz	86
V.6.6	Enthalpie de l'air humide	87
V.7	Diagrammes de l'air humide	88
V.7.1	Température sèche	88
V.7.2	L'humidité absolue	88
V.7.3	Température de rosée	89
V.7.4	Humidité relative ou pourcentage d'humidité	89
V.7.5	Enthalpie de l'air humide	90
V.7.6	Température humide de l'air	90
V.8	CINETIQUE DE SECHAGE	95
V.8.1	Comportement d'un solide humide au contact de l'air	95
V.8.1.a.	Séchage et mouillage d'un solide	95
V.8.2	Activité de l'eau	96
V.8.3	Isotherme d'adsorption et de désorption de l'eau	98
V.8.4	Types de séchage	99
V.8.4.1	Séchage par convection	100
V.8.4.2	Séchage par conduction	101
V.8.4.3	Séchage par rayonnement	102
V.8.4.4.	Séchage sous vide	103
V.8.4.5	Séchage par perte diélectrique	103
V.8.4.6	Séchage par lyophilisation	103
V.8.5	Modes de séchage	103

V.8.5.1	Séchage mécanique	103
V.8.5.2	Séchage chimique	103
V.8.5.3	Séchage thermique	105
V.8.5.3.a	Séchage par ébullition	105
V.8.5.3.b	Séchage par entraînement	106
V.8. 6.	Choix du procédé de séchage	107
V.8.7	Cinétique de séchage	107
V.8.7.1	Période de mise en température (Phase 0)	109
V.8.7.2	Période à allure constante (Phase 1)	109
V.8.7.3	Période de ralentissement (Phase 2)	110
V.8.8	La durée de séchage	110
V.8.8.1	Calcul de la durée de séchage pour la période à flux d'évaporation constant (t_1)	110
V.8.8.2	Calcul de la durée de séchage pour la période à flux d'évaporation ralenti (t_2)	111
V.8.9	Influence des caractéristiques de l'air sur la cinétique de séchage	112
V.8.9.1	Influence de la température de l'air	112
V.8.9.2	Influence de la vitesse de l'air	112
V.8.9.3.	Influence de l'humidité de l'air	113
V.8.10	Bilan sur un Séchoir fonctionnant d'un manière isenthalpique et à contre-croisé	113
Annexe		

INTRODUCTION

Un procédé de fabrication d'un produit peut être décomposé en une succession d'opérations qui constituent ses étapes importantes. L'opération aura lieu dans un réacteur dans laquelle se déroulent les réactions chimiques et les opérations de séparations qui sont destinées à séparer et purifier les constituants d'un mélange.

Un mélange peut se présenter sous forme hétérogène (plusieurs phases) ou homogène (une seule phase). La séparation des mélanges hétérogènes se fait par décantation quant à la séparation du mélange homogène celle-ci nécessite la mise en œuvre de procédés parfois complexes. Le choix de la technique de séparation des mélanges dépend donc de leur nature. Par exemple, un mélange fluide/ solide peut être séparé par sédimentation, filtration ou centrifugation et deux liquides non miscibles peuvent facilement être séparés par décantation.

Dans ce cours, quatre opérations unitaires à savoir : la filtration, la sédimentation et la décantation, le séchage des solides et la cristallisation, sont présentées.

Opération de cristallisation

I.1.Introduction

La cristallisation est le processus par lequel les cristaux se forment. C'est une technique importante dans de nombreux domaines, notamment en chimie, en génie chimique, et dans l'industrie pharmaceutique. Lors de la cristallisation, des particules dissoutes dans un liquide se regroupent pour former des cristaux solides. La formation de cristaux peut être influencée par de nombreux facteurs, tels que la température, la concentration de la solution, la vitesse de refroidissement, et la présence d'impuretés.

Les cristaux ont une structure ordonnée à l'échelle atomique ou moléculaire, ce qui leur donne leurs propriétés géométriques distinctives. Ils sont utilisés dans de nombreuses applications, allant des produits pharmaceutiques aux matériaux semi-conducteurs, en passant par les cristaux liquides utilisés dans les écrans d'ordinateur. La cristallisation est également un moyen courant de purification dans les laboratoires de chimie.

La nucléation et la croissance des cristaux sont des étapes fondamentales pour obtenir des cristaux de la taille, de la forme, et de la pureté souhaitées. Voici un peu plus de détails sur ces deux étapes clés :

1. **Nucléation** : Il s'agit du processus par lequel de petites particules cristallines appelées "noyaux" se forment à partir des solutés dissous dans la solution. Ces noyaux servent de base pour la croissance ultérieure des cristaux. La nucléation peut être homogène, où des noyaux se forment spontanément dans la solution, ou hétérogène, où les noyaux se forment sur des surfaces solides ou des impuretés présentes dans la solution. La maîtrise de la nucléation est essentielle pour obtenir le nombre de cristaux souhaité et pour éviter des problèmes tels que l'aggrégation.
2. **Croissance** : Une fois que les noyaux sont formés, ils commencent à croître en incorporant des solutés de la solution. La cinétique de croissance détermine la taille finale des cristaux. Elle peut être contrôlée par des paramètres tels que la température, la sur-saturation, la vitesse d'agitation, et la concentration de solutés dans la solution. La croissance peut être régulée pour obtenir des cristaux de la taille et de la forme désirés.

La compréhension des cinétiques de nucléation et de croissance est cruciale pour la conception de procédés de cristallisation efficaces, car elle permet de contrôler les propriétés des cristaux produits, y compris leur pureté, leur morphologie et leur distribution granulométrique. Elle contribue également à des économies de temps et d'énergie, et à une meilleure gestion des ressources.

I.2. Notions fondamentales

I.2.a. Les mélanges

Les mélanges sont des combinaisons de deux ou plusieurs substances, mais ils peuvent être classés en deux catégories principales en fonction de leur uniformité et de leur aspect visuel :

1. **Mélange homogène (ou monophasique)** : Dans un mélange homogène, les différentes substances qui le composent sont réparties de manière uniforme à l'échelle microscopique, de sorte que vous ne pouvez pas les distinguer les unes des autres à l'œil nu. Les mélanges homogènes sont également appelés "solutions". Un exemple courant est une solution de sel de table dans l'eau. Même si le sel est présent, vous ne pouvez pas le voir car il est complètement dissous dans l'eau.
2. **Mélange hétérogène** : Dans un mélange hétérogène, les différentes substances ne sont pas uniformément réparties et peuvent être distinguées à l'œil nu ou à l'aide d'un microscope. Chacun de ces composants est distinct et maintient sa propre identité dans le mélange.

La distinction entre ces deux types de mélanges est importante dans la chimie et la science des matériaux, car elle influe sur les propriétés et les comportements des mélanges. La séparation et l'analyse des composants dans un mélange dépendent généralement de la nature du mélange (homogène ou hétérogène).

I.2.b. Dissolution :

Tout à fait, la dissolution est un processus clé en chimie. Elle se produit lorsqu'un soluté (une substance qui doit être dissoute) est incorporé dans un solvant (le milieu dans lequel le soluté est dissous), formant ainsi une solution homogène. Les facteurs qui influencent la solubilité d'un soluté dans un solvant peuvent varier en fonction de la nature des substances impliquées. Voici quelques-uns de ces facteurs : la nature du soluté, la nature du solvant, la température de la solution, la pression, etc.

Comprendre ces facteurs est essentiel en chimie pour prédire comment les substances se comporteront lorsqu'elles sont mélangées. Les lois de la thermodynamique et de la cinétique chimique sont souvent utilisées pour modéliser et prédire la dissolution des solutés dans les solvants.

I.2.c. Etat de la matière

Les solides, que ce soit sous forme cristalline ou amorphe (Figure I.1), présentent des structures et des propriétés distinctes en fonction de l'arrangement des atomes, ions, molécules, ou autres unités de croissance qui les composent. Voici quelques différences clés entre les solides cristallins et amorphes :

Solides Cristallins :

1. **Structure ordonnée** : Les solides cristallins ont une structure tridimensionnelle ordonnée et périodique, où les unités de croissance sont arrangées selon un motif cristallin précis. Cela signifie que la position de chaque atome ou molécule est déterminée de manière prévisible dans l'espace.
2. **Point de fusion défini** : Les solides cristallins ont un point de fusion bien défini, à une température spécifique à laquelle les forces intermoléculaires sont surmontées, et le solide devient un liquide.
3. **Ordre à longue distance** : Dans les cristaux, l'ordre est maintenu sur de longues distances, ce qui donne aux cristaux leur aspect régulier et bien défini.
4. **Propriétés spécifiques** : Les cristaux ont des propriétés spécifiques, telles que l'indice de réfraction, la biréfringence, la diffraction des rayons X, et des propriétés électriques qui sont liées à leur structure cristalline.

Solides Amorphes :

1. **Structure désordonnée** : Les solides amorphes, tels que le verre, ont une structure désordonnée où les unités de croissance ne sont pas arrangées de manière périodique. Cela signifie que la position des atomes ou molécules n'a pas de motif régulier à longue distance.
2. **Point de transition vitreuse** : Les solides amorphes ne possèdent pas un point de fusion défini, mais ils présentent plutôt un point de transition vitreuse où le matériau passe de l'état solide à l'état vitreux. Ce point est généralement moins net que le point de fusion des cristaux.
3. **Ordre à courte distance** : Les amorphes peuvent avoir de l'ordre à courte distance, où les premiers voisins sont arrangés de manière relativement ordonnée. Cependant, cet ordre n'est pas maintenu sur de longues distances.
4. **Propriétés spécifiques** : Les solides amorphes ont des propriétés différentes de celles des cristaux en raison de leur structure désordonnée. Ils ont souvent des propriétés optiques différentes, comme la transparence, et peuvent présenter des transitions vitreuses ou élastiques.

En résumé, la différence fondamentale réside dans l'arrangement des unités de croissance dans la structure du solide. Les cristaux ont un arrangement périodique, tandis que les amorphes ont un arrangement non périodique, ce qui a un impact significatif sur leurs propriétés et leur comportement.

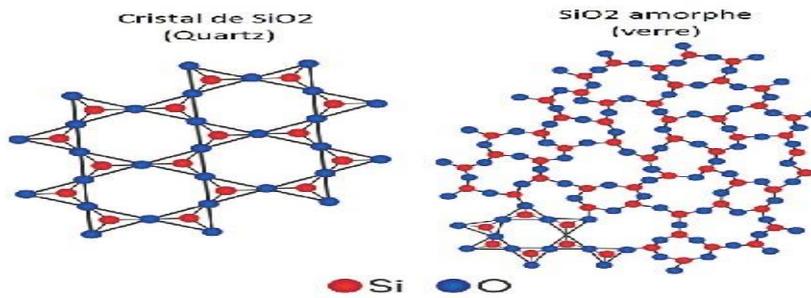


Figure I.1. Représentation schématique de la structuration d'un amorphe, par rapport à un cristal

I.3.Définition de la cristallisation

La cristallisation est une opération unitaire du génie chimique qui consiste à isoler un produit sous forme de cristaux. C'est l'une des plus anciennes opérations physiques qui permet d'obtenir des cristaux solides à partir d'une autre phase (évaporation de l'eau de mer pour isoler du sel). On distingue :

1. *La cristallisation à partir de la phase vapeur:* des cristaux peuvent être obtenus par refroidissement d'une phase vapeur. la mélamine et l'anhydride phtalique sont obtenus par ce procédé.
2. *La cristallisation à partir d'une phase liquide (bains fondus),* appelée communément la solidification cristalline, est principalement utilisée dans l'industrie des métaux. C'est le procédé le plus performant pour l'obtention de composés organiques de grande pureté. (Fabrication du silicium destiné aux cellules photovoltaïques).
3. *La cristallisation en solution, à partir d'une phase dissoute,* est l'opération de séparation la plus importante dans le domaine de l'industrie pharmaceutique et de la chimie fine. Exemples : sel, sucre.....

Comme il a été cité auparavant, les cristaux produits doivent répondre à des spécifications bien déterminées, comme la phase cristalline, le faciès, la pureté, la solidité, la taille, ...etc, En effet, ces propriétés conditionnent la vitesse de dissolution in vivo des médicaments, ou biodisponibilité, et donc de ce fait l'effet du principe actif dans l'organisme.

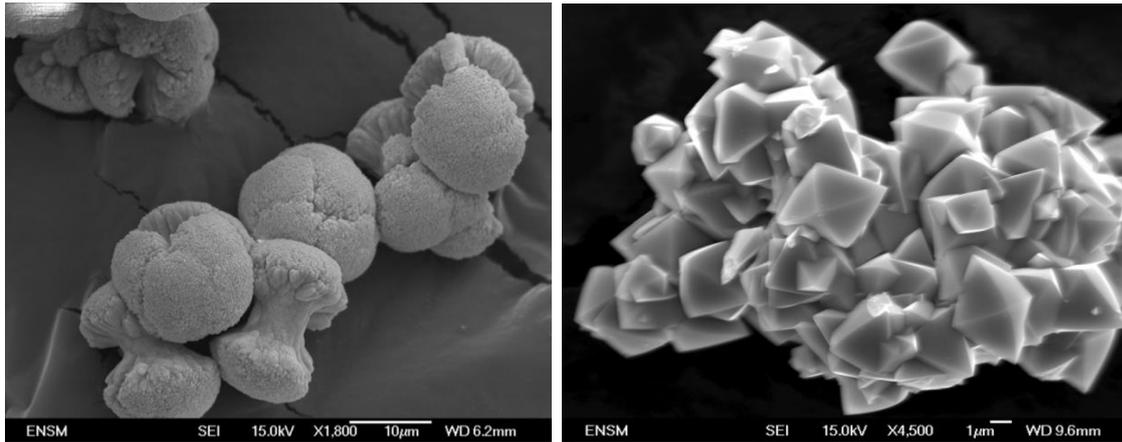


Figure I.2. Cristaux de molybdate de strontium (SrMoO_4) à différents faciès)

La figure I.2 présente deux types de faciès pour les cristaux de molybdate de strontium (SrMoO_4). Ces deux types de cristaux ne sont pas utilisés dans le même domaine.

I.4. Solubilité et sursaturation

Lors de la dissolution d'un composé dans un solvant, il existe une limite au-delà de laquelle le soluté ne se dissout plus. Cette limite traduit un équilibre entre le composé solide et la solution *saturée*. Ainsi, la concentration du soluté dans la solution au point de saturation est appelée **solubilité** (S) du soluté.

- ✓ Si la concentration de la solution est inférieure à S ($C < S$), la solution est dite non saturée (Figure I.3).
- ✓ Si la concentration de la solution est égale à S ($C = S$), la solution est dite saturée (Figure I.3).
- ✓ Si la concentration de la solution est supérieure à S ($C > S$), celle-ci est dite sursaturée.

Une solution sursaturée est une solution qui contient plus de soluté dissout qu'elle ne peut en dissoudre normalement. Cette solution est métastable car elle va évoluer de manière à tendre vers l'équilibre thermodynamique.

Il existe le cas où la cinétique d'évacuation du soluté en excès à partir d'une solution métastable est tellement lente qu'on peut avoir l'impression d'observer une solution à l'équilibre.

L'ajout d'un cristal dans la solution métastable déclenche l'évacuation du soluté qui s'y trouve en excès. Cet apport de germes cristallins aura pour conséquence de faire tendre la concentration de ce soluté dans la solution métastable vers sa solubilité.

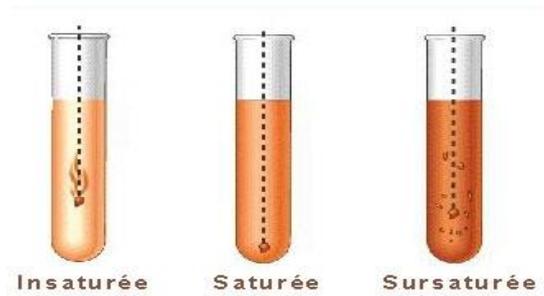


Figure I.3. Différents états de saturation d'une solution

La solubilité est souvent une fonction croissante de la température, et c'est le cas pour le système eau – NaCl (Figure I.4)

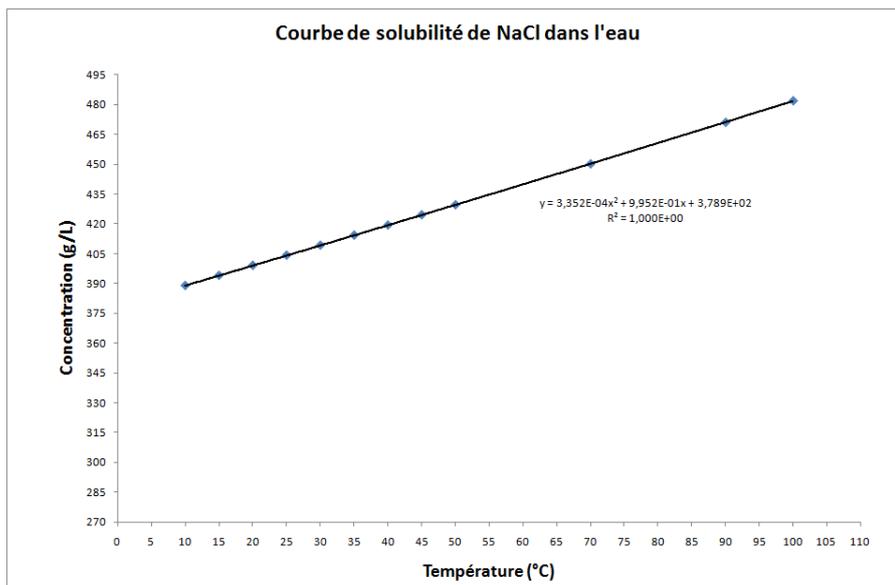


Figure I.4. Courbe de solubilité de NaCl dans l'eau

La solubilité est donc la quantité maximale d'une substance (généralement un solide) qui peut être dissoute dans un volume donné d'un solvant à une température et une pression spécifiques. La notation $C^*(T)$ ou $S^*(T)$ est couramment utilisée pour représenter la solubilité en fonction de la température.

La sursaturation est un concept fondamental en cristallisation car c'est elle qui est à l'origine de la formation des cristaux. La sursaturation peut être définie de différentes manières :

- Le rapport de sursaturation $\beta(t) = \frac{C(t)}{C^*(t)}$
- La sursaturation relative $\sigma(t) = \frac{C(t) - C^*(t)}{C^*} = \beta - 1$
- La sursaturation absolue $\Delta C(t) = C(t) - C^*(t)$

La façon la plus pertinente est peut-être d'utiliser les quantités sans dimension.

$C(t)$ est la concentration de la solution sursaturée en soluté et $C^*(t)$ la solubilité à l'instant t pour une température T .

Remarque

La température dans le cristalliseur variant généralement en fonction du temps, il faudrait en toute rigueur utiliser la notation $C^*(T(t))$. Pour soulager les expressions utilisant cette notion, nous utiliserons pour la suite de ce document la notation $C^*(t)$, en gardant à l'esprit que la solubilité dépend de la température, elle-même dépendant du temps.

I.5. Courbe de solubilité et métastabilité

La courbe de solubilité représente la variation de la solubilité en fonction de la température à une pression fixe. Ce diagramme (Figure I.5) est une donnée de base de la cristallisation en solution il représente l'équilibre thermodynamique d'un produit sous forme liquide dans un solvant.

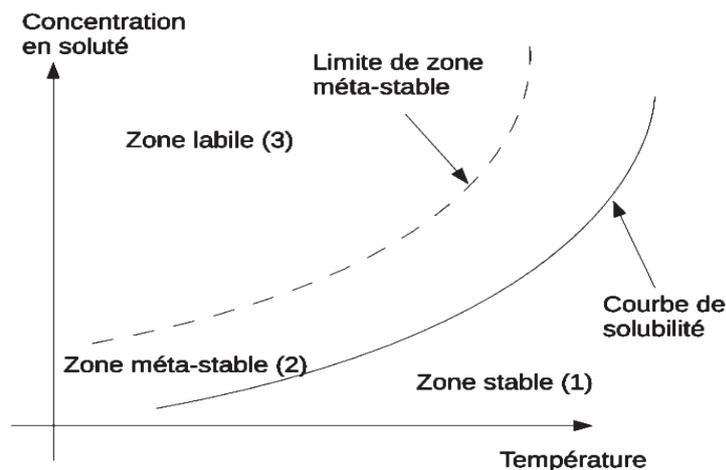


Figure I.5. Concentration en soluté en fonction de la température

La zone stable (1) : c'est la zone stable où la solution est sous saturée. Dans cette zone la concentration en soluté est inférieure à la solubilité. L'ajout de cristaux va entraîner la dissolution de ceux-ci tant que la concentration en soluté reste en dessous de la courbe de solubilité. Il peut être intéressant de se placer temporairement dans cette zone pour dissoudre des cristaux de faibles tailles, permettre de garder uniquement ceux de grandes tailles, ou supprimer les petits débris présents sur la surface des cristaux plus gros.

La zone métastable (2) : c'est la zone métastable où la solution est sursaturée. Des cristaux introduits dans cette solution pourront croître et des phénomènes de germination peuvent apparaître entraînant la création de nouveaux cristaux. En se plaçant dans cette zone, nous pouvons favoriser la croissance d'une distribution donnée en limitant l'apparition de cristaux supplémentaires.

La zone labile (3) : c'est la zone où d'une part, les cristaux ajoutés ne se dissolvent pas mais grossissent et, d'autre part, la sursaturation est telle que des cristaux vont apparaître de façon spontanés puis grossir pour ramener rapidement la concentration en soluté à la solubilité pour rétablir un équilibre thermodynamique. En se plaçant dans cette zone, il est possible de maximiser le nombre de germes générés car la germination prédomine par rapport à la croissance. Cela limite donc en partie la taille maximale des cristaux, en limitant leur taux d'accroissement. La zone labile est définie par la courbe de saturation qui dépend de la température, des conditions hydrodynamiques et des impuretés. La forte dépendance de cette courbe face aux impuretés implique un sérieux problème de modélisation entraînant des incertitudes sur le modèle.

1.6. Mécanismes de cristallisation

Comme expliqué précédemment, pour provoquer une cristallisation il faut modifier l'état du système pour créer un déséquilibre thermodynamique provoquant l'apparition d'une sursaturation. De ce fait, le système va chercher à retrouver un nouvel état d'équilibre thermodynamique provoqué par la cristallisation du solide dissout réduisant ainsi la concentration en soluté de la solution ce qui a pour effet de ramener la sursaturation absolue à une valeur nulle. C'est la naissance de cristaux ainsi que leurs croissances qui consomment la sursaturation.

La sursaturation peut être obtenue :

- ✓ Par refroidissement d'une solution concentrée ;
- ✓ Par concentration par évaporation de solvant (isotherme, adiabatique) ;
- ✓ Par relargage provoqué par l'ajout d'un co-solvant parfaitement miscible avec le premier et dans lequel la solubilité du solide dissout est plus faible ou nulle. (cristallisation de la glycine en présence d'éthanol)

- ✓ Par modification du pH entraînant une diminution de solubilité.

La cristallisation est un processus complexe qui implique deux étapes essentielles : la nucléation et la croissance de cristaux. Chacune de ces étapes joue un rôle critique dans la formation de cristaux solides à partir d'une solution sursaturée :

I.6.1. Etape de nucléation

Appelée également germination, la nucléation est le mécanisme de formation de germes cristallins ou noyaux qui peuvent croître lorsqu'ils dépassent une taille critique. On distingue la germination primaire et la germination secondaire (Figure I.6).

- La nucléation primaire peut avoir lieu sans présence de cristaux homogènes. Elle est homogène lorsque les germes se forment au sein de la solution sans introduire d'impureté solide dans la solution, et elle est hétérogène lorsque les germes apparaissent au contact d'un substrat qui peut être les parois du cristallisateur, le mobile d'agitation, des impuretés solides ou toutes autres surfaces.

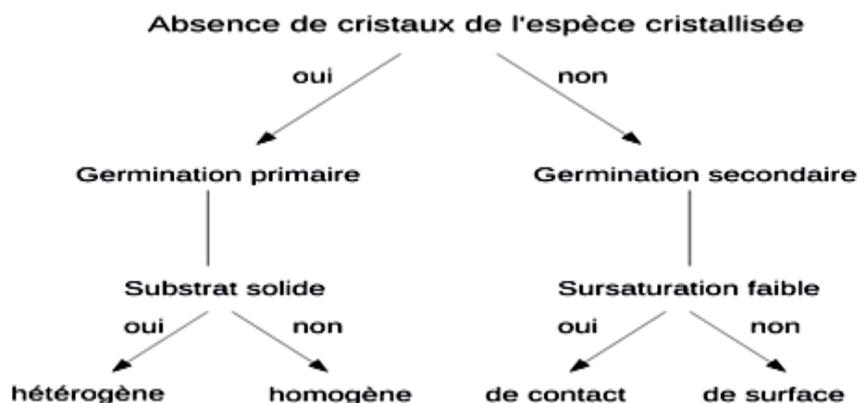


Figure I.6. Classification des processus de germination

- La nucléation secondaire est une nucléation provoquée par **l'ensemencement** ou la présence de cristaux homogènes déjà formés dans la solution sursaturée. La nucléation secondaire est dite surfacique lorsque les germes se forment sur la surface des cristaux et se détachent des cristaux homogènes, ce qui est différent de la nucléation primaire hétérogène. La nucléation secondaire de contact correspond à l'attrition des cristaux suite à des chocs, mais les débris dont le volume est négligeable par rapport aux cristaux sont considérés comme les germes. La nucléation apparente concerne les cristaux des semences, les germes apparents sont des débris

cristallins collés à la surface des cristaux de semences et sont libérés une fois que la semence est mise en suspension.

I.6.2. Etape de croissance

La croissance est le mécanisme par lequel les cristaux croissent. Elle représente le transport des molécules du soluté de la solution vers les cristaux. Ce phénomène ne peut avoir lieu que dans la solution sursaturée ayant des cristaux ou des germes. Une fois les nucléides formées elles commencent à croître pour former des cristaux de taille visibles. Quand les cristaux sont dispersés dans la solution saturée, les plus petits se redissolvent et le soluté se dépose alors sur les plus gros. C'est le phénomène de murissement. La croissance et le murissement sont continus jusqu'à épuisement de la sursaturation. Le système est alors de nouveau en équilibre (Figure I.7).

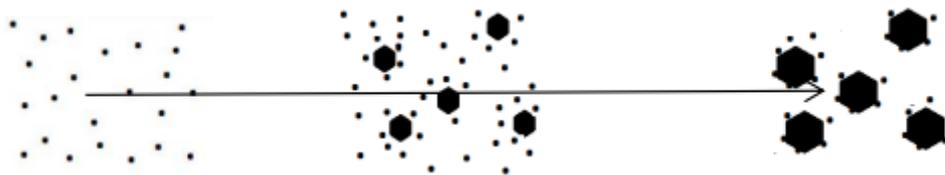


Figure I.7 Schéma du mécanisme de croissance et de murissement lors d'une cristallisation

La figure I.7 présente la cristallisation par refroidissement d'une solution de concentration C en soluté à température T . Le refroidissement de la solution du point M jusqu'à un point sur la courbe d'équilibre (solubilité), entraîne l'apparition de cristaux à $T=T_c$, point correspond à la limite de la zone métastable. Les cristaux créés vont alors croître (cristallisation secondaire) et donner de nouveaux germes sous l'effet d'une agitation ou par contact avec la paroi du cristalliseur. Peut s'en suivre une agglomération (Figure 8) ou une brisure de ces cristaux (Figure 9). Les particules ont donc besoin de se rapprocher pour que l'interaction soit significative. Après collision, les interactions entre les particules doivent être telles qu'il y ait formation d'un contact permanent (interactions du type Van der Waals ou attraction hydrophobique). Il existe aussi des forces de répulsion qui empêchent la formation d'agrégat (répulsion électrique). La nature de ces interactions dépend de la surface de la particule et de la chimie de la solution (pH, force ionique)

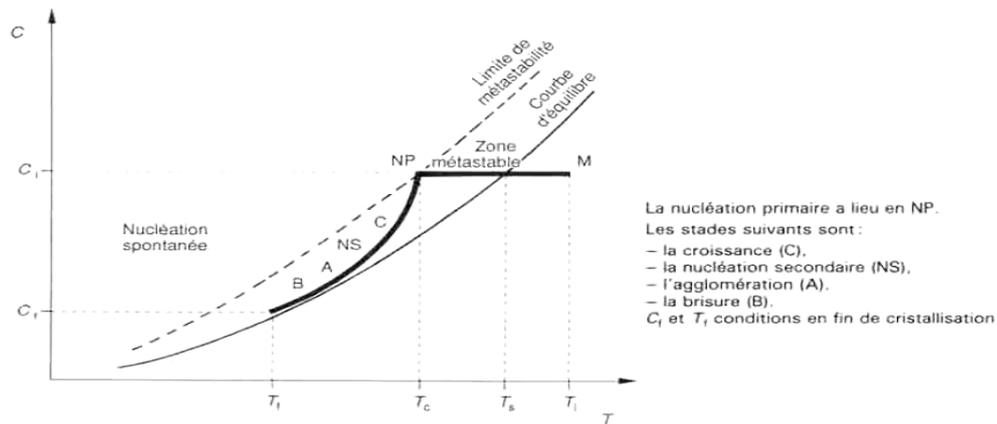


Figure I.8. Évolution de la concentration du soluté de la solution au cours d'une cristallisation par refroidissement

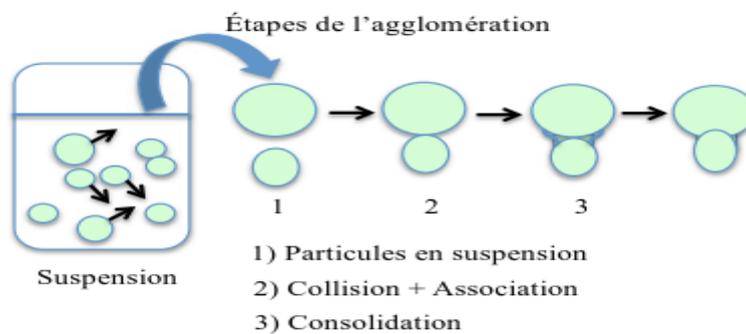


Figure I.9. Mécanisme d'agglomération de deux particules

La brisure des cristaux (Figure I.9) est un phénomène mécanique. Ces derniers se disloquent en petits cristaux suite à des chocs contre les parois du cristalliseur, les pales de l'agitateur ou par cisaillement de la solution. Elle concerne essentiellement les cristaux de tailles supérieures à 200 μm .

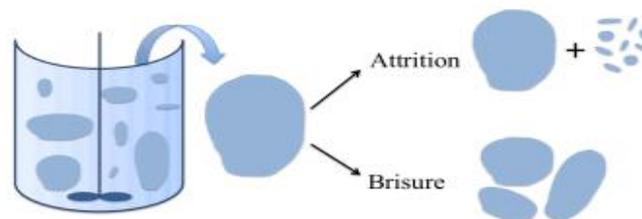


Figure I.9. Brisure et attrition des cristaux

Du point de vue transfert de matière, trois étapes se produisent successivement lors de la croissance des cristaux en solution, décrit par le modèle du film ;

- le soluté est transféré depuis la solution jusqu'à la surface du cristal (étape de transfert) ;
- le soluté est intégré au réseau cristallin au niveau d'un site de cristallisation (étape d'intégration) ;
- la chaleur de cristallisation libérée par l'intégration est dissipée.

Autour du cristal, il existe une épaisseur de solution (le film) dans laquelle règne un gradient de concentration (Figure 10). A l'interface cristal-solution, la concentration est notée C_i avec $C_i \leq C$. Le soluté doit tout d'abord être transféré par diffusion à la surface puis intégré au cristal. Le processus de transfert est purement physique et l'équation utilisée dans le modèle du film est :

$$\Phi_i = k_d (C - C_i)$$

avec :

Φ_i : flux massique de transfert [$\text{kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$]

k_d : constante cinétique de transfert [m.s^{-1}] : paramètre qui dépend des conditions hydrodynamiques et de la taille cristalline et qui peut être calculée à partir de diverses corrélations faisant intervenir des nombres adimensionnels en particulier le nombre de Sherwood.

C : concentration en solution [kg.m^{-3}]

C_i : concentration à l'interface [kg.m^{-3}]

Le processus d'intégration des molécules dans le cristal est fonction de la sursaturation à l'interface. Une loi en puissance est utilisée pour l'exprimer :

$$\Phi_i = k_r (C_i - C^*)^r$$

Avec :

k_r : constante cinétique d'intégration [$\text{kg}^{-r+1}.\text{m}^{3r-2}.\text{s}^{-1}$]

r : ordre de la cinétique d'intégration

C^* : concentration à l'équilibre [kg.m^{-3}]

Il y a compétition entre les processus de diffusion et d'intégration. Le processus global de croissance cristalline résulte d'une combinaison de ces deux processus. C'est l'ordre de grandeur relatif des deux résistances au transfert de matière en série qui le détermine.

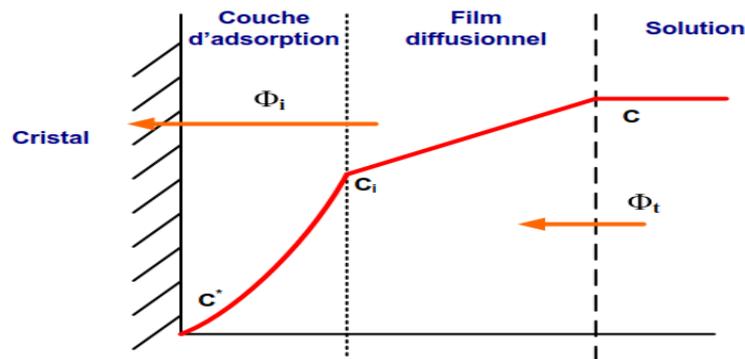


Figure I.10. Profil de concentration autour du cristal dans le modèle du film

I.7. Modes de création de la sursaturation

L'état de sursaturation est une condition nécessaire à l'opération de cristallisation.

Différentes méthodes peuvent être mises en œuvre pour créer la sursaturation. Il s'agit principalement :

- des méthodes thermiques (refroidissement ou évaporation de la solution) ;
- des méthodes physico-chimiques (par addition d'un agent relarguant ou d'un tiers solvant) ;
- des méthodes par réaction chimique entre deux corps solubles pour créer un produit insoluble (précipitation).

I.7.1. Procédés thermiques

I.7.1.a. Refroidissement simple

La courbe de solubilité détermine la méthode la plus pertinente pour créer la sursaturation de la solution. Lorsque la solubilité varie de façon importante avec la température, la cristallisation par refroidissement est la plus adaptée puisqu'un bon rendement en cristaux est obtenu pour une diminution modérée de la température.

La figure I.11 montre que le refroidissement est réalisé à partir d'un point M. Dès que la courbe de solubilité est franchie, la concentration C de la solution est supérieure à la solubilité C* à la température T. On a généré une sursaturation ΔC .

Lorsqu'on prolonge le refroidissement (Figure I.10), la sursaturation atteint une valeur limite ΔC_{lim} à partir de laquelle de très petits cristaux apparaissent spontanément et grossissent ensuite. La limite de sursaturation ou zone métastable se traduit dans le diagramme concentration-température par une courbe schématisée en tirets sur la figure I.11.

Contrairement à la solubilité, la sursaturation limite n'est pas une propriété physique du système, puisqu'il s'agit d'un état hors équilibre qui est influencé par le mode et la vitesse d'obtention de la

sursaturation, la présence d'impuretés, de chocs thermiques ou mécaniques. Les courbes de solubilité et de sursaturation limite permettent de délimiter les zones de cristallisation. En dessous de la courbe de solubilité, dans la zone stable, les solutions sont sous-saturées et ne peuvent évoluer. Si un cristal est placé dans une telle solution, il se dissout. Entre les courbes de solubilité et de sursaturation limite, dans la zone métastable, les solutions sont sursaturées. La cristallisation ne peut se produire spontanément mais des cristaux introduits dans de telles solutions vont grossir.

Au-dessus de la courbe de sursaturation limite, la zone instable correspond à une cristallisation spontanée, sous forme de nuclei (nucléation).

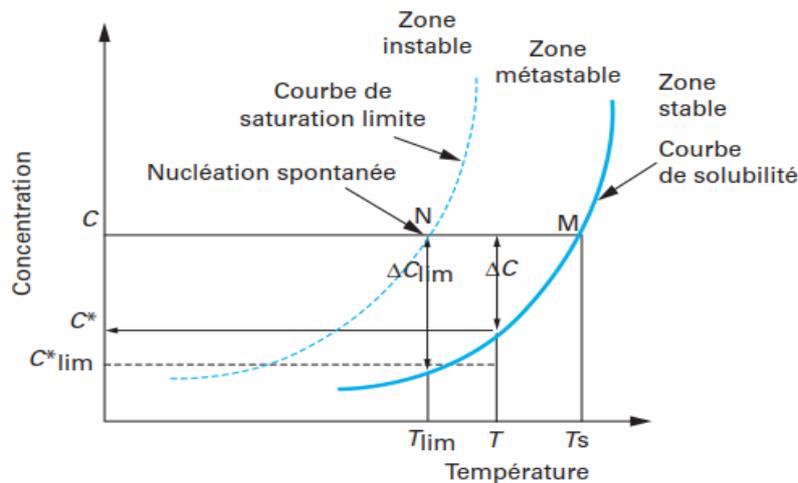


Figure I.11. Courbes de solubilité et de sursaturation.

Variation de la concentration du soluté en solution avec la température au cours d'une cristallisation par refroidissement

I.7.1.b.Évaporation de solvant

Pour certains systèmes, la solubilité du produit dans le solvant varie peu avec la température. Un refroidissement de la solution conduit donc à une production très faible de cristaux et donc une cristallisation par évaporation du solvant est recommandée. La figure I.12 présente les courbes de solubilité en fonction de la température du KNO₃, du CuSO₄ et du NaCl. Ainsi, la solubilité du nitrate de potassium est importante à 80 °C et faible à 20 °C. Il peut donc être cristallisé avec un bon rendement par refroidissement simple. En revanche, la solution de chlorure de sodium est pratiquement indépendante de la température et un simple refroidissement ne permet pas de cristalliser le NaCl avec un bon rendement. Dans ce cas, une cristallisation du sel par évaporation du solvant est préconisée.

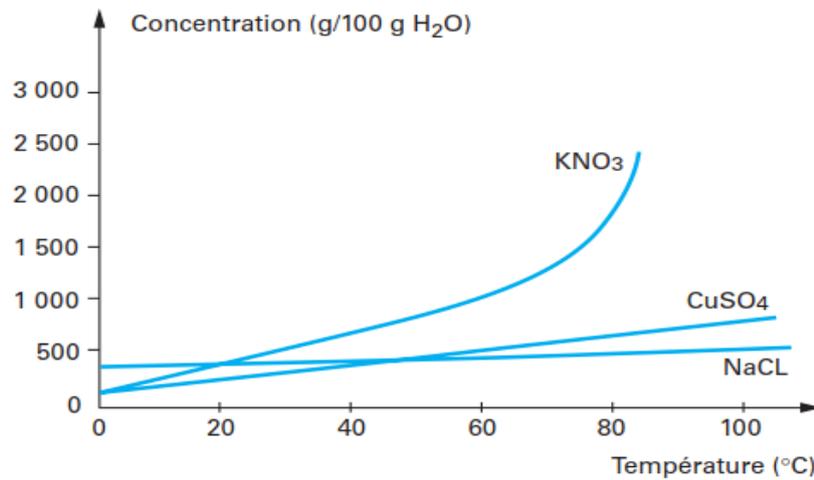


Figure I.12. Courbes de solubilité en fonction de la température de certains composés

I.7.1.c. Refroidissement sous vide

Lorsque la courbe de solubilité est intermédiaire (cas du sulfate de cuivre), on procède par refroidissement sous vide. Cela consiste à baisser la température accompagnée d'une évaporation d'une partie du solvant. Cette méthode est donc une combinaison des deux précédentes.

La figure I.13 récapitule les modes de création de la sursaturation, en fonction de l'évolution de la solubilité du produit à cristalliser en fonction de la température.

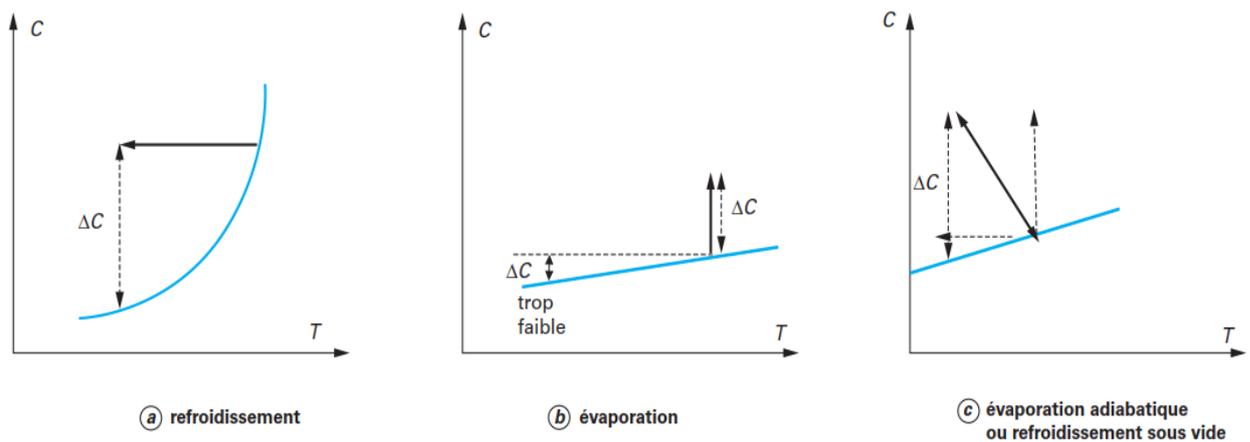


Figure I.13. Modes de création de la sursaturation pour générer la cristallisation pour des systèmes soluté-solvant présentant des courbes de solubilités de variation différentes en fonction de la température.

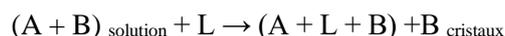
I.7.2. Procédés chimiques ou physico-chimiques**I.7.2.a. Addition d'un tiers solvant**

La cristallisation peut également être induite en modifiant la composition de la solution par l'addition d'un tiers corps provoquant une diminution importante de la solubilité. On appelle quelquefois ce composé additionné, agent relarguant ou précipitant (l'addition d'éthanol dans une solution aqueuse de chlorure de sodium provoque la cristallisation du sel).

Le tiers solvant ajouté doit être totalement miscible avec le solvant initial (comme l'éthanol avec l'eau) et qui a pour effet de réduire la solubilité du soluté. Cette technique permet d'obtenir des substances très pures si l'agent ajouté est un bon solvant pour les impuretés et permet de cristalliser des substances présentes dans des solutions initialement diluées. Ainsi, la méthode est utilisée pour la cristallisation de nombreux composés ioniques par ajout de solvants organiques (éthanol, méthanol, acétone...) dans leur solution aqueuse. De la même façon, pour des produits organiques dans des solutions organiques, on peut ajouter de l'eau, ce qui provoque la cristallisation par abaissement de la solubilité du système qui passe de binaire (soluté-solvant) à ternaire (soluté-solvant-agent relarguant). Toutefois, cette technique présente un inconvénient majeur lié à la séparation ultérieure des solvants par une distillation qui peut être coûteuse.

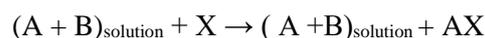
I.7.2.b. Cristallisation extractive

La cristallisation extractive peut être mise en œuvre lorsque deux solutés A et B présents dans une solution ont tendance à cristalliser en même temps. Supposons que l'on souhaite obtenir des cristaux de B uniquement : cela consiste à choisir un liquide L à ajouter au système qui est par exemple un bon solvant pour A (meilleure solubilité de A dans L) et non pour B :

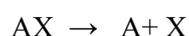
**I.7.2.c. Cristallisation adductive**

La cristallisation adductive est également utilisée pour cristalliser préférentiellement un des solutés lorsque deux solutés A et B présents dans une solution ont tendance à cristalliser en même temps.

Le principe consiste à former un complexe qui peut précipiter avec l'une des substances (A) en ajoutant un agent complexant X :



La forme A pure peut ensuite être récupérée par chauffage :



L'exemple le plus connu mettant en œuvre une cristallisation adductive est la formation d'hydrates ou

de solvates avec du méthanol, de l'éthanol et de l'acide acétique.

Exemple : l'hydroquinone forme des clathrates avec le SO_2 et le méthanol. L'urée a aussi la propriété de former des complexes avec certains types d'hydrocarbures. Dans ce cas, les molécules d'hydrocarbures intègrent les trous ou canaux dans les cristaux d'urée.

Les clathrates sont des composés dans lesquels une substance est piégée dans la structure ouverte des molécules d'une autre substance.

I.7.2.d. Précipitation

La précipitation est une forme de cristallisation rapide et souvent irréversible qui se produit lorsqu'une réaction chimique entre deux réactifs conduit à la formation d'un solide peu soluble, appelé précipité. Ce processus se caractérise par une augmentation rapide de la sursaturation dans la solution, généralement provoquée par un changement brusque des conditions de la solution, telles que le pH, la concentration en solvant ou la température. La précipitation est couramment utilisée en chimie pour isoler des composés peu solubles de manière sélective.

Lorsqu'une réaction chimique conduit à la formation d'un précipité, cela signifie que la concentration de la substance dans la solution est bien supérieure à sa solubilité, créant ainsi une sursaturation élevée. Cette sursaturation favorise la formation de noyaux de cristallisation et la croissance rapide de cristaux fins. Cependant, à mesure que la sursaturation diminue dans le milieu, des étapes d'agrégation et d'agglomération des cristaux peuvent survenir, ce qui peut influencer la morphologie, la taille et la pureté du produit final (Tableau I.1).

Le contrôle de la sursaturation est un élément clé de la précipitation. En ajoutant des réactifs de manière contrôlée et en ajustant les conditions de la solution, il est possible de moduler la sursaturation pour obtenir des précipités de qualité optimale. La précipitation réactive est couramment utilisée dans des domaines tels que la chimie pharmaceutique, la chimie inorganique, la chimie analytique, etc., pour la synthèse, la purification et l'isolation de composés peu solubles. Elle permet d'obtenir des produits de haute pureté, de contrôler leur taille et leur forme, et de favoriser une réaction chimique spécifique.

Tableau 1 – Produit de solubilité K_C de composés inorganiques faiblement solubles		
Composé	T (°C)	K_C
Ag ₂ CO ₃	25	$6,15 \times 10^{-12}$
AgCl	25	$1,56 \times 10^{-10}$
Al(OH) ₃	18	$1,1 \times 10^{-15}$
BaSO ₄	18	$0,87 \times 10^{-10}$
CaCO ₃	15	$0,99 \times 10^{-8}$
CaSO ₄	10	$1,95 \times 10^{-4}$
CuSO ₄	16 à 18	2×10^{-47}
Fe(OH) ₃	18	$1,1 \times 10^{-36}$
MgCO ₃	12	$2,6 \times 10^{-5}$
ZnS	18	$1,2 \times 10^{-23}$

I.8. Ensemencement

Le contrôle de la sursaturation peut être amélioré si la solution estensemencée (introduction d’une population de cristaux calibrés) juste au début de la création de la sursaturation. En effet, cela favorise le dépôt de soluté par croissance sur les cristaux de semence plutôt que la production de nouveaux nucléis fins.

On peut estimer la quantité de cristaux de semence nécessaire à une opération de cristallisation, en supposant que toute la matière créée par sursaturation sert à faire grossir les cristaux de semence.

En faisant l’hypothèse que les cristaux de semence possèdent une taille unique L_s , la masse M_s correspondante est reliée à la masse M_p des cristaux finaux obtenus et à leur taille finale L_p :

$$\frac{L_p}{L_s} = \left(\frac{M_p}{M_s}\right)^{\frac{1}{3}}$$

I.9. Facteurs affectant le processus de cristallisation

I.9.a. Vitesse d'agitation

- Elle favorise les échanges (de matière et d'énergie).
- Une augmentation de la vitesse d'agitation favorise la germination et la croissance des cristaux. On observe une augmentation des cristaux fins.
- Une agitation lente favorise de gros cristaux.
- Une agitation élevée provoque la cassure des cristaux et l'augmentation des germes.

- La forme de l'agitateur est importante, un meilleur résultat sera observé avec une ancre. Il faut éviter d'avoir une agitation cisailante qui casse les cristaux.

Pour éviter d'avoir une augmentation des germes on peut procéder à des petites chauffes pour les redissoudre.

I.9.b. Température

La cristallisation est le plus souvent exothermique ; La solubilité augmente avec la température, ce qui peut influencer sur la viscosité de la solution.

I.9.c. Viscosité

En général, la viscosité d'une solution augmente lorsque la température diminue. À basses températures, les molécules ont moins d'énergie cinétique et sont plus enclines à rester en place, ce qui entraîne une augmentation de la viscosité de la solution ce qui réduit la croissance des cristaux.

I.9.d. Vitesse de refroidissement

Si le refroidissement est très fort, trop froid ou trop rapide, on rencontre des problèmes de blindage. Les problèmes de blindage, tels que la formation d'une croûte solide sur les parois des échangeurs et de l'agitateur, peuvent être un défi lors de la cristallisation. Ces problèmes surviennent généralement en raison de variations de température importantes et rapides dans le cristalliseur, ce qui peut entraîner la précipitation des solutés et la formation de cristaux non désirés sur les parois et les équipements.

I.9.e. Incidence des impuretés

Elles peuvent :

- retarder la germination voir la bloquer
- provoquer une modification de la structure cristalline, colorer le cristal
- être utilisées pour modifier les propriétés chimiques ou physiques.

I.10. Bilans dans les cristalliseurs

I.10.a. Bilan matière

Le choix optimal, le dimensionnement ainsi que la compréhension du fonctionnement des cristalliseurs nécessitent l'écriture des bilans :

- de matière, pour estimer la productivité et le rendement de l'opération, envisager ou non des recyclages, dimensionner les appareils à partir des productions souhaitées ;
- thermique, pour évaluer le coût énergétique de l'opération, choisir le procédé le mieux adapté et dimensionner les surfaces d'échange nécessaires.

. La figure 15 montre un cristalliseur avec les différents flux entrant et sortant dans le cas d'un appareil qui fonctionne en continu et en régime permanent.

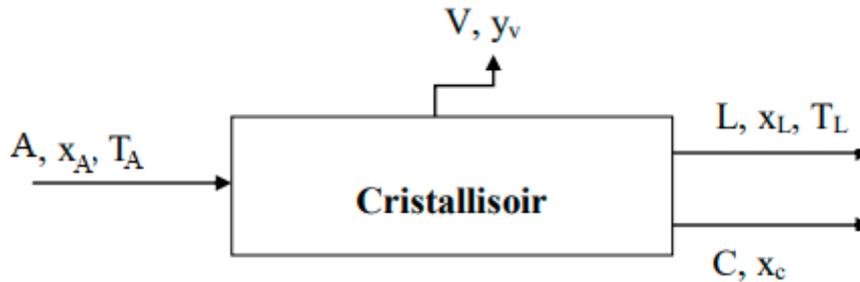


Figure 15. Cristalliseur continu en régime permanent,

A ($\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$) : le débit massique d'alimentation en solution de l'appareil.

L ($\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$) le débit de soutirage de la suspension. Ce débit est supposé en première approximation à l'équilibre à la température de sortie, la sursaturation étant généralement faible à la sortie des appareils parfaitement agités continus. Si elle ne l'était pas, le bilan devrait tenir compte des cinétiques de cristallisation et serait plus complexe.

V ($\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$) : le débit massique de solvant évaporé non réintroduit dans l'appareil.

C ($\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$) : le débit massique de cristaux obtenus par cristallisation dans l'appareil.

x_A, x_L : Les compositions massiques de l'alimentation et de la solution mère respectivement.

x_c : Fraction massique des cristaux formés qui se calcul comme suit :

$$x_c = \frac{\text{Masse molaire des cristaux anhydres}}{\text{Masse molaire des cristaux hydratés}}$$

Bilan matière global: $A = V + L + C$

Bilan matière sur le soluté : $A x_A = L x_L + C x_c$

Dans le cas de cristallisation par refroidissement sans évaporation de solvant, $V = 0$.

On écrit alors : $L = A - C$

d'où $A x_A = A x_L - C x_L + C x_c$

soit $C = \frac{A(x_A - x_L)}{(x_c - x_L)}$

Dans le cas où les cristaux formés sont anhydres, $x_c = 1$

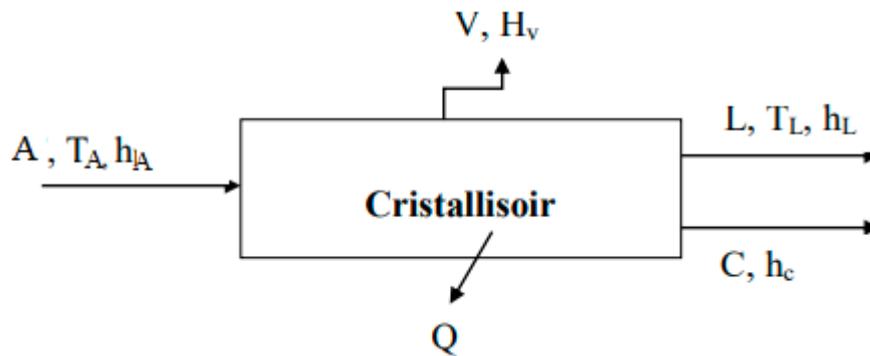
La quantité de cristaux formés s'écrira : $C = \frac{A(x_A - x_L)}{(1 - x_L)}$

Le rendement de la cristallisation s'écrit :

$$R = \frac{Cx_C}{Ax_A}$$

I.10.b. Bilan de chaleur de la cristallisation

Le bilan thermique s'établit sur le schéma du cristalliseur représenté dans le schéma ci-dessous



Pour une cristallisation avec refroidissement de la solution et avec élimination d'une partie de solvant on a :

A l'entrée du cristalliseur

1. Quantité de chaleur qui rentre avec la charge (l'alimentation) : $A \cdot C_{pA} \cdot (T_A - T_{ref})$
2. Chaleur dégagée lors de la cristallisation (chaleur de changement de phase) : $C \cdot q_c$

A la Sortie du cristalliseur

1. Quantité de chaleur qui sort avec la solution mère : $L \cdot C_{pL} \cdot (T_L - T_{ref})$
2. Quantité de chaleur qui sort avec les cristaux : $C \cdot C_{pC} \cdot (T_L - T_{ref})$
3. Quantité de chaleur évacuée avec le solvant évaporé : $V \cdot C_{p_{H_2O}} \cdot (T_L - T_{ref})$
4. Chaleur éliminée avec l'agent de refroidissement : Q

En partant du principe ; **ce qui rentre + ce qui se crée = ce qui sort**

si on considère que la température de référence est 0 °C et donc T(°C) on a :

$$A. C_{pA}. T_A + C. q_c = L. C_{pL} .T_L + C. C_{pC}. T_L + V.C_{pH2O}. T_L + Q$$

Où : C_{pA} , C_{pL} , C_{pC} et C_{pH2O} sont les capacités calorifiques de l'alimentation, de la solution mère, des cristaux et de l'eau (J/kg. K) ;

T_A : La température de l'alimentation (K);

T_L : La température de la solution mère et des cristaux (K);

q_c : Chaleur dégagée par les cristaux (J/kg);

Q : Chaleur évacuée lors du refroidissement.

Cas particuliers

1. Si la charge (l'alimentation) est un mélange de solution mère et des cristaux, il n'y a pas dans ce cas de chaleur de formation des cristaux, ces derniers ne font que croître, donc $q_c = 0$ et le bilan s'écrit :

$$A.C_{pA}. T_A = L. C_{pL} .T_L + C. C_{pC}. T_L + V.C_{pH2O}. T_L + Q$$

2. Si en plus on n'a pas d'évaporation d'une partie du solvant, donc $V = 0$, alors :

$$A.C_{pA}. T_A = L. C_{pL} .T_L + C. C_{pC}. T_L + Q$$

3. Dans le cas de l'évaporation sans refroidissement :

$$A.C_{pF}. T_F = L. C_{pL} .T_L + C. C_{pC}. T_L + V.C_{pH2O}. T_L$$

Dans le cas d'un refroidissement, le flux thermique transféré dans l'appareil

s'écrit : $Q = k S (T_2 - T_1)$

où :

- k est le coefficient d'échange thermique global ;
- S la surface d'échange ;
- T_2 et T_1 sont les températures respectivement à la sortie et à l'entrée du fluide de refroidissement

I.11. Choix du procédé de cristallisation

Le choix du procédé de cristallisation est essentiellement dicté par :

- le tonnage souhaité, qui conditionne en grande partie le choix d'un fonctionnement continu ou discontinu. Des productions inférieures à 10 t par jour ne paraissent pas adaptées à des opérations continues car la petite taille des installations est un facteur de mauvais fonctionnement des cristallisoirs continus (problèmes de bouchages, d'encrassement, de sédimentation des cristaux dans les tuyauteries, etc.). Il vaut mieux mettre en œuvre dans ce cas des opérations discontinues programmées, certes plus difficiles à maîtriser et nécessitant plus de personnel. Il en résulte par contre une plus grande souplesse d'exploitation car l'installation continue nécessite à chaque arrêt un nettoyage complet pour éviter les dépôts par sédimentation qui entraîneraient inévitablement des bouchages. Les arrêts sont donc à proscrire et un fonctionnement à temps plein sur de longues périodes est indispensable pour la rentabilité d'un tel procédé continu.

- la courbe de solubilité dont l'une des conséquences est le choix du mode de génération de la sursaturation (refroidissement ou évaporation, éventuellement précipitation), mais également l'ensemble des opérations de recyclage et de traitement de récupération. L'influence de la courbe de solubilité sur le choix du procédé a déjà été évoquée (voir § 1 et Figure 1). Une variation de solubilité importante en fonction de la température avec une solubilité faible à température ambiante conduit à préférer un procédé par refroidissement. Il s'agit de la solution consommant le moins d'énergie puisque faisant intervenir uniquement la chaleur sensible du milieu. Ce refroidissement peut être effectué par échange sur une paroi, procédure la plus simple à mettre en œuvre mais qui peut être peu productive en cas de blindage de la paroi. Il peut aussi être effectué par mise sous vide progressif à condition que le solvant ou un co-solvant soit suffisamment volatil. Ce procédé est très productif mais nécessite des systèmes complexes de régulation du profil de température en discontinu ; Par contre, en continu, ces difficultés n'existent pas.

- l'importance de l'encrassement des parois d'échange, pouvant conduire à préférer un refroidissement par évaporation à un refroidissement par paroi d'échange. Quand la solubilité ne varie pas suffisamment, il faut procéder à l'évaporation du solvant en jouant alors sur la concentration du soluté pour le faire cristalliser. Le cristallisoir fonctionne alors de façon isotherme, éventuellement sous vide pour abaisser le niveau thermique de l'énergie consommée. Ce procédé est très énergivore en particulier si le solvant est l'eau. Une variante consiste à effectuer un relargage par ajout d'un solvant miscible à la solution, de manière à ce que le soluté soit moins soluble dans le mélange. Bien que très utilisé en chimie fine, en particulier dans l'industrie pharmaceutique, ce procédé n'est guère satisfaisant car il nécessite des installations de traitement du solvant (distillation...) qui le rendent encore plus consommateur d'énergie. On

utilise toujours en pratique des mélanges eau– solvant organique posant en fin d’opération, même après récupération du solvant, un gros problème de traitement d’eaux résiduelles.

- Les qualités souhaitées pour les cristaux orienteront le choix du procédé mais également celui du type de cristalliseur à mettre en œuvre ; Les procédés de précipitation consistant à faire apparaître un composé peu soluble à partir du mélange de deux réactifs solubles présentent souvent le défaut de générer des particules fines difficiles à séparer avec de très mauvaises propriétés de coulabilité.
- l’investissement nécessaire et éventuellement les problèmes de sécurité, si les produits sont toxiques ou si le solvant est non aqueux et éventuellement inflammable.

Il convient dans chaque cas de ne pas séparer le cristalliseur de son contexte et d’inclure dans le choix du procédé l’opération de filtration ainsi que les opérations de traitement en aval (séchage, traitement des solvants, etc.). Le choix optimal est toujours un choix global sur l’ensemble des appareils composant la chaîne de traitement du solide.

I.12.Types de cristalliseurs

Un cristalliseur est un appareil dans lequel un environnement adapté est créé pour provoquer la nucléation et la croissance des cristaux. La clé de la conception d'un tel équipement est le mode de création de la sursaturation à un niveau de température qui conduit au produit désiré. Donc un certain nombre d'informations doit être obtenu sur le matériau à cristalliser et sur la solution mère.

Vu la complexité des procédés utilisés pour la cristallisation, on peut trouver divers types d'appareils. Dans ce qui se suit, quelques types de cristalliseurs industriels seront décrits.

I.12.1. Cristalliseur par refroidissement simple

Ce type de cristalliseur peut fonctionner en continu ou en discontinu (Figure I.14). Toutefois, le taux de sursaturation est faible dans le cas d'un fonctionnement en continu. La sursaturation est obtenue par refroidissement, sans évaporation de solvant dans des cuves en acier qu'on remplit de solution chaude saturée. Les nucléis se forment sans amorce, ils se déposent sur les parois et le fond de la cuve. La cinétique de la cristallisation est lente, ce qui conduit à de gros cristaux. Les cristaux sont brisés à la main puis tamisés. Ce Procédé est très performant pour refroidir des solutions aqueuses.

Le refroidissement se fait grâce au fluide caloporteur qui circule en boucle fermée dans une double enveloppe ou un serpentin.

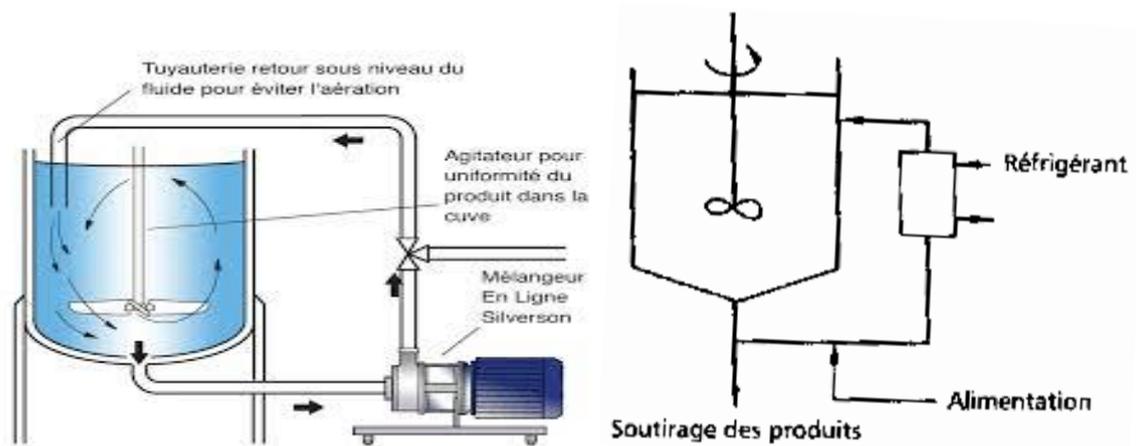


Figure I.14 .Cristalliseur par refroidissement simple

Si le gradient de température au voisinage de la paroi est trop élevé (eau de refroidissement trop froide), les parois du cristalliseur se recouvrent d'une couche de cristaux plus ou moins dure (blindage). La couche déposée freine beaucoup le refroidissement ultérieur en diminuant le coefficient de transfert thermique par conséquent, elle doit être grattée à la fin. Une bonne agitation en plus de l'utilisation de racleurs peut réduire au maximum les incrustations.

La cuve à double paroi de forme cylindrique et section elliptique ouverte (cristalliseur oscillant) permet d'obtenir des cristaux uniformes de grandes dimensions. Montée sur des roulements ; la cuve est soumise à un mouvement d'oscillation qui réalise l'agitation. En réglant les oscillations et la température, on peut contrôler le nombre de cristaux et leur vitesse de croissance.

Le mode de cristallisation le plus répandu dans l'industrie pharmaceutique est indéniablement la cristallisation discontinue (en mode batch) par refroidissement car elle est simple à mettre en œuvre et relativement économique comparée aux autres modes de cristallisation. Elle est réalisée au sein d'une cuve agitée multi-usage, équipée d'une double enveloppe ou de serpentins internes dans lesquels un fluide caloporteur est mis en circulation.

Une opération typique de cristallisation en solution par refroidissement en mode batch débute avec une solution sous-saturée chaude (concentrée en soluté). Deux méthodes sont généralement employées pour initier la cristallisation au sein de cette solution : l'induction du phénomène de germination primaire par l'augmentation de la sursaturation au-delà de la zone métastable ou l'ensemencement de la solution en zone métastable avec des cristaux de soluté, généralement appelés semences, comme il est illustré dans la figure suivante :

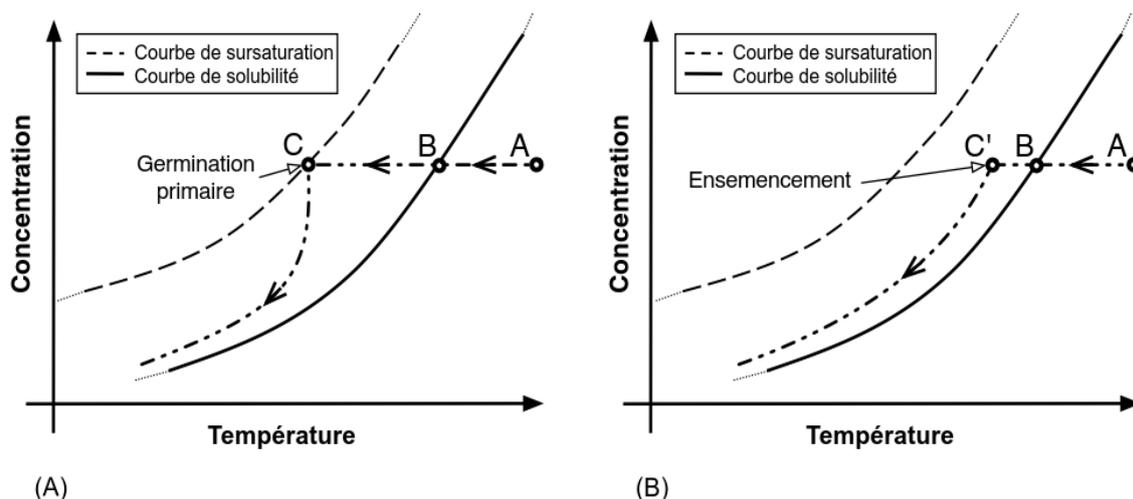


Figure I.19. Profil concentration-température typique lors de la cristallisation en solution par refroidissement en mode batch : (A) sans ensemencement ; (B) avec ensemencement.

Dans les deux méthodes, on part du point A et on entre en zone sursaturée au point B. Sans ensemencement, le système atteint la courbe de sursaturation au point C et la cristallisation est initiée par l'occurrence du phénomène de germination primaire. Avec ensemencement, des semences cristallines sont ajoutées dans la solution, quand on se trouve au point C', peu après l'atteinte d'un certain degré de sursaturation mais bien avant que la limite de la zone métastable ait été atteinte. Les cristaux présents au sein de la solution constituent des centres de cristallisation sur lesquels les molécules de soluté vont venir se déposer par le mécanisme de croissance, engendrant ainsi une baisse de la concentration de la solution. L'évolution temporelle du couple température-concentration en soluté de la solution suite à l'occurrence de la germination primaire ou à l'adjonction de semences est conditionnée par l'intensité avec laquelle prend place la croissance des cristaux et le taux de refroidissement appliqué à la solution. L'évolution temporelle du couple température-concentration en soluté de la solution détermine la sursaturation présente au sein de la solution et a donc une importance primordiale. Avec ou sans ensemencement, l'évolution temporelle du couple température-concentration en soluté idéale est celle permettant de maintenir en tout temps une sursaturation suffisamment élevée pour garantir un taux de croissance significatif (pour que les temps d'opération ne soient pas trop longs) et en même temps suffisamment basse que pour minimiser le taux de germination (pour minimiser l'apparition de nouveau centre de cristallisation).

Traditionnellement, du fait de la simplicité de cette méthode, l'enclenchement de la cristallisation au cours de l'opération de cristallisation par refroidissement de type batch est réalisé via l'induction du phénomène de germination primaire. Néanmoins, il est reconnu que les procédés de cristallisation en cuve agitée reposant sur l'induction de la germination primaire produisent des cristaux de qualité médiocre. En effet, lors de ces opérations, du fait des très hauts niveaux de sursaturation typiquement

atteints et de la période significative durant laquelle ils sont typiquement maintenus, une grande partie de la masse cristalline est créée via le phénomène de germination. La masse cristallisante totale est ainsi distribuée sur un très grand nombre de sites de cristallisation et les cristaux obtenus à l'issue de ces procédés sont, dès lors, typiquement très petits, ce qui engendre des problèmes au niveau de leur filtration et de leur manipulation. De plus, la cristallisation à haute sursaturation a généralement un effet négatif sur la pureté des cristaux générés. En outre, étant donné la dépendance extrême de la fréquence avec laquelle prend place le phénomène de germination envers la température et la présence intrinsèque de gradients de température au sein des cuves agitées (notamment au niveau des parois par lesquelles s'opère le refroidissement), les cristaux produits par ces opérations présentent typiquement une distribution en taille très étendue. Enfin, concernant le polymorphisme, la forme cristalline résultant de ces procédés est souvent la moins stable, c.à.d. celle dont l'occurrence est généralement non souhaitée. Un autre inconvénient majeur de ce type de procédé est qu'il est établi que leur contrôle est extrêmement difficile à assurer. En effet, les propriétés des cristaux qu'ils produisent sont généralement sujettes à des variations importantes de lots en lots, voir à des variations extrêmes lors de leurs montées en échelle. Ces variations peuvent être attribuées au caractère fortement stochastique du phénomène de germination primaire, ainsi qu'à la forte sensibilité de ce phénomène envers différents paramètres opératoires, comme la concentration en impuretés et la présence ou l'absence de particules étrangères, dont le maintien ne peut être assuré simultanément d'une échelle à l'autre, comme la vitesse de refroidissement et la distribution spatiale de la température, ou dont l'ensemble des caractéristiques ne peut être reproduit d'une échelle à l'autre, (comme les conditions d'écoulement. Le recours à une étape d'ensemencement de la solution est une méthode qui permet d'améliorer le contrôle et la répétabilité des opérations de cristallisation par refroidissement de type batch. Lors d'un ensemencement, on introduit une quantité connue de cristaux, de la forme cristalline d'intérêt et de taille généralement calibrée dans une solution claire présentant un niveau de sursaturation donné inférieur à celui correspondant à la limite de la zone métastable.

I.12.2. Cuves agitées en série

Pour les tonnages élevés et un abaissement de température important, un seul cristalliseur parfaitement agité continu est insuffisant. Il convient d'utiliser une association en série de plusieurs appareils (volumes égaux et construction identique) (Figure I.20). Dans ce cas, un refroidissement progressif d'un appareil à l'autre permet :

- Une production optimale
- Une taille et une forme des cristaux convenables
- Un étagement correct des pressions appareil par appareil

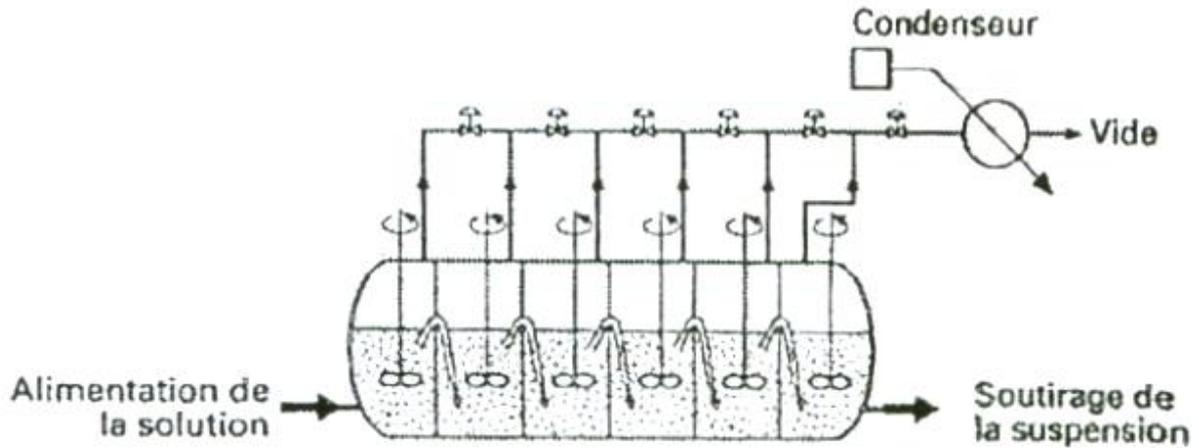


Figure I.20. Cuves agitées en série

I.12.3. Cristallisoirs par évaporation

Ce type de cristallisoirs est pratique pour des produits dont la solubilité ne varie pas beaucoup avec la température (NaCl, Na₂SO₄ anhydre), ou lorsque, à froid, la concentration résiduelle est trop importante. Cas des évaporateurs à tubes courts avec agitation ou à tubes verticaux à circulation forcée (Figure I. 21). Les cristaux qui apparaissent restent en suspension dans leurs eaux-mères et sont envoyés d'une manière continue vers l'appareil de séparation (filtre ouessoreuse). Les eaux-mères sont dirigées vers l'évaporateur, ils travaillent sans échange de chaleur avec l'extérieur, la chaleur apportée par la solution et celle dégagée par la cristallisation servent à évaporer le solvant et, ainsi, provoquer la sursaturation.

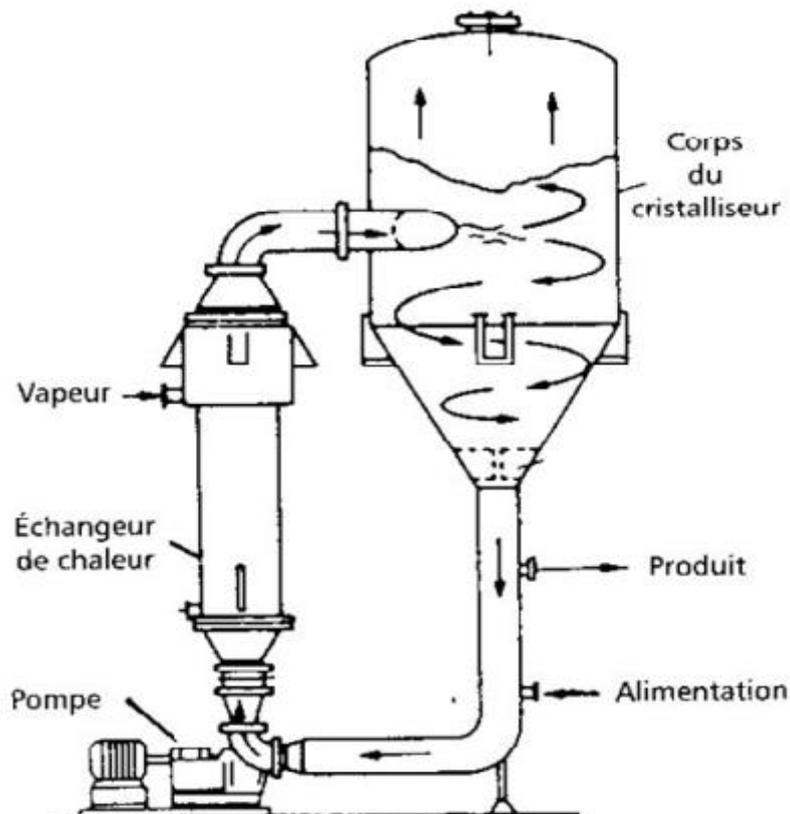


Figure I.21. Cristalliseurs par évaporation

I.12.4. Cristalliseurs sous vide

Le vide est obtenu à l'aide d'éjecteurs à jet de vapeur (P de 1 à 2 mmHg). En Mode discontinu, la solution chaude (un peu en dessous du point de saturation) est refroidie lentement. La chute de pression dans le récipient provoque l'évaporation du solvant et la diminution de la température de la solution. En Mode continu, l'opération se déroule à P et T constantes, tandis que la solution chaude est, au contraire, légèrement sursaturée. Il y a donc évaporation, refroidissement, cristallisation. Une installation en continu est constituée de 2 parties distinctes de façon à réaliser séparément la sursaturation et la cristallisation :

- Partie 1 : l'alimentation est un mélange de solution concentrée chaude et une fraction importante d'eaux mères. Elle est dirigée à l'aide d'une pompe dans la chambre de vaporisation reliée aux dispositifs de condensation et du vide.
- Partie 2 : cuve de cristallisation où se trouvent des cristaux grossissant dans leurs eaux-mères. À leur sortie du cristalliseur, les dimensions des cristaux sont très différentes. Une opération de criblage permettra de les classer par catégories de taille et d'éliminer des particules trop fines ou trop grosses.

I.12.5. Cristallisoirs à lit fluidisé

Les Cristallisoir à lits fluidisés est un autre type d'appareils dans lesquels une masse de cristaux est suspendue par un courant ascendant de la solution mère (alimentation). L'un des paramètres essentiels pour concevoir de tels cristallisoirs est la vitesse d'ascension de la solution, nécessaire pour maintenir les cristaux en suspension, sans les entraîner en dehors du cristallisoir. Cette vitesse minimale n'est pas toujours facile à atteindre car les cristaux présents en quantité très importante ont parfois tendance à sédimenter et certaines complications de fluidisation peuvent être générées s'ils ont une forme irrégulière. Le cristallisoir de type Oslo ou Krystal est le modèle le plus ancien de cristallisoir à lit fluidisé continu (Figure I.21). Une recirculation externe réalisée par un circulateur ou une pompe permet de générer un lit fluidisé dans la partie basse de l'appareil. Les particules croissent alors de manière homogène dans le lit, les fines étant quant à elles recirculées, éventuellement redissoutes lors du passage dans un échangeur, ou réalimentées dans la zone d'évaporation jusqu'à ce qu'elles atteignent une taille suffisante. L'alimentation est assurée dans le circuit de recirculation en amont du circulateur. L'évaporation se fait généralement sous vide contrôlé dans la partie haute de l'appareil. Dans le système Oslo représenté sur la figure I.21a, le flux de recirculation est alimenté directement au niveau de la surface d'évaporation, ce qui dans certains cas (NaCl, KCl...) entraîne un encroûtement important de la paroi de la tête d'évaporation. Les croûtes formées peuvent se détacher puis obstruer le tube de recirculation interne. Ces inconvénients ont pu être évités ou retardés dans la configuration de la figure I.21b dans laquelle le flux de recirculation réchauffé traverse la partie conique de l'évaporateur avant d'atteindre la surface d'évaporation. Pour NaCl, cette modification a permis d'augmenter la durée de fonctionnement sans nettoyage de 3 jours à plusieurs semaines.

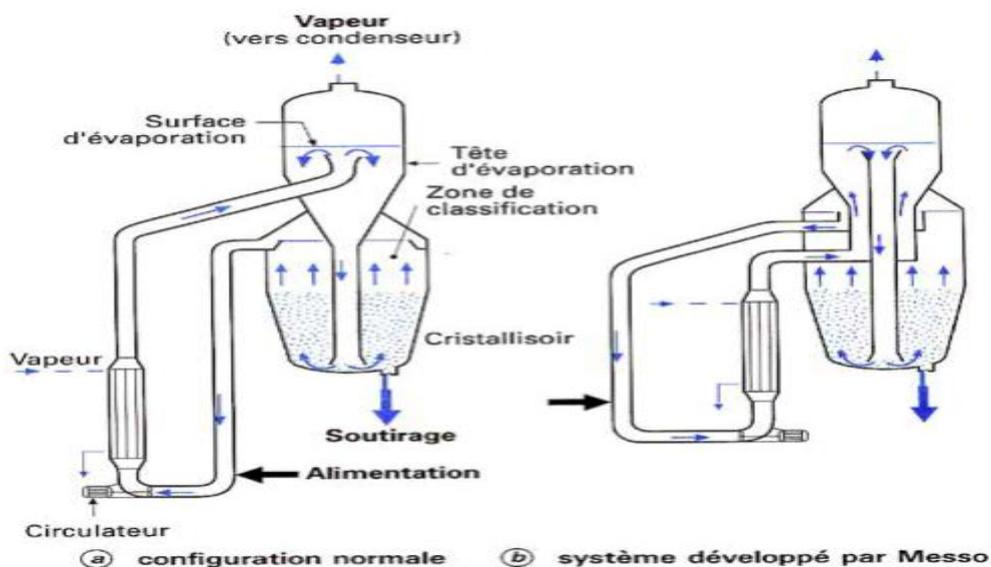


Figure I.21. Cristallisoir compact à lit fluidisé continu à recirculation externe type Oslo ou Krystal

Opération de centrifugation

II.1. Introduction

- ✓ La centrifugation est un processus de séparation utilisé pour séparer les composants d'un mélange en utilisant une force centrifuge. Elle est couramment employée dans divers secteurs industriels, notamment l'industrie chimique, l'agroalimentaire, la biologie et le traitement des déchets. Les centrifugeuses sont les appareils principalement utilisés pour réaliser la centrifugation.

La centrifugation peut être appliquée à différents types de mélanges :

1. Séparation de deux phases liquides : Lorsque vous avez un mélange de deux liquides immiscibles, la centrifugation peut être utilisée pour séparer ces deux phases. Les composants plus denses se déposent au fond du contenant sous l'effet de la force centrifuge, tandis que les composants moins denses restent au-dessus.
2. Séparation d'une phase solide en suspension dans une phase liquide : Si vous avez une suspension de particules solides dans un liquide, la centrifugation peut être employée pour séparer les particules solides du liquide. Les particules solides sont précipitées au fond du contenant pendant la centrifugation.
3. Séparation de deux phases liquides contenant une troisième phase solide : Dans ce cas, il y a deux phases liquides immiscibles, mais il y a également une troisième phase solide en suspension dans l'une de ces phases. La centrifugation permet de séparer la phase solide des deux phases liquides.

La force centrifuge est générée par la rotation de la centrifugeuse. Elle pousse les composants plus lourds vers l'extérieur, créant ainsi une séparation entre les différentes phases du mélange. Une fois la centrifugation terminée, les phases séparées peuvent être récupérées individuellement.

La centrifugation est un outil essentiel dans de nombreuses applications industrielles et de laboratoire, car elle permet de réaliser des séparations efficaces en fonction des densités des composants impliqués.

Les procédés de séparation solide-liquide impliquent la séparation des deux phases, soit la phase solide et la phase liquide. Ils ont donc pour but la récupération, soit de la phase solide, soit de la phase liquide, soit des deux phases séparément

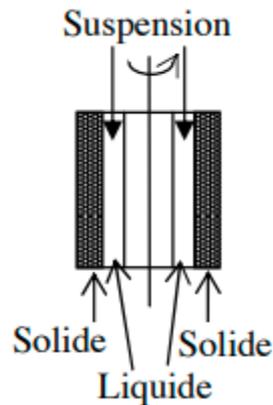


Figure II.1. Opérations de séparation solide-liquide

La décantation centrifuge est un processus de séparation qui repose sur les différences de densité des constituants d'un mélange lorsqu'ils sont soumis à un champ centrifuge (Figure II.1). Elle est couramment utilisée pour séparer les mélanges de type solide-liquide ou liquide-liquide.

La décantation centrifuge est largement utilisée dans de nombreuses industries, y compris l'industrie chimique, l'industrie pétrolière, l'industrie alimentaire et d'autres domaines. Elle est particulièrement efficace pour la séparation des particules solides des liquides, la clarification des liquides et la récupération des solides à partir de suspensions. La centrifugeuse est l'équipement clé utilisé pour effectuer la décantation centrifuge, et il existe différents types de centrifugeuses adaptées à diverses.

II.2. Forme de la surface libre du liquide

Dans la mécanique des fluides, la surface libre d'un liquide au repos est plane et horizontale. La surface de séparation de deux liquides non miscibles au repos est plane et horizontale. Si le fluide n'est pas au repos, cette surface peut donc ne pas être plane ou horizontale.

Lorsqu'un liquide est en rotation tournant autour d'un axe vertical (y) à vitesse angulaire (ω), tous les volumes élémentaires situés en point M à l'intérieur du liquide sont en équilibre sous l'action de la force de la pesanteur ($P = m g$) et de la force centrifuge ($F_C = m \omega^2 r$). La surface de révolution est normale à la résultante des deux forces.

La tangente au point M est donnée par l'équation : $\operatorname{tg} \alpha = \frac{dy}{dx} = \frac{F_C}{P} = \frac{\omega^2 r}{g} = K$

K rapport sans dimension est appelé accélération centrifuge, effet centrifuge ou effet g

Par conséquent : $y = y_0 + \frac{1}{2} \frac{\omega^2}{g} x^2$

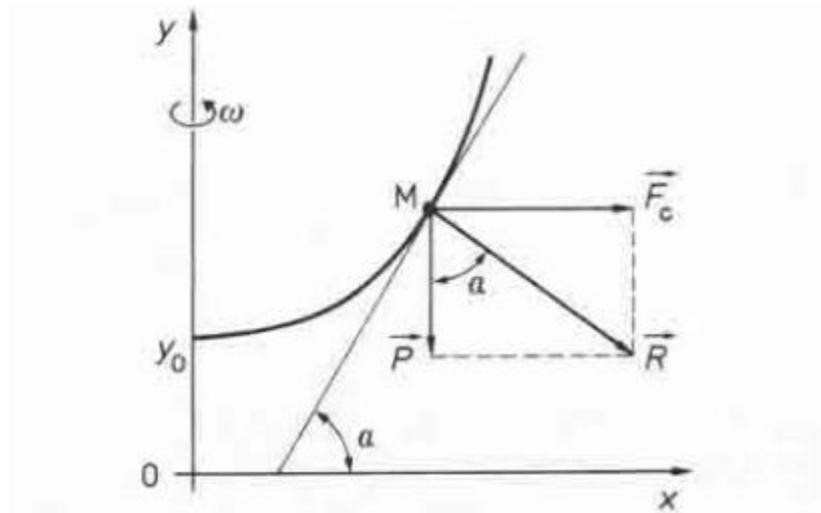


Figure II.2. Forme de la surface du liquide en rotation

La surface de révolution de liquide est de forme parabolique et fonction de la vitesse de rotation du réacteur.

II.3. Effet centrifuge

Un corps de masse " m ", ayant un mouvement de rotation autour d'un axe situé à une distance r , subit une force F_c qui tend à l'éloigner de cet axe. Cette force est proportionnelle à:

- la masse du corps m ,
- la distance de l'axe de rotation (rayon du cercle décrit par le mouvement) r (en mètre),
- le carré de la vitesse de rotation
- ω vitesse de rotation (en tours par minute)

la force de centrifugation (F_c) est donnée par la relation suivante :

$$F_c = 0,011 \times m \times r \times \omega^2$$

Cette force produit une accélération γ (m/s^2) du corps sur lequel elle s'applique : $\gamma = F_c/m$

II.4. Principe de l'opération de centrifugation

La centrifugation est une autre technique utilisée pour la séparation d'échantillons hétérogènes. Deux types de forces agissent sur les particules d'un échantillon hétérogène : le champ gravitationnel et la force de centrifugation, appliquée par une rotation à grande vitesse. La force gravitationnelle est homogène sur l'ensemble de l'échantillon et, en général, beaucoup plus faible que la force de centrifugation. Pour ces raisons, la force gravitationnelle est généralement négligée dans les processus de centrifugation.

La force centrifuge F_c dépend du rayon r d'un point de l'échantillon en rotation (distance par rapport à l'axe de rotation) et de la vitesse angulaire ω (exprimée en radians par unité de temps) selon l'expression :

$$F_c = (1 - \rho/\rho_p) m \omega^2 r$$

où :

- m est la masse de la particule,
- ρ est la densité du liquide
- ρ_p est la densité de la particule.

La masse de la particule en rotation est affectée par la flottabilité et la masse effective affectée par la centrifugation est :

$$F_{\text{flot}} = (1 - \rho/\rho_p) m.$$

L'accélération centrifuge a_c est donnée par l'expression :

$$a_c = \omega^2 r = (2\pi N)^2 r$$

- w : vitesse angulaire (rad/s) ;
- r : distance à l'axe de rotation ;
- n : nombre de rotations par minute (rpm).

L'utilisation d'une force centrifuge augmente le taux de séparation des particules dans une solution, ce qui, dans un champ gravitationnel, ne peut généralement se produire qu'à un faible taux.

Les principales opérations basées sur la centrifugation dans la préparation des échantillons sont la sédimentation, la formation d'un ménisque de matériaux plus légers que le solvant, la séparation de systèmes liquides hétérogènes et l'utilisation de la centrifugation en liaison avec la filtration.

La sédimentation des particules plus lourdes que le liquide a été étudiée en détail pour de petites particules sphériques se déplaçant dans un mouvement laminaire sous l'influence de la gravité.

La force F_c exercée sur ces particules à la vitesse d'équilibre est donnée par l'expression :

$$F_c = \pi/6 d^3 g_c (\rho_p - \rho)$$

avec d est le diamètre de la particule.

L'accélération induite s'exprime en g_c . Elle est fonction de la vitesse angulaire (ω) et de la distance à l'axe de rotation (r) exprimée en cm selon la formule:

$$g_c = \omega^2 r$$

L'accélération g_c peut s'exprimer en fonction du nombre de tours par minute N selon la formule :

$$g_c = 1,119 \cdot 10^5 r \cdot N^2$$

La résistance au mouvement de la particule due à la viscosité du fluide est donnée par l'expression :

$$R = 3 \pi d \cdot u \cdot \eta$$

où η est la viscosité du fluide et u la vitesse des particules.

La condition $R = F_c$ conduit à la loi de Stokes qui donne la vitesse de décantation finale :

$$u_s = \frac{d^2 g_c (\rho_p - \rho)}{18 \eta}$$

Pour la sédimentation pendant la centrifugation, g_c est remplacé par a_c et devient :

$$u_s = \frac{2 \pi^2 d^2 (\rho_p - \rho) \cdot n^2 r}{9 \eta}$$

La relation précédente montre que des particules de diamètres différents ont des vitesses de sédimentation différentes. Cette vitesse dépend de la vitesse angulaire (ou du nombre de rotations par minute), de la viscosité du solvant, de la densité des particules solides, mais aussi de la distance à l'axe de rotation r de la particule dans le tube de la centrifugeuse. La vitesse de sédimentation des particules solides d'une taille de quelques μm est atteinte en quelques microsecondes, tandis que les particules plus grosses (d'une taille d'environ $100 \mu\text{m}$) peuvent atteindre la même vitesse de sédimentation en quelques millisecondes. On suppose que 0,1 seconde suffit pour que toutes les particules dispersées atteignent la vitesse de sédimentation. Le processus de sédimentation par centrifugation est donc beaucoup plus rapide que celui dû à la gravité.

II.5. Types de centrifugation

Il existe deux types de centrifugation

II.5.1. La décantation centrifuge

Technique utilisée pour séparer les mélanges solide liquide, appelé également la clarification.

La séparation des phases par la décantation centrifuge est similaire à celle de la décantation statique, elle est régie par la différence des densités sous l'action du champ centrifuge.

L'opération de décantation est régie par le nature du régime d'écoulement de la suspension par rapport aux parois de la centrifugeuse et aux particules du liquide.

1- Régime laminaire $Re < 2$

Une centrifugeuse en rotation est alimentée en continu par un liquide.

Considérant une particule P (Figure II.3). A un instant donné, celle-ci est en équilibre dynamique entre la force de pesanteur et à la force de la résistance à l'écoulement.

Considérant P particules de forme sphérique de diamètre d ,

- La résistance à l'écoulement de P s'écrit :

$$R = 3 \pi \eta d V_c$$

$$V_c = \frac{d^2}{18 \eta} \Delta \rho \omega^2 r$$

- La force centrifuge F_c s'écrit :

$$F_c = (m_p - m_l) \omega^2 r = \frac{\pi}{6} d^3 \Delta\rho \omega^2 r$$

Avec : m_p et m_l : masse de la particule solide et le liquide respectivement

$\Delta\rho$: masse volumique apparente des particules dans le liquide ($\rho_p - \rho_l$)

ρ_p : masse volumique des particules solides

A l'équilibre : $R = F_c$

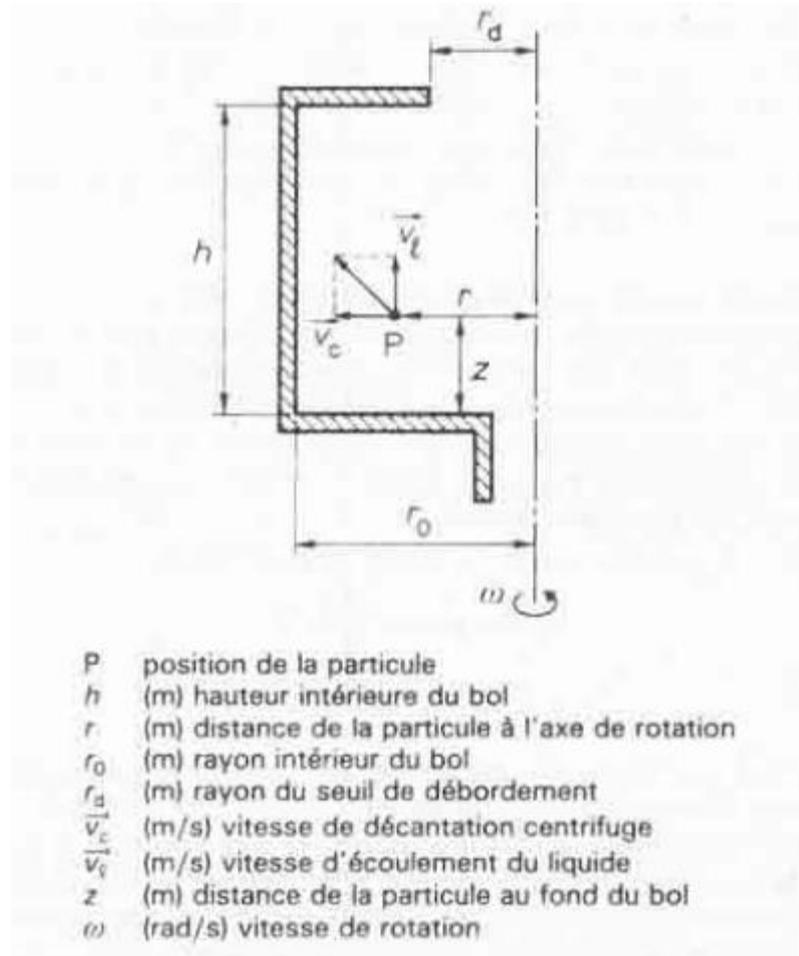


Figure II. 3. Séparation solide-liquide

2- Régime turbulent $500 < Re < 2 \cdot 10^5$

Dans ce cas, l'écoulement de la suspension est toujours laminaire mais la chute des particules est de type turbulent, l'expression donnant la résistance à l'écoulement visqueux devient :

$$R = 0.45 \frac{\pi}{4} \rho_l d^2 \frac{V_c^2}{2}$$

A l'équilibre : $R = F_c$

$$V_c = \sqrt{\frac{\omega^2 r}{g}} v'_s \text{ avec } v'_s = \sqrt{\frac{4}{3} \frac{dg \Delta\rho}{0.45 \rho_l}} \quad \rho_l : \text{masse volumique de la phase liquide}$$

On pose $\sqrt{\frac{\omega^2 r}{g}} = k$ appelé coefficient d'augmentation du champ centrifuge.

3- Régime intermédiaire $2 < Re < 500$

Pareillement que dans le cas précédent, l'écoulement de la suspension reste laminaire mais la chute des particules est de type intermédiaire ; la vitesse de sédimentation des particules de diamètre d s'écrit :

$$V_c = \left(\frac{\omega^2 r}{g}\right)^{\frac{2}{3}} \quad \text{avec} \quad v_s'' = K^{2/3} v_s' \quad \text{avec} \quad v_s' = 0.262 \frac{(\Delta \rho g)^{2/3}}{\eta \rho l^{1/3}} d$$

4- Séparation liquide-liquide

La séparation liquide-liquide peut se faire en utilisant des centrifugeuses dites séparatrices (figure II.4) basées sur la différence des densités des deux liquides. Le mélange se présente sous forme de dispersion qui est constituée de deux phases : une phase dite dispersée et l'autre phase continue. La dispersion est caractérisée par l'importante relative des deux phases ainsi que la dimension des gouttes du fait qu'il ait interaction entre les gouttes au cours de leur décantation.

Dans une centrifugeuse à bol cylindrique ou tubulaire, le bol comporte deux extrémités ; l'une est utilisée pour introduire le mélange à séparer et l'autre caractérisée par deux déversoirs permettant de récupérer les deux phases séparément.

La séparation se fait en deux étapes :

- Séparation des gouttes de la phase dispersée de la même manière que les particules solides en suspension dans un liquide et se concentre à l'interface des deux liquides. La loi de Stokes s'applique pour une goutte isolée mais une correction sur la vitesse de décantation s'impose car il faut tenir compte de l'interaction avec les autres gouttes adjacentes. La séparation se fait généralement en régime laminaire.
- Coalescence des gouttes dans la zone interfaciale.

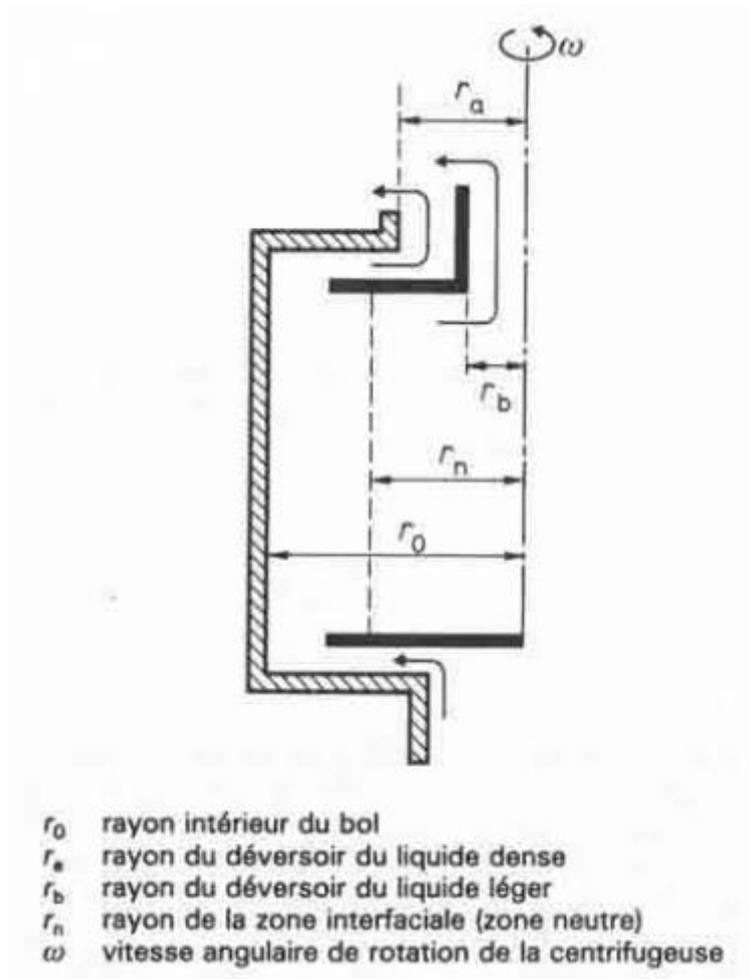


Figure II.4. Séparation liquide-liquide

II.5.2. Equipement de la décantation centrifuge

II.5.2.1-Centrifugation à vitesse modérée

On parle de centrifugeuses à vitesse modérée lorsque l'effet centrifuge K est inférieur à 3000.

1-a- centrifugeuse tubulaire (simple à bol)

Ce type de centrifugeuse permet la séparation de liquides immiscibles. Elle est également utilisée pour les boues urbaines, ou encore dans les distilleries. Pour un bon fonctionnement, le rapport longueur/rayon doit être compris entre 8 et 16. La suspension doit être très peu concentrée ($\phi < 1\%$). Les débits sont généralement compris entre 0,1 et 5 m³/h et la vitesse est de l'ordre de quelques milliers de tours par minute. Elle peut fonctionner en discontinu (Figure 5-a) ou en continu (Figure 5-b).

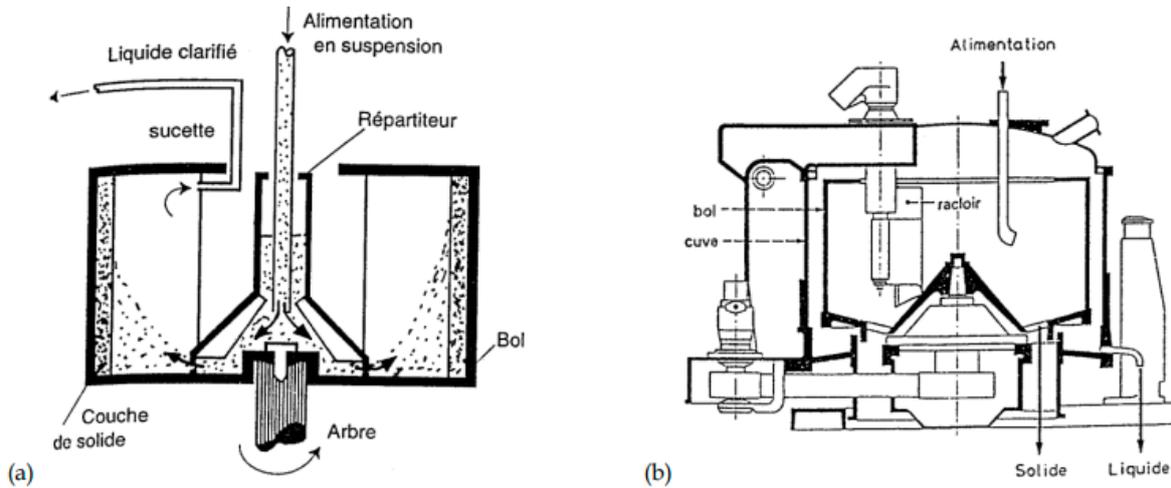


Figure II.5. Centrifugeuse tubulaire

1-b- Centrifugeuse à raclette

Les centrifugeuses à raclette (Figure II.6) sont utilisées pour la concentration en protéines, la clarification des jus de presse de boisson. Le rapport longueur/rayon doit être compris entre 3 et 7. Le bol tourne à quelques milliers de tours par minute et la vis plus lentement (entre 5 et 100 rpm). La suspension peut être relativement concentrée ($\phi = 2$ à 50%).

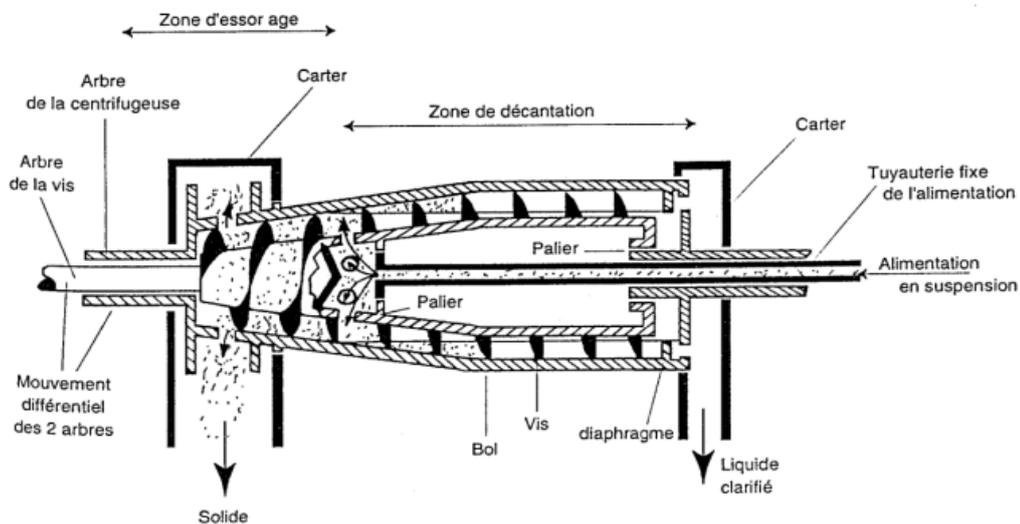


Figure II.6. Centrifugeuse à raclette

II.5.2.2- Centrifugeuse à grande vitesse

Les centrifugeuses à grande vitesse ($K > 3000$) permettent de traiter des suspensions de très fines particules (de l'ordre de $1 \mu\text{m}$) : soit dans une centrifugeuse à bol tubulaire (même géométrie que la Figure II.7, mais fonctionnant à grande vitesse) pour l'extraction de bactéries ou encore le traitement du

plasma sanguin ; soit dans une centrifugeuse à assiettes (Figure II.7), pour l'écémage du lait, la séparation de l'amidon ou la récupération des catalyseurs et des bactéries. Le bol peut faire de 15 cm à 1 m de diamètre et tourner jusqu'à 12 000 tours/min. Le débit maximum est de 100 m³/h et la fraction volumique de solide ne doit pas excéder 15%.

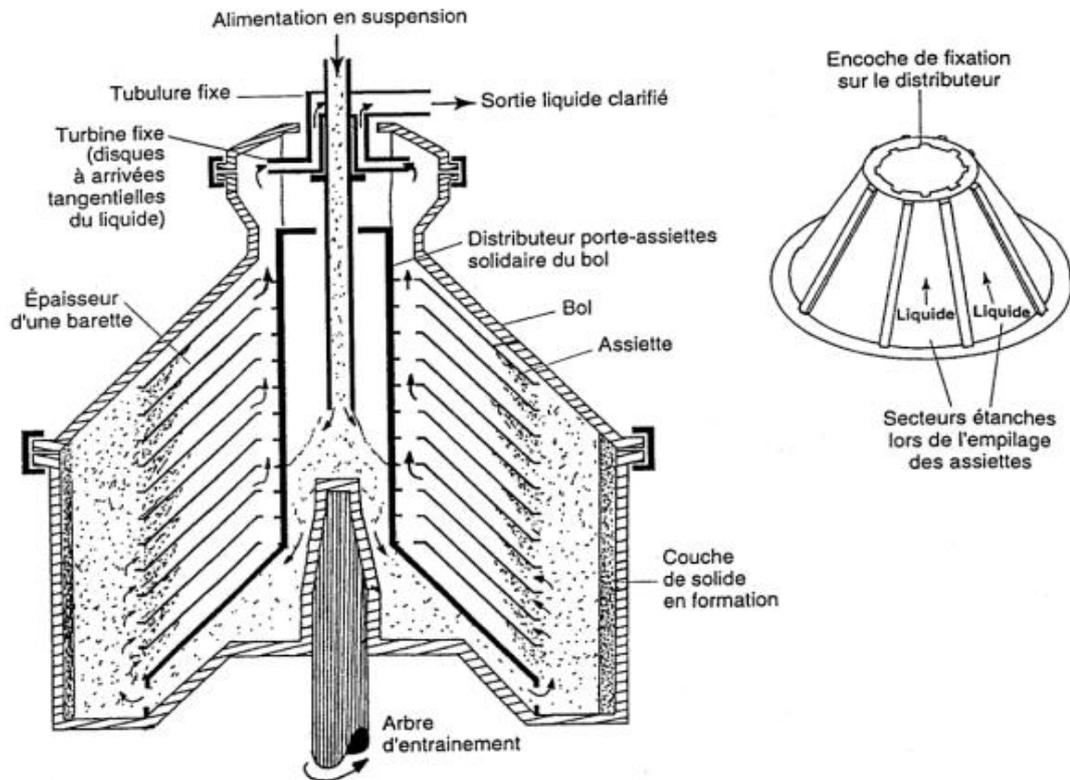


Figure II.7. Centrifugeuse à assiettes

II.6. Filtration centrifuge (essorage)

L'essorage centrifuge est une opération élémentaire de génie chimique, par laquelle un mélange d'une phase solide en suspension dans une phase liquide est séparé, par passage de la phase liquide au travers de la phase solide et d'un élément filtrant, sous l'action d'un champ centrifuge. Ce type de séparation est utilisé pour l'essorage du sel marin, la préparation de produits cristallins et amorphes en pharmacie, ou encore l'essorage de l'amidon, de féculs, du sucre.... Le lit poreux constitué par la phase solide en cours d'opération d'essorage est communément appelé « gâteau ».

L'opération d'essorage est exécutée dans un rotor à paroi perforée, appelé panier, schématisé par la Figure II.8, tournant à une vitesse de rotation supposée constante autour d'un axe XX', dont la paroi intérieure comporte un élément filtrant F.

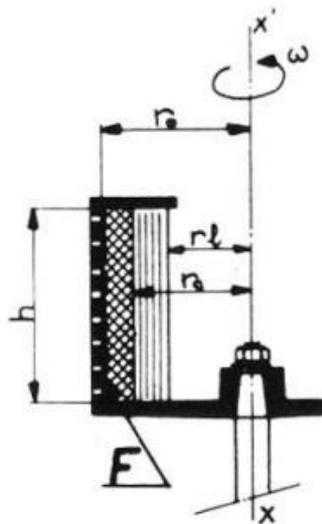


Figure II.8. Essoreuse centrifuge

II.6.1. Différentes phases d'un cycle tournant de fonctionnement d'une essoreuse centrifuge

Cette opération se déroule en plusieurs étapes :

1- Période de chargement

L'appareil est alimenté par le mélange et mis dans le panier de la centrifugeuse en rotation qui conduit à la formation progressive du gâteau jusqu'à atteindre le rayon interne r_i . Celui-ci sera retenu par la paroi interne du panier jouant le rôle de filtre. L'élément filtrant fixé contre la paroi interne du rotor, est le support sur lequel viennent se déposer les particules solides constituant une couche perméable appelée "gâteau".

2-Période de lavage.

Un lavage éventuel du gâteau formé par un liquide traversant la couche poreuse afin d'éliminer le liquide mère emprisonné dans les pores ou dissoudre des impuretés adsorbés sur les particules solides.

3- Période d'essorage

Cette période comporte elle-même deux phases :

- dans la première phase, on extrait le liquide surnageant par rapport au gâteau, la charge hydrostatique est alors variable mais la résistance du gâteau pratiquement constante.
- au cours de la seconde phase, on extrait le liquide contenu dans le gâteau, pression hydrostatique et résistance à l'écoulement variant simultanément.

4- Opération de déchargement

Le gâteau essoré est extrait de l'appareil centrifuge, généralement au moyen d'un dispositif de raclage mécanique. Le temps de déchargement est fonction du type et de la taille de l'essoreuse et de la nature du gâteau.

II.6.2. Lois de débit de filtration

Le débit de filtration est déterminé en se référant aux travaux réalisés par J. Anderson Storrow.

L'équation de l'écoulement, en régime permanent, sans tenir compte de la phase de chargement, est obtenue en écrivant l'équilibre entre la pression centrifuge et la force de frottement selon la loi de Darcy.

On obtient l'équation

$$Q = \frac{dV}{dt} = \frac{4\pi^3 N^2}{\mu g} \cdot K_c \cdot h \cdot \frac{r_o^2 - r_i^2}{\text{Log} \frac{r_o}{r_c}}$$

avec :

Q = débit de filtration en cm^3/s ;

V = volume du filtrat en cm^3 ;

t = temps en s.

N = vitesse de rotation en t/mn;

μ = viscosité en poises;

g = constante de la pesanteur en cm/s^2 ;

K_c = perméabilité du gâteau en centrifugation en g/s^2 ;

h = hauteur du panier en cm;

r_o = rayon intérieur du panier en cm;

r_i = rayon intérieur de l'anneau liquide en cm;

r_c = rayon intérieur du gâteau en cm

Le débit critique Q_c est défini pour $r_i = r_c$,

$$Q_c = \frac{4\pi^3 \omega^2 K_c h}{\mu g} \frac{r_o^2 - r_c^2}{\log \frac{r_o}{r_c}}$$

On constate que la variation de Q_c pour $r_c = r_i$ est de la forme $Q_c = A \omega^2$ à condition que le gâteau soit formé et maintenu en permanence sous un anneau liquide. (A = constante).

II.6.3. Différents types d'essoreuses centrifuges

II.6.3.1-Essoreuses discontinues

Ce sont les plus simples. Elles sont réalisées selon un cycle comprenant :

- La filtration avec formation du gâteau
- l'essorage
- le lavage
- l'essorage

- le débâtissage (déchargement)
- éventuellement un lavage de la toile filtrante

Le déchargement du gâteau de filtration peut être fait:

- en place au moyen d'un couteau racleur,
- ou bien en retirant la toile filtrante comme un sac renfermant le solide
- ou bien en retournant la toile du panier au moyen d'un dispositif automatique

a-Essoreuse à axe vertical

Comme leur nom l'indique ; l'axe de rotation est vertical. Le fonctionnement est discontinu. Le déchargement du solide demande que la vitesse de rotation du panier soit réduite. Un couteau vient racleur le gâteau qui est évacué par une ouverture dans le fond du panier.

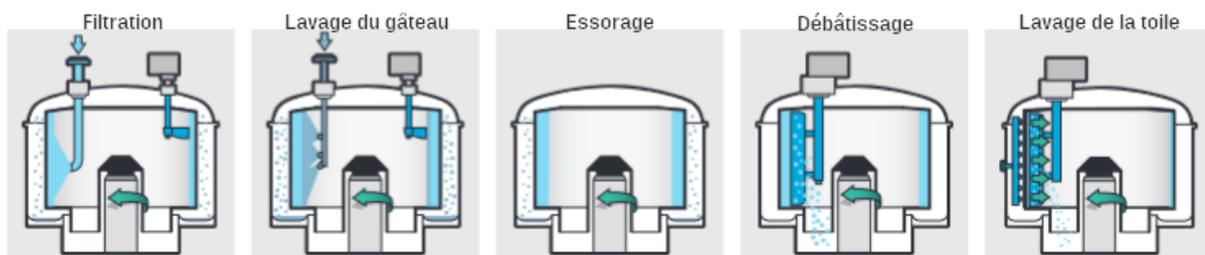


Figure II.9. Essoreuse à axe vertical

b- Essoreuse à axe horizontal

L'axe de rotation est horizontal. Le fonctionnement peut être continu ou discontinu. Le déchargement du solide peut être fait à pleine vitesse, ce qui permet d'enchaîner les cycles de fonctionnement sans perte de temps. Cependant, pour ne pas risquer d'endommager le média filtrant, le couteau racleur est maintenu à une certaine distance, laissant un talon de solide sur la toile. Celui-ci accumulera au fil des cycles de filtration, les particules les plus fines. Il offrira une résistance de plus en plus grande à l'écoulement du liquide et devra périodiquement être éliminé. Elles peuvent être équipées d'un siphon de panier qui permet d'augmenter leur productivité par deux moyens:

1. en phase filtration le siphon de panier permet de créer une dépression derrière le média filtrant qui augmente le débit de filtration du liquide
2. en phase de nettoyage, il permet un lavage à contre-courant du média filtrant et du talon de gâteau.

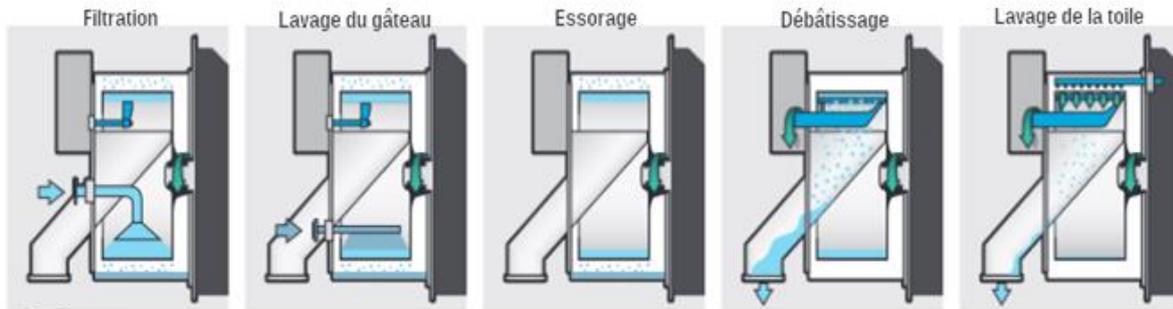


Figure II.10. Essoreuse à axe horizontal

II.6.3.1. Essoreuses continues

Dans ce type d'appareils, l'alimentation de la suspension, l'écoulement du filtrat et l'évacuation de la phase solide s'effectuent en continu sans accumulation de l'une ou de l'autre des phases. Ce type de fonctionnement permet d'atteindre de gros débits de solides (jusqu'à 300 t/h). Les produits traités doivent être bien cristallisés avec des tailles de particules supérieures à 300 μm en raison de l'élément filtrant se trouvant dans le panier de l'appareil.

a-Essoreuses continues à pousoir

Dans une essoreuse à pousoir, la matière solide forme un « gâteau » qui est essoré et transporté le long d'un ou plusieurs paniers équipés de grilles à fentes. Par de petits mouvements de poussée axiaux, le gâteau est poussé progressivement vers la sortie. Avec une faible vitesse de transport du solide (gâteau), l'essoreuse à pousoir permet des temps de séjour plus élevés, de faible perte de particules dans le filtrat ainsi que la minimisation des brisures de grain et une faible usure

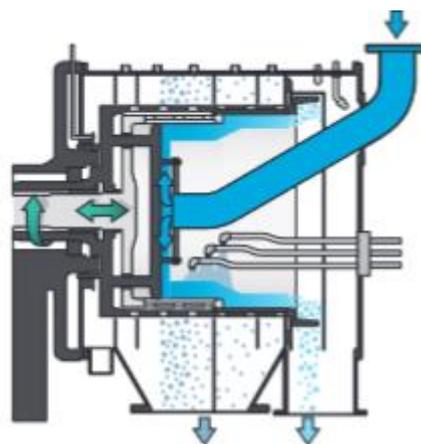


Figure II. 11. Essoreuse à pousoir

b-Essoreuse continues à vis racleuse

L'axe de rotation est horizontal. Le panier tronconique, tournant à grande vitesse, est équipé d'un tamis filtrant adapté au produit à traiter. Convient aux particules de taille supérieure à 50 μm . La vis racleuse,

tournant à une vitesse légèrement inférieure à celle du panier, déplace le gâteau formé jusqu'à la zone de déchargement. Au cours de cette translation le gâteau peut être lavé avant son essorage final.

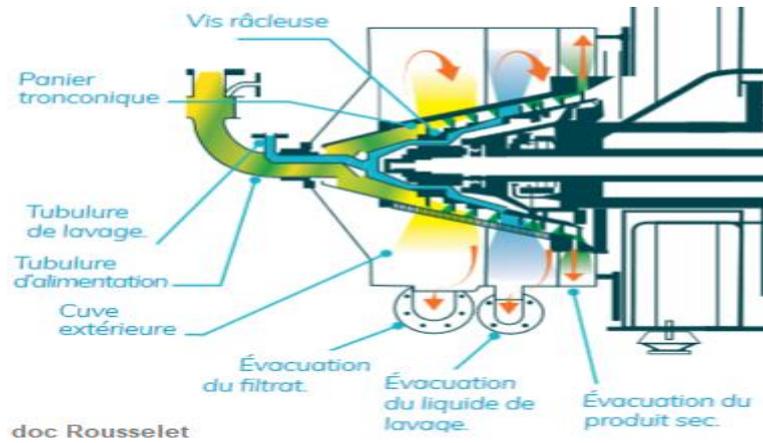


Figure II.12. Essoreuse continues à vis racleuse

c- Essoreuse continue à panier conique

Ce type d'appareils à axe horizontal ou vertical, comportent un panier conique. Ils peuvent être sans vis racleuse et donc le solide est évacué s'écoule par glissement naturel le long des parois (Figure II.13).

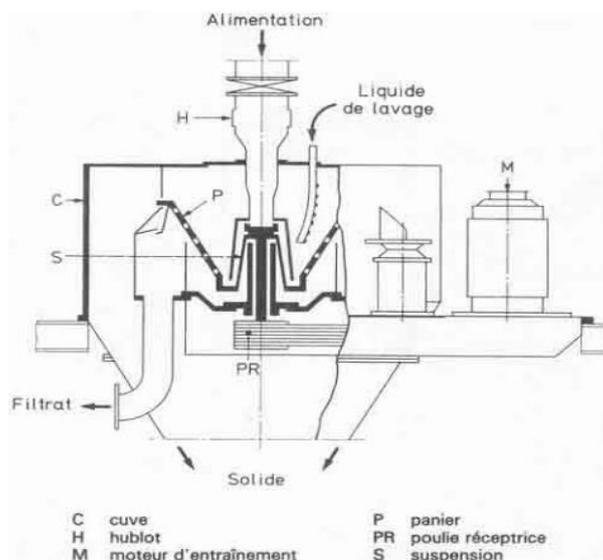


Figure II.13. Essoreuse continu à panier conique sans vis racleuse

Ils peuvent être vibrants, le panier est moins ouvert par rapport au précédent et le cheminement du sédiment et son évacuation sont assurées par une vibration axiale qui provoque une fluidisation partielle des solides. Les diamètres des paniers vont de 500 à 1500 mm (Figure II.14).

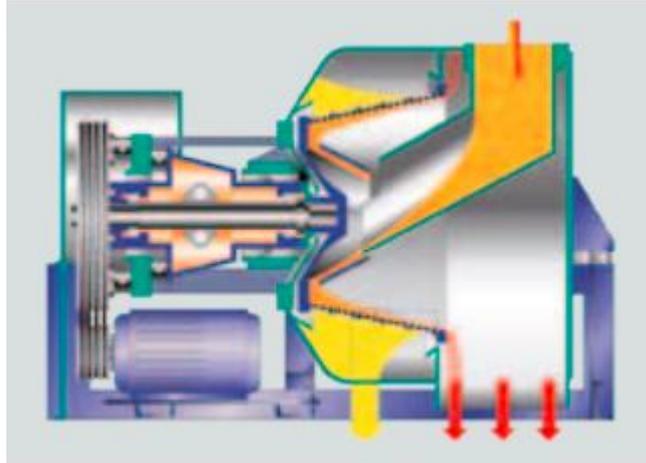


Figure II.14. Essoreuse continue à panier conique vibrant

Des centrifugeuses à axe vertical comportent des paniers coniques et un système d'excentrique permettant de faire varier l'angle de son axe de rotation avec la verticale selon une fréquence inférieure à celle de la rotation. Un mouvement de fluidisation partielle des particules solides est créé et permet leur acheminement le long de la paroi du panier et s'évacuent en continu (Figure II.15).

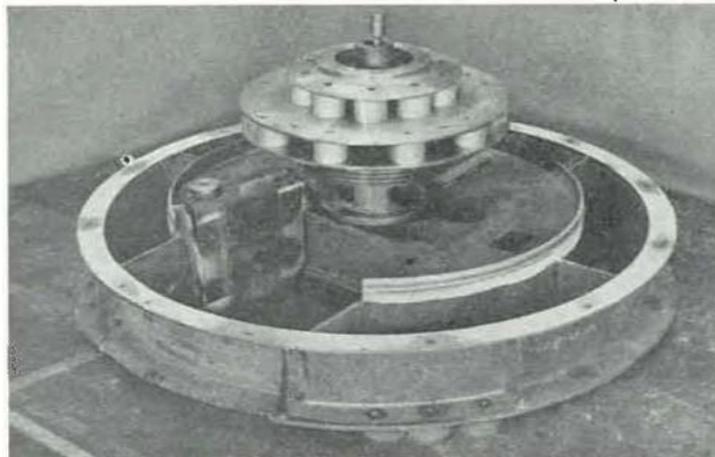


Figure II.15. Essoreuse à panier conique

Opérations de sédimentation et de décantation

III.1.Introduction

Les sédiments sont des particules fines (argiles, limons) à grossières (sables), déplacées et transportées grâce, notamment, aux actions climatiques (vent, marées, ...) et humaines (travaux d'aménagement, exploitation du sol, ...). Dans les ports, les chenaux d'accès, les estuaires, les canaux, les fleuves, et les rivières, leur accumulation gêne voire empêche la circulation des navires, des petits bateaux de plaisance aux supertankers (Figure III.1). Les conséquences sur les activités économiques (industrielles, commerciales, de loisirs...) ne sont pas négligeables.

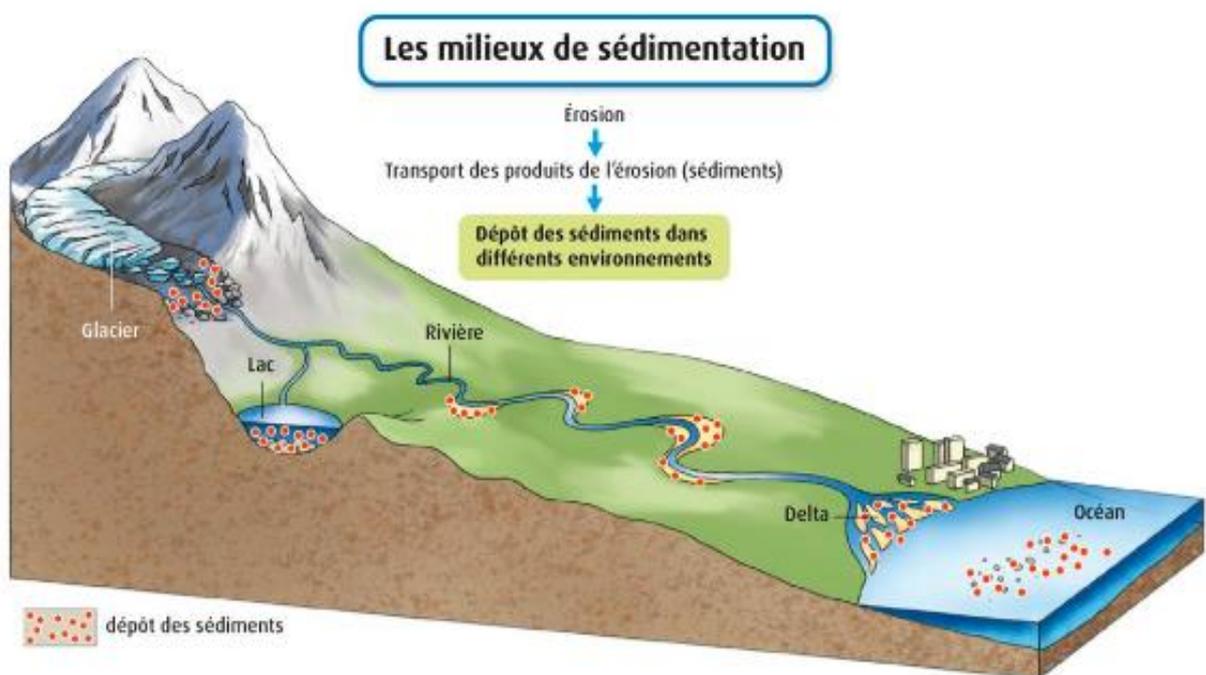


Figure III.1. Milieux de sédimentation

En termes d'opérations unitaires, la sédimentation consiste dans le dépôt des particules solides en suspension dans les fluides (liquides et gaz), sous l'effet d'un champ de forces qui peut être gravimétrique, centrifuge ou électrique. D'autre part, la décantation, également appelée précipitation est une opération parmi les techniques de séparation liquide-solide. Elle est fondée sur le phénomène de sédimentation, ayant pour but de séparer les particules en suspension dans un liquide, sous l'action de leur poids (décantation gravimétrique) ou de la force centrifuge (décantation centrifuge).

Cette opération permet par exemple d'obtenir une boue concentrée à partir d'une suspension initiale diluée (épaississement) ou au contraire un liquide clair à partir d'une suspension peu concentrée en particules solides (clarification).



Le système constitué par une phase quelconque dispersée dans une phase fluide s'appelle suspension ou pulpe si la phase dispersée est un solide, émulsion si c'est un liquide dans un autre liquide. Le fluide dans lequel se fait la dispersion est appelé la phase continue.



III.2. Définition du procédé

La décantation est une opération unitaire, parmi les techniques de séparation liquide-solide basées sur le phénomène de sédimentation. Elle consiste à séparer d'un liquide les particules en suspension en utilisant les forces gravitaires. Les procédés mis en œuvre diffèrent selon que l'on recherche seulement à augmenter la concentration des solides (épaississage) ou que l'on vise à obtenir un liquide clair à partir d'une suspension diluée (clarification) (Figure III.2).

La sédimentation est réalisée à partir de différents types de matières solides en suspension, parmi lesquelles on peut distinguer deux comportements opposés : celui des particules grenues, qui décantent indépendamment les unes des autres, et celui des particules plus ou moins floculées, qui ont des vitesses de chute variables, fonction de la taille des floccs et de leur abondance.



Figure III.2 : Ensemble de bassins de sédimentation et décantation d'une eau polluée

III.3.Principe de la décantation

Lorsqu'une suspension solide dans une phase liquide est laissée au repos, les particules sous l'action de la pesanteur et de la poussée d'Archimède, tendent à tomber vers le fond ou à remonter à la surface selon leur densité et leur taille (Figure III.3).

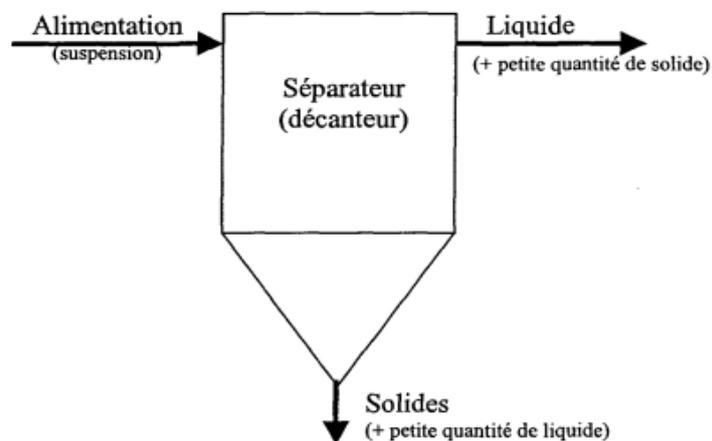


Figure III.3. Principe de l'opération de décantation

Il s'agit d'un procédé de séparation solide/liquide basé sur la pesanteur. Cette séparation est induite par réduction de la vitesse horizontale qui doit être inférieure à la vitesse verticale (de chute, de décantation ou ascensionnelle) afin de favoriser la sédimentation des particules dans un piège. Ces particules s'accumulent au fond du bassin, d'où on les extrait périodiquement. L'eau récoltée en surface est dite clarifiée. Les facteurs clefs de la sédimentation sont la différence de masse volumique entre le solide et le liquide, la taille des particules et la viscosité du fluide.

III.4.Types de décantation

Le phénomène de sédimentation peut se manifester différemment selon la concentration de la suspension, les caractéristiques propres des particules et les interactions possibles entre elles. On distingue plusieurs types de matières décantables (Figure III.4) :

Type 1 : décantation de particules discrètes dites grenues : ce type de décantation (dite discrète ou individuelle) est caractérisé par le fait que les particules conservent leurs propriétés physiques initiales (forme, dimension et densité au cours de leur chute). La vitesse de chute est indépendante de la concentration en solide ; c'est pourquoi les lois classiques de Newton et de Stokes s'appliquent ici. On retrouve ce type de décantation dans les dessableurs.

Type 2 : Décantation de particules floculantes : Ce type est caractérisé par l'agglomération des particules au cours de leurs chutes. Les propriétés physiques de ces particules sont donc modifiées pendant le processus. On retrouve ce type de décantation dans les décanteurs des usines de traitement des eaux et dans les décanteurs secondaires des usines d'épuration (Figure II.4).

Type 3 : Décantation freinée (en piston) Ce type est caractérisé par une concentration élevée de particules, ce qui entraîne la formation d'une couche de particules et, par conséquent, l'apparition d'une démarcation nette entre les solides décantés et le liquide surnageant. On retrouve ce type de décantation dans la partie profonde des décanteurs (Figure II.4).

Type 4 : Décantation en compression de boue : Dans ce type de décantation, les particules entrent en contact les unes avec les autres et reposent sur les couches inférieures et dans cette zone, le phénomène de consolidation est relativement lent. On retrouve ce type de décantation dans les épaisseurs de boues par gravité (Figure II.4).

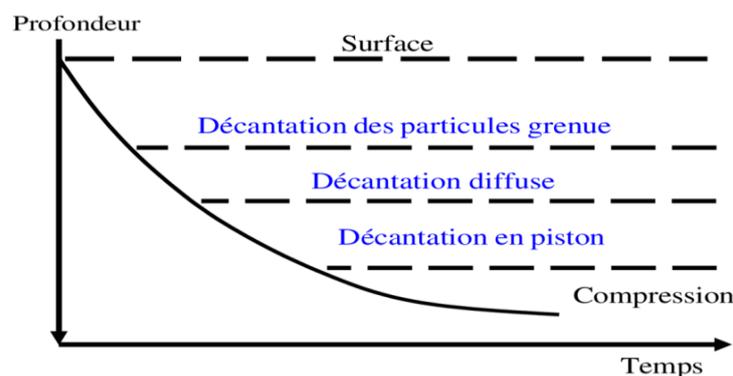


Figure III.4. Différents types de matières décantables

III.5. Indices de la décantabilité

Brouzes (1973) définit la décantabilité comme un ensemble de caractéristiques physiques qui déterminent la vitesse de chute et le tassement des matières en suspension. Cette caractéristique peut être évaluée en mesurant l'indice de Mohlman (IM) ou l'indice de boue (IB).

III.5.1. L'Indice de Mohlman

L'Indice de Mohlman est défini comme étant la relation entre le volume occupé par les boues après 30 minutes de décantation divisé par la concentration de la matière en suspension et par le volume initial. Il s'agit donc du volume occupé par 1 g de boues après une demi-heure de décantation. Il est aussi connu sous le terme anglo-saxon de SVI (Sludge Volume Index). Il est donné par la formule suivante :

$$IM = \frac{V}{M} (ml/g)$$

IM : Indice de Mohlman (en ml/g)

V : Volume de boue après 30 min de décantation (ml ou cm³)

M : MES présentes dans ce volume (g)

- Si IM est inférieur à 50 ml/g : mauvaise décantabilité .
- Si IM est compris entre 80 ml/g et 150 ml/g : bonne décantabilité.
- Si IM est supérieure à 150 ml/g : phénomène de bulking (foisonnement de bactéries filamenteuses).

Selon le Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, l'Indice de Mohlman n'a pas de base dans la théorie de séparation solide-liquide, mais il a un fond empirique.

La vitesse de décantation est fonction principalement de la hauteur initiale dans la colonne (H₀), de son diamètre et de la concentration volumique initiale. Cependant, généralement, la hauteur initiale n'interfère pas dans les résultats. Mais il y a une limite de 30 cm à partir de laquelle un effet de profondeur perturbe la décantabilité des boues (Veselind et Dick, 1969). Cho (1989) a vérifié cet effet en réalisant des essais avec des hauteurs de 30 et 60 cm. Il a observé que, plus la concentration de la boue était importante, plus les différences entre les vitesses mesurées sur un même échantillon augmentaient. Par contre, pour des hauteurs de 60 et 90 cm, la différence n'est pas significative. En théorie, on doit obtenir pour des hauteurs différentes des tangentes parallèles, donnant ainsi des vitesses égales, mais si on réalise des décantations successives ou des dilutions, la structure du floc peut changer et on obtient alors des valeurs différentes. Cho (1989) a réalisé des essais de sédimentation successifs sur des boues d'argile et des boues activées après remise en suspension par aération, afin de vérifier la

reproductibilité des valeurs des paramètres de décantabilité. Il a observé des variations importantes (supérieures à 50%) sur les paramètres déterminés. Pour éviter des effets de paroi, le rapport entre le diamètre de la colonne et le diamètre de la particule doit être supérieur à 100.

L'inconvénient de cet indice est qu'il dépend très nettement de la concentration initiale de la boue. C'est pourquoi l'on a défini l'indice de boue qui est indépendant de ce dernier paramètre. L'indice de boue est caractéristique de l'état des boues de la station.

III.5.2. Indice de boue (Taux de boue)

Le test de l'indice de boue est utilisé pour apprécier l'aptitude d'une boue à la décantation. Cet indice représente le volume occupé par un gramme de boue après 30 minutes de décantation statique dans une éprouvette d'un litre à paroi transparente graduée. Il est donné par la formule suivante :

$$IB = \frac{V}{M d} \text{ (mL/g)}$$

IB: Indice de boue (en mL/g)

V : Volume de boues après 30 min de décantation (ml ou cm³)

M : MES présentes dans ce volume (g)

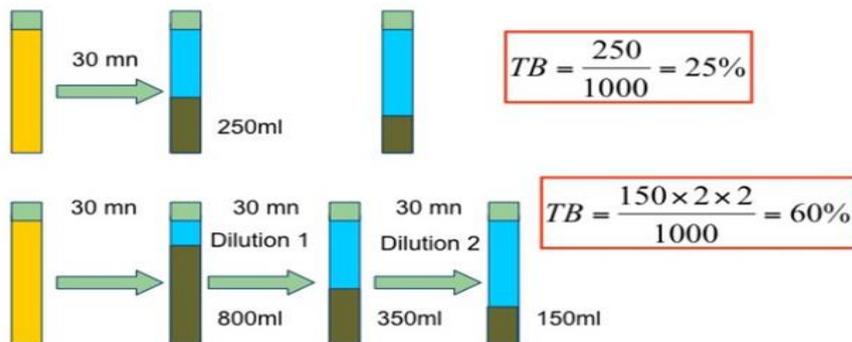
d : Taux de dilution (par exp : 1/2 ou 1/4).

Lorsque l'Indice de Mohlman tel que défini ci-dessus ne peut-être mesuré (boue trop concentrée, mauvaise décantation, etc.), il faut procéder à une série de dilutions. Ces dilutions sont réalisées avec de l'eau traitée désoxygénée. La dilution adéquate est retenue quand le volume de boue après 30 minutes de décantation est inférieur à 250 ml (l'indice de boue reste constant et n'est plus influencé par la concentration en boue de l'échantillon)



Le taux de boues peut être calculé pour l'exemple suivant en utilisant la formule précédente

Exemples d'application



III.6. Facteurs régissant sur la séparation par décantation

De nombreux facteurs influencent la décantation et parmi les plus importants on peut citer :

- 1- La nature de la particule : taille, forme, propriétés chimiques et minéralogiques, etc.
- 2- Le ratio de la concentration de la phase solide versus la phase liquide.
- 3- La nature du pré-traitement (floculation-coagulation).
- 4- La nature des infrastructures contenant la solution.
- 5- La différence de densité entre la phase liquide et la phase solide.
- 6- La viscosité du liquide.

III.7. Vitesse de sédimentation

Deux cas de figures peuvent se présenter selon que la concentration de la suspension est forte ou faible.

III.7.a. Cas de suspension diluée (faible concentration)

Dans le cas d'une suspension diluée (concentration en volume des solides en suspension inférieure à 0,5%), on considère que chaque particule est suffisamment éloignée de sa voisine, et que par conséquent chacune d'entre elles sédimente comme une particule isolée.

Une seule particule de phase solide dispersée dans un liquide immobile est soumise d'une part, à la force de la pesanteur et d'autre part, à la poussée d'Archimède qui lui est opposée (Figure III.5). Si sa masse volumique est différente de celle du liquide, ces deux forces sont aussi différentes et la particule se déplace par rapport au fluide avec une certaine vitesse V_c que l'on appelle vitesse de sédimentation. Cette vitesse, nulle au départ, augmente rapidement car la force résultant de la différence entre la pesanteur et la poussée d'Archimède est constante ; le mouvement est uniformément accéléré. Mais une troisième force apparaît rapidement : c'est la résistance que le fluide oppose au mouvement de la particule du fait de sa viscosité. Cette force croît approximativement avec le carré de la vitesse. Il arrive

donc un moment où cette troisième force équilibre la résultante des deux autres : la vitesse de sédimentation devient alors constante. En pratique, cette limite est atteinte très rapidement pour les fines particules qui seules nous intéressent ici. La vitesse atteinte s'appelle vitesse limite de chute d'une particule appelée aussi vitesse terminale ou critique.

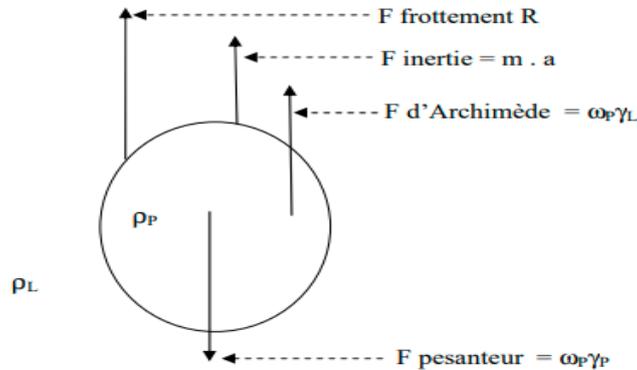


Figure III.5 : Forces agissant sur une particule dans eau

- La force de pesanteur : $F_{\text{pesanteur}} = \omega_p \cdot \rho_p \cdot g = \omega_p \cdot \gamma_p$

- La poussée d'Archimède : $F_{\text{Archimède}} = \omega_p \cdot \rho_L \cdot g = \omega_p \cdot \gamma_L$

- La force d'inertie : $F_{\text{inertie}} = m \cdot a = \omega_p \rho_p \frac{dV_c}{dt}$

- La résistance à l'avancement : $R = \frac{C_D}{2} S_p \rho_L V_c^2$

Avec :

- γ_p et γ_L : Masses volumiques de la particule et du fluide.
- ρ_p et ρ_L : masse volumique de la particule et du fluide
- ω_p , S_p et d : masse, surface, diamètre de la particule.
- V_c : vitesse de décantation de la particule.
- g : accélération de la pesanteur
- C_D : Coefficient de traînée (adimensionnel). Il dépend du nombre de Reynolds $Re = \frac{V_c d}{\nu}$

Avec : ν viscosité cinématique du liquide $\nu = \frac{\eta}{\rho_L}$, η Viscosité dynamique du liquide

A l'équilibre : $F_{\text{pesanteur}} = F_{\text{Archimède}} + F_{\text{inertie}} + F_{\text{frottement}}$

$$\omega_p \cdot \rho_p \cdot g = \omega_p \cdot \rho_L \cdot g + \omega_p \rho_p \frac{dV_c}{dt} + \frac{C_D}{2} S_p \rho_L V_c^2$$

$$\omega_p \rho_p \frac{dV_c}{dt} = \omega_p \cdot g \cdot (\rho_p - \rho_L) - \frac{C_D}{2} S_p \rho_L V_c^2$$

La particule qui chute accélère jusqu'à ce que $\frac{dv}{dt} = 0$

$$\Rightarrow \omega_p \rho_p \frac{dV_c}{dt} = \omega_p \cdot g \cdot (\rho_p - \rho_L) - \frac{C_D}{2} S_p \rho_L V_c^2 = 0 \Rightarrow V_c^2 = \frac{2 \omega_p \cdot g \cdot (\rho_p - \rho_L)}{C_D S_p \rho_L}$$

Sachant que: $\omega_p = \frac{\pi d^3}{6}$ et $S_p = \frac{\pi d^2}{4}$ et donc $V_c^2 = \frac{4g(\rho_p - \rho_L)d}{3C_D \rho_L}$

Le coefficient de frottement C_D dépend du régime d'écoulement hydrodynamique (nombre de Reynolds Re) et de la forme de la particule (Figure III.5). Ce coefficient peut être calculé à partir de la formule suivante : $C_D = a Re^{-n}$

Avec a et n constantes présentées dans le tableau III.1 suivant :

Tableau III.1. Coefficient de frottement $C_D = f(Re)$

Re	Régime	a	n	C_D	Formule
$10^{-4} < Re < 1$	Laminaire	24	1	$24Re^{-1}$	Stokes
$1 < Re < 10^3$	Intermédiaire	18,5	0,6	$18,5Re^{-0,6}$	Allen
$10^3 < Re < 2 \cdot 10^5$	Turbulent	0,44	0	0,44	Newton

En régime laminaire et en utilisant $C_D = \frac{24}{Re} = \frac{24\eta}{\rho_L V_c d}$, on obtient l'expression de la loi de Stokes soit :

$$V_c = \frac{g}{18\eta} (\rho_p - \rho_L) \cdot d^2$$

Si le nombre de Reynolds est compris entre 0,5 et 10^4 ,

Fair-Geyer donne :

$$C_D = \frac{24}{Re} + \frac{3}{\sqrt{Re}} + 0,34$$

Dans ce cas, pour calculer V_p , on remplace C_D dans la formule $V_c^2 = \frac{4g(\rho_p - \rho_L)d}{3C_D \rho_L}$,

Dans le Tableau III.2, tiré des résultats de nombreux travaux expérimentaux, la vitesse limite de chute des particules sphériques en fonction du nombre de Reynolds est présentée.

Avec $g = 9,81$ (accélération de pesanteur).

Tableau III.2. Vitesse limite de chute des particules sphériques en fonction de Re

Re	C_D	U	U_{lim}	Domaine
$<10^{-4}$	La loi de Stokes ne s'applique pas ; car le moment des particules est influencé par le mouvement brownien.			
10^{-4} à 1	$24 / Re$	$0,545 \cdot (\rho_s - \rho_L) \cdot \eta_L^{-1} \cdot d^2$		Régime laminaire
1 à 10	$26 / Re^{0,77}$	$0,57 \cdot (\rho_s - \rho_L)^{0,814} \cdot \eta_L^{-0,625} \cdot d^{1,439}$		Régime de transition
10 à 10^2	$20 / Re^{0,65}$	$0,73 \cdot (\rho_s - \rho_L)^{0,741} \cdot \eta_L^{-0,481} \cdot d^{1,222}$		
10^2 à 10^{-3}	$4,92 / Re^{0,346}$	$1,81 \cdot (\rho_s - \rho_L)^{0,604} \cdot \eta_L^{-0,209} \cdot d^{0,813}$		
10^{-3} à $2 \cdot 10^5$	0,44	$5,40 \cdot (\rho_s - \rho_L)^{0,5} \cdot d^{0,5}$		Régime turbulent

La valeur inférieure du domaine de validité de la loi de Stokes Navier ($Re < 10^{-4}$) correspond à la distinction que font les exploitants de la décantation entre une « particule » et un « colloïde ».

III.7.b. Cas de suspension concentrée

Si la concentration volumique en solides devient élevée ($> 0,5\%$) donc en régime laminaire ($Re < 1$) et en milieu Newtonien, on peut admettre que la viscosité cinématique équivalente d'une suspension (v_m) et sa masse volumique (ρ_m) s'expriment approximativement à partir de celle du liquide (v_L et ρ_L) comme suit:

$$v_m = v_L \frac{D + \left(\frac{1}{\rho_s}\right)}{D - D_{lim}}$$

$$\rho_m = \frac{D\rho_L + 1}{D + \left(\frac{1}{\rho_s}\right)}$$

Avec D et D_{lim} ; dilution (volume du liquide par unité de masse du solide) de la suspension et de la boue en fin de sédimentation (tassement), respectivement en remplaçant ρ_L par ρ_m et v_L par v_m dans l'équation de la loi de Stokes en régime laminaire (tableau 2), on obtient la valeur approximative de la vitesse limite de chute des particules en suspension concentrée, soit :

$$V_{lim} = 0,545 \frac{(\rho_s - \rho_L) \cdot (D - D_{lim}) \cdot d^2}{\left[\left(\frac{1}{D} + \rho_L\right) \cdot [D + (1 + \rho_s)]\right] \cdot v_L}$$

Dans le cas des particules flocculées, la valeur de V_{plim} est obtenue en remplaçant D_{lim} par D_C (dilution correspondant au début de compression) dans la relation donnant la valeur de v_m .

III.8. Théorie de Kynch

Suite à l'étude des suspensions de concentrations élevées, Kynch (1952) pose que l'écoulement peut être perturbé par la proximité des grains (déposition entravée, ou "hindered settling"). Il pose alors l'hypothèse que la vitesse de déposition des grains ne dépend que de leur concentration locale.

Dans la décantation en piston (ou à forte concentration), les particules décantent en couches, chacune caractérisée par une concentration en matière en suspension. Kynch a supposé que la vitesse de sédimentation des particules dans une couche est uniquement fonction de la concentration de la couche dans laquelle elle se trouve. Les hypothèses de cette théorie sont :

- Il n'y a pas d'effet de parois
- La concentration initiale est uniforme
- La vitesse est identique pour toutes les particules de cette couche
- La concentration en particules de la couche est constante

III.9 Courbe de Kynch

L'hypothèse fondamentale de Kynch est que la vitesse de chute d'une particule ne dépend que de la concentration locale C en particules. Visuellement, quand on réalise une décantation en piston dans un tube de hauteur et de diamètre suffisants, au minimum une éprouvette d'un litre, on observe généralement l'apparition de quatre zones ; Le phénomène s'explique comme il est illustré sur la courbe de Kynch-Anderson (Figure III.6) donnant l'évolution de la hauteur des interfaces en fonction du temps.

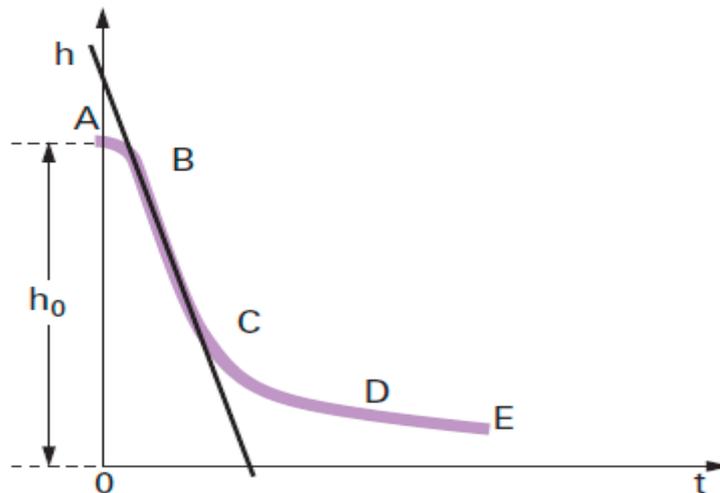


Figure III.6. Courbe de kynch-Anderson. Evolution de la hauteur des interfaces en fonction du temps (Régimes de sédimentation).

a – Début de la décantation

Au départ homogène, le mélange commence à se séparer en une phase claire, située au-dessus de l'interface et une phase concentrée. Dans cette étape, les particules en suspension ont commencé à couler, ce qui fait diminuer la concentration de la couche superficielle. La hauteur h de l'interface, initialement égale à la hauteur de la surface libre h_0 , commence à diminuer.

b – Sédimentation en particules séparées

La hauteur h diminue linéairement avec le temps (la courbe est assimilable à un segment de droite) : la vitesse de chute est constante car les particules chutent isolément et le phénomène peut être décrit par la relation suivante :

$$V_c = \frac{g}{18\eta} (\rho_p - \rho_L) \cdot d^2$$

Dans cette phase, la concentration au point C n'est pas encore suffisamment importante pour provoquer la floculation.

c – Zone de transition : qui se subdivise en deux sous-étapes

- Décantation en masse (ou « sédimentation troublée ») : dans la phase mélangée, du fait de la diminution de h , et donc du volume du mélange, la concentration devient suffisamment élevée pour que les particules interagissent hydro dynamiquement pendant leurs chutes : la floculation commence à se produire, les particules grossissent et deviennent plus lourdes.
- Ralentissement : les particules, devenues plus volumineuses, se freinent mutuellement entraînant donc un ralentissement de la diminution de h .

d – Phase de compression (ou tassement) :

Les particules solides agglomérées acquièrent un poids suffisant pour exercer une compression du milieu. Les particules se compactent et la concentration devient plus élevée. Il n'y a plus décantation mais tassement. La théorie de Kynch s'applique aux tronçons BC et CD qui couvrent le domaine essentiel de la décantation des boues.

La théorie de Kynch nous permet d'obtenir le couple vitesse/concentration à partir de la courbe h en fonction *de t*. Tout d'abord on trace une tangente au point où l'on veut calculer le couple v/C ; à partir de la pente de la tangente on obtient la vitesse v et la concentration est calculée à partir de la hauteur initiale instantanée donnée par l'intersection de la tangente et l'axe vertical h .

Pour la vitesse de décantation dans la zone de chute libre (vitesse de chute libre) on fait une régression linéaire entre les points dans le segment AB. Le coefficient angulaire est la vitesse moyenne de chute et la concentration dans cet intervalle est considérée comme constante et égale à la concentration initiale. Dans la zone de concentration variable, on mesure la vitesse en calculant la tangente à la courbe en chaque point et la concentration est obtenue par l'équation suivante :

$$C_i = C_0 \frac{h_0}{h_i}$$

où C_0 = concentration initiale, h_0 = hauteur initiale, h_i = hauteur équivalente obtenue par l'intersection de la tangente.

III.10.Aspects technologiques

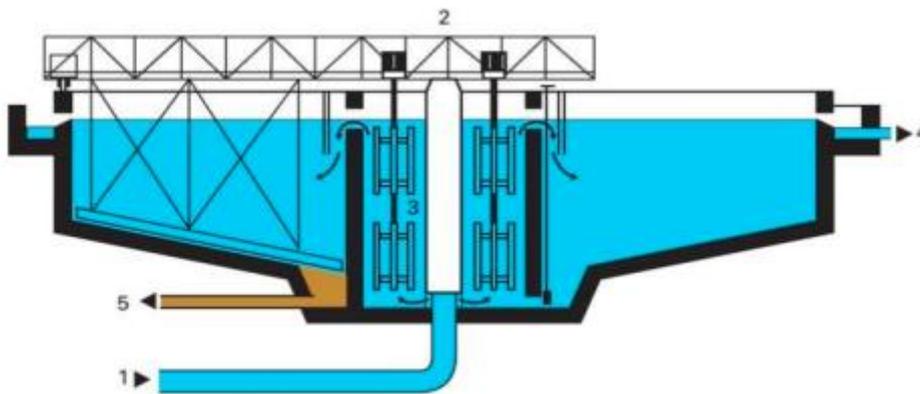
Suivant la nature et les caractéristiques physico-chimiques des particules en suspension (propriétés électriques, densité, concentration) et les conditions d'exploitation désirées, plusieurs systèmes de décantation peuvent être proposés.

III.10.1.Décantation statique

Elle est assurée dans des bassins de forme circulaire ou rectangulaire avec ou sans raclage des boues décantées selon la quantité de matière en suspension dans les effluents et le volume des boues à évacuer.

III.10.1.a.Décanteurs circulaires raclés

Les Décanteurs circulaires raclés, de hauteurs comprises entre 2 et 3,5 m, sont limités à des diamètres de 50 à 60 m au maximum. Le fond des ouvrages a une très légère pente (4 à 8 %) vers le centre pour faciliter la collecte des boues. Le dispositif de raclage, fixé à une charpente métallique tournant autour de l'axe du bassin, possède une double fonction. Il permet, grâce à une lame continue ou à des raclettes disposées en jalousie, d'amener les boues déposées sur toute la surface du fond de l'appareil vers une poche centrale d'où partent les tuyauteries d'extraction. Par ailleurs, un racleur de surface pousse les corps flottants vers un « pot à écumes » (Figure III.7)



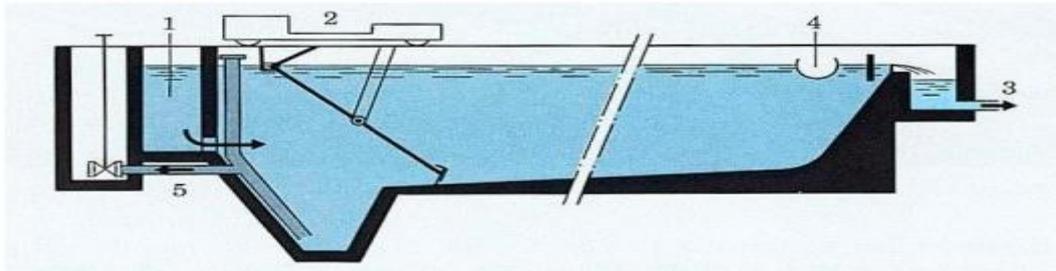
1 – Arrivée d'eau brute 2 – Pont racleur 3- Zone de flocculation 4 – Sortie d'eau décantée 5 – Evacuation des boues

Figure III.7.Décanteur circulaire raclé, à entraînement périphérique

III.10.1.b. Décanteurs rectangulaires

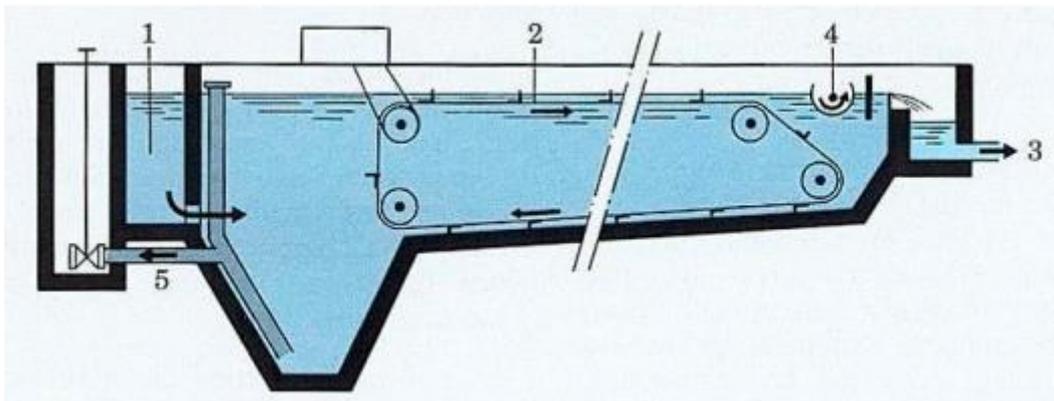
Il existe deux types de décanteurs longitudinaux : les appareils à pont racleur (Figure III.8) et les appareils à chaînes (Figure III. 9). Les ponts racleurs des décanteurs longitudinaux se déplacent selon un mouvement de va et vient. Ils raclent à contre-courant seulement. Les décanteurs à chaînes permettent

un raclage continu de la boue et des flottants par une série de raclettes montées entre deux chaînes sans fin parallèles et tournant le long des parois verticales du bassin. La forme correspondant à la meilleure hydraulique donne un rapport de 1 à 6 entre la largeur et la longueur. La profondeur des bassins est comprise le plus souvent entre 2,5 et 4 m ; la pente du radier est de l'ordre de 1 %



1 – Arrivée d'eau brute 2 – Pont racleur 3- Sortie d'eau décantée 4 – Reprise des flottants
5 – Evacuation des boues

Figure III.7. Décanteur longitudinal à pont racleur



1 – Arrivée d'eau brute 2 – Chaîne racleuse 3- Sortie d'eau décantée 4 – Reprise des flottants 5 –
Evacuation des boues

Figure III.8. Décanteur longitudinal à chaînes

III.10.2. Décantation lamellaire

La séparation lamellaire a permis une évolution importante de la technologie de décantation avec la conception d'installations beaucoup plus compactes. La conception de ces appareils met à profit le fait que le rendement de séparation des matières en suspension ne dépend, en réalité, que de la surface du décanteur. Sa profondeur a peu d'influence sur ses capacités de décantation. Dans ces conditions, si on considère un décanteur rectangulaire ou circulaire de surface S et de hauteur H , l'installation de N cloisons horizontales, le divisant en N compartiments superposés de hauteur (H/N) , permettra de traiter dans chaque décanteur élémentaire le débit Q , soit au total un débit de $N \times Q$. La décantation lamellaire

consiste donc, à multiplier dans un même ouvrage les surfaces de séparation eau-boue. Ainsi le positionnement de faisceaux lamellaires (tubes ou plaques parallèles) dans la zone de décantation crée un grand nombre de cellules élémentaires de séparation. Afin d'assurer l'auto-curage des matières sédimentées sur les plaques, il est nécessaire d'incliner les lamelles d'un angle α par rapport à l'horizontale. L'inclinaison des plaques est généralement de 45 à 60°, leur espacement de 10 à 20 cm. Par conséquent, la surface effective ou équivalente de décantation du séparateur lamellaire sera égale à NS , c'est-à-dire à la somme de la projection de chaque plaque (de surface élémentaire S) sur l'horizontale (Figure III.9).

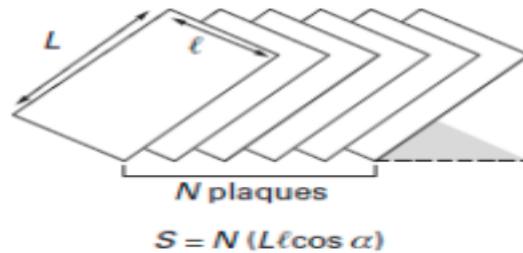


Figure III. 9. Principe de la décantation lamellaire

La traversée de ce faisceau de plaques (Figure 10) peut se faire aussi bien à co-courant, à contre-courant, ou à courants croisés, en fonction du trajet des boues. Ces bassins permettent une importante économie de place. La décantation lamellaire pour des rendements d'élimination équivalant à la décantation classique fonctionne avec des charges hydrauliques superficielles très élevées (de 10 à 15 m³/m² h). Le temps de séjour de l'eau est réduit environ de 10 à 12 minutes contre 2 heures dans un décanteur ordinaire.

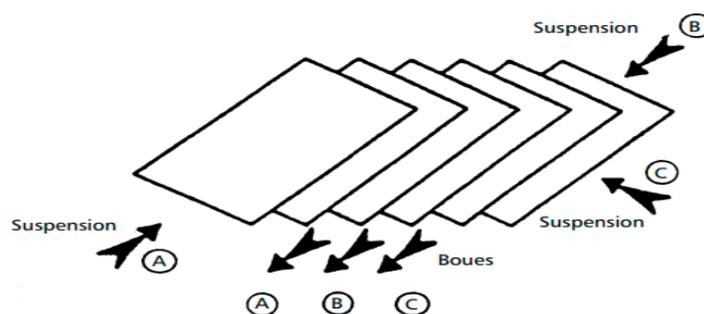


Figure III.10. Décanteur à lames minces : a) à contre-courant; b) à co-courant; c) à courants croisés.

Opération de filtration

IV.1. INTRODUCTION

Les mélanges hétérogènes sont faciles à séparer. Le choix de la technique de séparation dépend de la nature du mélange hétérogène. Un mélange solide/liquide peut être séparé par sédimentation, filtration, centrifugation. Deux liquides non miscibles sont facilement séparés par décantation. Dans ce qui suit, nous allons développer le procédé de la filtration.

IV.2. Définition de l'opération de filtration

Opération de séparation de constituants d'un mélange formé d'une phase fluide et d'une phase solide ou liquide à travers un milieu poreux appelé filtre. Le liquide obtenu est dit filtrat ou perméat et la fraction retenue sur le filtre est appelé résidu, retentât ou gâteau, comme il est illustré sur la figure IV.1.

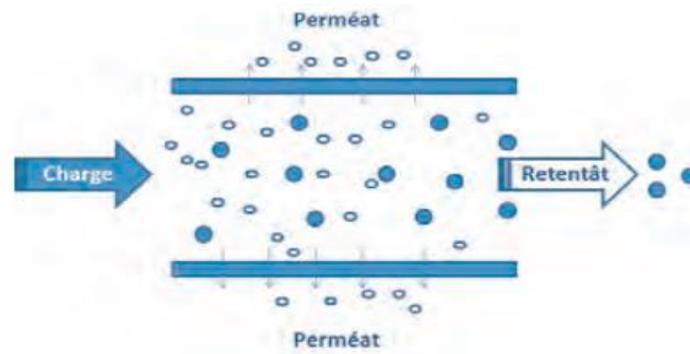


Figure IV.1. Opération de filtration

IV.3. Objectifs de l'opération

Le but d'une opération de filtration est la séparation d'une phase continue (liquide ou gazeuse) et d'une phase dispersée (solide ou liquide), initialement mélangées. Suivant les cas, on cherche à récupérer :

- soit la phase continue débarrassée au maximum de la phase dispersée (filtration de l'air ou de l'eau, d'une huile moteur, d'un liquide alimentaire, etc.);
- soit la phase dispersée (récupération d'un précipité cristallin, de poussières de métal précieuses dans des fumées, etc.);
- soit l'une et l'autre phase si leur intérêt économique le justifie. Les deux phases en présence peuvent être :
 - un gaz et un solide (fumées);
 - un gaz et un liquide (brouillard);

- un liquide et un solide (suspension);
- deux liquides immiscibles (émulsion)

IV.4. Filtration en profondeur

On fait s'écouler la suspension à travers une masse poreuse (couche de sable ou de graviers, particules agglomérées sous forme de disques, cylindres, bougies, etc.). Il existe, entre les grains, des pores tortueux, dont les dimensions sont en général très supérieures à celles des particules de la suspension, comme il est montré sur la figure IV.2. L'expérience prouve cependant que des particules de la suspension vont se loger dans les pores de la masse poreuse en se coinçant entre des grains ou en se déposant dans des anfractuosités, ou en se collant contre les surfaces des grains. Il s'ensuit un colmatage progressif de la masse poreuse. Le filtrat sortira plus ou moins pur suivant la texture de cette masse, la forme des particules à retenir et leur répartition granulométrique, les propriétés physico-chimiques des particules et du filtrat, l'épaisseur de la couche filtrante, le temps, le débit de suspension, etc. Cette filtration, dite dans la masse, sur lit de sable ou en profondeur (deep filtration), est en général utilisée pour les suspensions relativement peu chargées en matières solides, celles-ci étant presque toujours des impuretés.

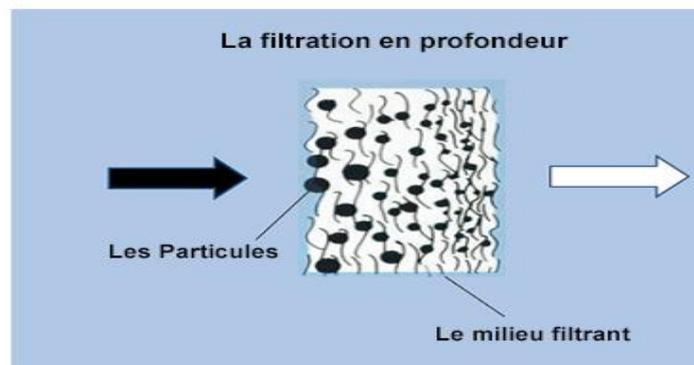


Figure IV.2. Filtration en profondeur

IV.5. Filtration sur support

La suspension est amenée au-dessus d'un support (grille, toile, membrane, etc.) sur lequel les particules vont se déposer sous la forme d'un gâteau ou tourteau d'épaisseur croissante. Le filtrat sera plus ou moins pur suivant les dimensions des particules, la texture du support et le temps. La filtration sur support est également appelée filtration en surface, sur membrane, ou à gâteau (cake filtration) (Figure IV.3). On l'utilise en général lors de la filtration de suspensions assez fortement chargées en matières solides.

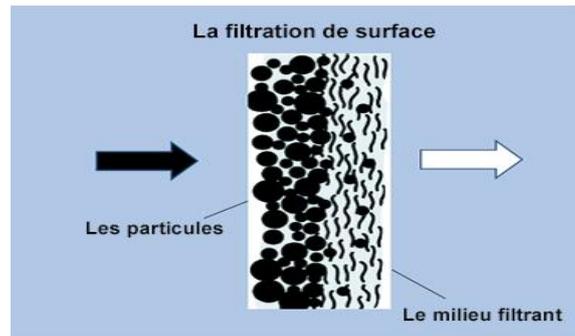


Figure IV.3. Filtration sur support

IV.6. Pression de filtration

Dans le cas de la filtration sur support comme dans celui de la filtration en profondeur, il est nécessaire de fournir une certaine énergie à la suspension pour arriver à lui faire traverser le filtre : lorsqu'un filtre en fonction se colmate, sa résistance à l'écoulement croît et il en est de même quand l'épaisseur du gâteau augmente lors d'une filtration sur support. Une pression n'étant pas autre chose que l'énergie du fluide par unité de volume, il faut donc qu'il existe une différence de pression positive entre l'amont et l'aval de l'élément filtrant. Cette pression peut découler du simple poids (par unité de surface) de la suspension au-dessus du filtre. Mais on peut aussi remplacer la gravité par la force centrifuge, mettant ainsi en jeu des énergies très supérieures (filtres etessoreuses centrifuges). On peut également enfermer la suspension et éventuellement le filtre dans une enceinte étanche mise sous pression gazeuse, cas des « monte-jus ». On peut accroître la pression à l'entrée du filtre en l'alimentant par une pompe à piston plongeur, à membrane, centrifuge, etc. Enfin, on peut mettre la sortie du filtre en dépression par rapport à l'atmosphère (filtres sous vide). Par ailleurs, la résistance à l'écoulement croissant avec le temps, on conçoit que, si le filtre est alimenté sous pression constante, le débit diminue dans le temps, tandis que, si l'on désire un débit constant, il est nécessaire d'accroître régulièrement la pression de filtration. Schématiquement donc, on peut envisager des filtres fonctionnant sous pression constante, à débit constant, ou à débit et pression variables. Les filtres sous vide travaillent généralement sous pression constante, cette pression étant l'écart entre la pression atmosphérique et le vide sensiblement constant fourni par une pompe à vide, un éjecteur, une jambe barométrique, etc. Il en est souvent de même pour les « monte-jus », si la pression du gaz au-dessus de la suspension ne varie pas de façon notable au cours de la filtration. Un filtre alimenté par gravité fonctionne soit sous pression variable, si la suspension est amenée sur le filtre en une fois et que sa hauteur diminue donc dans le temps, soit sous pression constante si un système de trop-plein, par exemple, maintient cette hauteur toujours à la même valeur au-dessus du filtre.

Dans ce qui suit, nous nous sommes intéressés à la filtration sur support.

IV.7. Équation différentielle de base

IV.7.1. Loi de Darcy

La loi de Darcy est une loi physique qui exprime le débit d'un fluide incompressible filtrant au travers d'un milieu poreux.

Les lois de la filtration sur support sont obtenues à partir de l'équation de Darcy que l'on applique à une couche élémentaire de gâteau d'épaisseur dz (Figure IV.4) :

$$u_z = - \frac{B_z d_p}{\eta dz} \dots\dots(1)$$

avec :

- u_z : débit unitaire instantané en fût vide dans la couche considérée (ou vitesse d'approche), c'est à-dire débit que l'on aurait en l'absence de gâteau (m^3 /s).
- B_z : perméabilité de la couche (m^2) ;
- d_p : chute de pression du filtrat (Pa) ;
- η : viscosité dynamique du filtrat (Pa.s);
- dz : épaisseur de la couche élémentaire du gâteau (m)

$$u_z = \frac{1}{\Omega} \frac{dV}{dt} \dots\dots\dots(2)$$

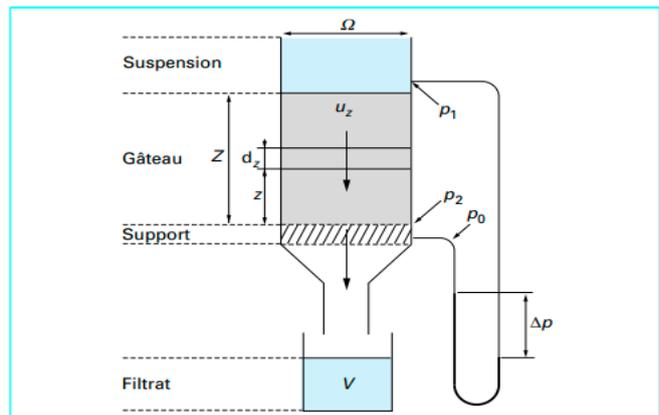


Figure IV.4. Schéma de la filtration sur support

Où : dV est le volume de filtrat écoulé pendant le temps dt à travers une aire de section Ω . (Le signe – rappelle que la pression p diminue dans le sens général de l'écoulement).

Posons $dz/B_z = dR_z$, qui est la résistance à l'écoulement, par unité de surface de la couche d_z .

On a :

$$u_z = - \frac{1}{\eta} \frac{dp}{dR_z}$$

La résistance par unité de surface dR_z peut être définie par rapport à la masse dM_z / Ω de gâteau déposée dans la couche par unité de surface, sous la forme :

$$dR_z = \alpha_z \frac{dM_z}{\Omega} \dots\dots\dots(3)$$

α_z qui est appelé résistance spécifique de la couche dz de gâteau. On a donc :

$$u_z = -\frac{1}{\eta} \frac{dp}{\alpha_z (dM_z/\Omega)} \dots\dots(4)$$

De plus, l'obtention de la masse dM_z de gâteau correspond à la disparition d'un certain volume de suspension, donc à l'écoulement d'un certain volume de filtrat dV . On peut ainsi poser :

$$dM_z = W_z dv \dots\dots\dots(5)$$

W_z apparaissant ainsi comme la masse du gâteau déposée à la cote z par unité de volume de filtrat. On aboutit donc finalement à la relation :

$$u_z = \frac{1}{\Omega} \frac{dv}{dt} = -\frac{1}{\eta} \frac{\Omega}{W_z \alpha_z} \frac{dp}{dV} \dots\dots\dots(6)$$

Pour pouvoir intégrer cette relation, il est nécessaire de connaître les termes qui restent constants tout au long de la filtration et ceux qui varient ou peuvent varier.

- Dans de nombreux cas, la section droite Ω du gâteau peut, rigoureusement ou en première approximation, être considérée comme constante.
- On supposera également que la suspension est à température sensiblement constante, c'est-à-dire que la viscosité du filtrat ne varie pas au cours de l'opération.
- La proportionnalité entre la masse du gâteau déposée et le volume du filtrat écoulé ($dM_z = W_z dV$), on suppose essentiellement que les phénomènes de sédimentation sont négligeables.

Avec :

M_z : masse du gâteau déposé

dV : volume du filtrat écoulé

W_z : masse du gâteau déposée à la cote z par unité de volume de filtrat

IV.7.2. Masse du gâteau déposée

La teneur massique de la suspension en matières solides (s) peut s'exprimer par les trois relations suivantes :

Si, ayant prélevé une masse M_p de suspension, on en retire (par filtration sur büchner par exemple) une masse M_s de produit sec, on a par définition :

$$s = M_s / M_p \tag{7}$$

- si c'est un volume V_p de suspension que l'on a prélevé, il est nécessaire de connaître la masse volumique ρ du filtrat et ρ_s celle du solide pour en déduire s :

$$s = M_s / \{ V_p \rho + M_s (1 - (\rho/\rho_s)) \} \tag{8}$$

- si la suspension est obtenue en mélangeant une masse M_s de solide à un volume V de liquide propre, on a :

$$s = M_s / (\rho V + M) \tag{9}$$

La masse du gâteau déposé (W_z) peut être exprimée en fonction de s et du rapport m_z de la masse du gâteau humide (pores remplis de filtrat) à la masse du gâteau séché, dans une couche d'épaisseur dz . En effet, une masse $dM_z = W_z dV$ de gâteau séché a été obtenue à partir d'une masse $(W_z dV)/s$ de suspension. Celle-ci donne naissance à une masse ρdV de filtrat et à une masse $m_z dM_z$ de gâteau humide.

On a donc : $(W_z dV) / s = \rho dV + m_z W_z Dv$

D'où l'on tire :

$$W_z = \frac{\rho s}{1 - m_z s} \tag{10}$$

Pour expliciter le coefficient d'humidité m_z , il est nécessaire de faire appel à la notion de porosité du gâteau. Rappelons que la porosité (ϵ_z) est le pourcentage de vide du gâteau, ou plus exactement la fraction du volume global accessible à l'écoulement du filtrat. Il faut souligner que la valeur de ϵ à faire entrer en ligne de compte est la porosité correspondant aux interstices où circule le liquide, c'est-à-dire aux vides entre les particules déposées ainsi qu'aux orifices qui traversent de part en part les particules : s'il existe une porosité fermée des particules, du liquide peut s'y infiltrer initialement, mais reste ensuite sensiblement immobile au cours de l'écoulement du filtrat dans les pores du gâteau. Par définition du coefficient d'humidité, on a :

$$m_z = \frac{\text{masse du gâteau humide}}{\text{masse du gâteau séché}}$$

Or :

masse du gâteau humide = masse du gâteau séché + masse de la phase liquide interstitielle.

Donc :

$$m_z = 1 + \frac{\text{masse de la phase liquide interstitielle}}{\text{masse du gâteau séché}}$$

Sachant que la phase liquide a une masse :

$$dM_z = \Omega dz \epsilon_z \rho \tag{11}$$

et que la masse du gâteau séché est :

$$dM_z = \Omega dz (1 - \epsilon_z) \rho_s \tag{12}$$

on en déduit :

$$m_z = 1 + \frac{\epsilon_z \rho}{(1 + \epsilon_z) \rho_s} \tag{13}$$

ce terme est proche de l'unité, plus les frais de séchage ultérieurs du gâteau sont réduits.

Remarque

Si la suspension est suffisamment peu chargée en matières solides ($s \approx 10^{-3}$ à 10^{-2} c'est-à-dire 1 à 10 g de matière solide par kg de suspension), si la porosité du gâteau n'est pas trop élevée ($< 0,8$) et si le rapport ρ/ρ_s des masses volumiques est nettement inférieur à 1, toutes ces conditions étant souvent rassemblées, le terme $m_z s$ est négligeable devant 1 donc la relation (10) se résume à :

$$W_z = \rho s \tag{14}$$

On ne fait donc pas entrer en ligne de compte la porosité du gâteau.

IV.7.3. Résistance spécifique

La filtration sur support consistant en l'écoulement d'un liquide à l'intérieur d'une masse poreuse et perméable appelé le gâteau, les lois classiques de la perméamétrie régies par les lois de Darcy lui sont aisément extrapolables.

Rappelons que $u_z = - \frac{B_z dp}{\eta dz}$ et $u_z = \frac{1}{\Omega} \frac{dv}{dt} = - \frac{1}{\eta} \frac{\Omega dp}{\alpha_z W_z dv}$

On obtient, $B_z = \frac{\Omega dz}{\alpha_z W_z dv}$ (15)

En combinant les relations (1), (3) et (12), on obtient

$$B_z = \frac{1}{\alpha_z (1 + \varepsilon_z) \rho_s} \tag{16}$$

Il est intéressant d'exprimer la perméabilité (B_z) en fonction des caractéristiques du gâteau : répartition granulométrique et forme des particules, porosité, etc.

Vue la complexité de la structure interne de toute masse poreuse, une étude mathématique rigoureuse des conditions d'écoulement est pratiquement impossible. Le problème peut être simplifié en assimilant le milieu réel à un faisceau de pores cylindriques, droits, indépendants, tous identiques et pareillement inclinés par rapport à la direction générale de l'écoulement. Il est possible d'appliquer à chacun de ces pores, de diamètre d_p , la loi de Poiseuille qui exprime la vitesse moyenne du fluide sous la forme :

$$U = - \frac{d_p^2}{32 \gamma \eta} \frac{dp}{dz} \tag{17}$$

avec γ coefficient de circularité : terme correctif qui tient compte de la non-circularité réelle des pores ; il varie de 0,83 pour un pore à section en triangle équilatéral à 1,5 pour un pore à section rectangle infiniment allongé.

On fait également intervenir dans le calcul la tortuosité le rapport de la longueur des pores inclinés du modèle à l'épaisseur du modèle (ou du milieu réel, puisqu'elles sont identiques). Enfin on impose au modèle d'avoir une même porosité ε_z et même surface spécifique a_g que le milieu réel.

La surface spécifique est définie comme le rapport de la surface des particules à leur volume. On vérifie aisément que, pour des particules sphériques de diamètre d_g , on a $a_g = 6/d_g$. C'est d'ailleurs là une définition du diamètre moyen en surface d'un lot de particules de granulométrie étalée. Il ne faut pas confondre ce diamètre moyen en surface avec le diamètre moyen en nombre, le diamètre moyen en masse (ou en poids) ou le diamètre le plus probable (sommet de l'histogramme différentiel).

Dans ces conditions, le calcul conduit à la loi de Kozeny-Carman ;

$$B_z = \frac{\varepsilon_z^3}{h_K a_g^2 (1 - \varepsilon_z)^2} \quad (18)$$

$h_K = 2\gamma r^2$ est dite constante de Kozeny

Kozeny a en effet vérifié que, pour des particules sensiblement isométriques (dont les dimensions, prises suivant trois directions arbitraires, sont du même ordre de grandeur), pour lesquelles on rencontre des porosités variant de 0,3 à 0,6, h_K gardait une valeur sensiblement constante, de l'ordre de 4 à 5.

Pour des porosités supérieures, comme on en rencontre fréquemment dans les milieux fibreux, h_K prend des valeurs nettement plus élevées

A partir des relations (16) et (18), on aboutit finalement à :

$$\alpha_z = \frac{h_K a_g^2 (1 - \varepsilon_z)}{\varepsilon_z^3 \rho_S} \quad (19)$$

et en remplaçant a_g par $6/d_g$, on obtient :

$$\alpha_z = \frac{36 h_K (1 - \varepsilon_z)}{a_g^2 \varepsilon_z^3 \rho_S} \quad (20)$$

Le produit $36 h_K$ pouvant, suivant les valeurs adoptées pour h_K , varier de 150 à 180 et même, pour les produits fibreux, atteindre quelques centaines. Il est évident que le modèle de Kozeny-Carman est, du fait de sa simplicité extrême comparée à la complexité réelle des gâteaux, aisément critiquable. L'expérience prouve cependant que, dans de très nombreux cas, des équations comme (19) conduisent à des résultats plus qu'acceptables (à condition d'avoir effectué une analyse suffisamment soignée et critique des matériaux pour s'assurer des valeurs de la surface spécifique et de la porosité). Il sera en particulier nécessaire, lors d'une analyse granulométrique par tamisage, de déterminer avec beaucoup de soin les quantités de fines incluses dans le lot. Ces fines, bien que représentant une masse faible, ont par contre une influence considérable sur la valeur de la surface spécifique, comme le montre la relation

$$a_g^2 = 36/d_g^2$$

Dans tous les cas, ces relations mettent en évidence l'influence, d'une part, de la porosité et, d'autre part, du diamètre moyen en surface d_g des particules (ou de la surface spécifique $a_g = 6/d_g$) sur la résistance spécifique, c'est-à-dire sur les conditions de filtration de la suspension.

IV.8. Filtration idéale

IV.8.1. Débit de filtration

Supposons que les particules du gâteau soient parfaitement rigides et ne puissent être tassées, quels que soient les efforts appliqués au gâteau. Dans ce cas, ε_z est constant dans toute l'épaisseur du gâteau, quelle que soit la pression de filtration appliquée. D'après les équations (7), (14) et (19), il en est de même pour W_z , m_z et α_z . On écrit donc simplement :

$$\varepsilon_z = \varepsilon, \quad W_z = W, \quad \alpha_z = \alpha, \quad m_z = m$$

De plus, le gâteau ayant une structure constante en tout point et à tout instant, le débit dV/dt est constant à un instant donné sur toute la hauteur du gâteau. Posons aussi $u_z = u$. L'équation (4) peut s'écrire :

$$dp = - \frac{\eta \alpha W}{\Omega^2} \frac{dv}{dt} dV \quad (21)$$

En désignant par p_1 la pression du liquide dans la suspension (donc à l'entrée du gâteau) et par p_2 la pression du liquide dans le gâteau au contact du support (figure 1), on a, par intégration de l'équation (21) à un instant donné, sur toute la hauteur du gâteau :

$$p_2 - p_1 = - \frac{\eta \alpha W}{\Omega^2} \frac{dv}{dt} V \quad (22)$$

avec V volume total de filtrat. Une nouvelle intégration de cette équation, cette fois dans le temps (du début à la fin de la filtration) nécessite la connaissance du mode d'alimentation adopté : débit constant, pression constante, débit et pression variables.

IV.8. 2. Filtration à débit constant

Soit $q = dV/dt = V/t$ ce débit. L'équation (22) est directement utilisable :

$$p_1 - p_2 = - \frac{\eta \alpha W}{\Omega^2} qV \quad (23)$$

Mais ce que l'on peut effectivement contrôler au cours d'une filtration, c'est la perte de charge totale Δp au travers de l'ensemble gâteau + support (figure 1) :

$$\Delta p = p_1 - p_0 = (p_1 - p_2) + (p_2 - p_0) \quad (24)$$

La loi de Darcy appliquée au support seul s'écrit :

$$U = \frac{p_2 p_0}{\eta R_s} \quad (25)$$

avec R_s résistance du support par unité de surface.

Le terme support est pris ici dans un sens très large. Il peut en effet correspondre soit au seul support (membrane, toile, feutre, grille, fritté, etc.), soit à l'ensemble support + précouche d'adjuvant.

On admettra que R_s garde une valeur sensiblement constante au cours d'une ou de quelques filtrations.

Lors de la formation d'un gâteau, la résistance R_s devient rapidement négligeable devant celle du gâteau dès que ce dernier atteint une certaine épaisseur : [$R_s \approx 0$, c'est-à-dire $p_2 - p_0 \approx 0$ d'après la relation (25) ou $\Delta p \approx p_1 - p_2$ d'après (24)] n'est pas acceptable si le support (seul ou avec précouche) a une résistance élevée ou si le gâteau est mince (filtration de courte durée).

Puisque on a $u = \frac{q}{\Omega}$, d'après la relation (25) :

$$p_2 - p_0 = \frac{\eta R_s}{\Omega} q \quad (26)$$

et (24) s'écrit :

$$\Delta p = \frac{\eta \alpha W q}{\Omega^2} V + \frac{\eta R_s}{\Omega} q \quad (27)$$

ou, sachant que $V = qt$

$$\Delta p = \frac{\eta \alpha W q^2}{\Omega^2} t + \frac{\eta R_s}{\Omega} q \quad (28)$$

La filtration est arrêtée soit quand la pression a atteint la valeur maximale que peut supporter le filtre, soit quand la capacité où se forme le gâteau (cadres d'un filtre-presse par exemple) est entièrement remplie. L'épaisseur Z du gâteau est obtenue en égalant deux expressions de la masse M de gâteau (séché) déposée :

d'une part $M = \Omega Z (1 - \varepsilon) \rho_s$ [comme relation (12)], d'autre part $M = W V$. On trouve :

$$Z = \frac{WV}{\Omega (1 - \varepsilon) \rho_s} \quad (29)$$

V est donné par l'équation (27) dans laquelle q est remplacé par V/t et l'on obtient

$$Z = \frac{1}{(1 - \varepsilon) \rho_s} \left(\sqrt{\left(\frac{R_s}{2\alpha}\right)^2 + \frac{\Delta p W}{\eta \alpha}} t - \frac{R_s}{2\alpha} \right) \quad (30)$$

IV.8. 3. Filtration sous pression constante : Loi théorique

La pression d'alimentation p_1 étant constante, on a aussi $\Delta p = p_1 - p_0 = Cte$.

Considérons l'équation (24) dans laquelle $p_1 - p_2$ est donné par (22) et $p_2 - p_0$ par (25).

Comme $u = \frac{1}{\Omega} \frac{dv}{dt}$, on a

$$\Delta p = \frac{\eta \alpha W}{\Omega^2} \frac{dV}{dt} V + \eta R_s \frac{1}{\Omega} \frac{dV}{dt}$$

$$\text{soit : } dt = \frac{\eta \alpha W}{\Delta p \Omega^2} V dV + \frac{\eta R_s}{\Delta p \Omega} dV \quad (31)$$

En intégrant cette relation de l'instant initial ($t = 0, V = 0$) à l'instant (t, V), on obtient :

$$t = \frac{\eta \alpha W}{2 \Delta p \Omega^2} V^2 + \frac{\eta R_s}{\Delta p \Omega} V \quad (32)$$

dont la représentation dans un diagramme (V, t) est une parabole. L'équation (32) est souvent écrite sous la forme :

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \alpha W}{2 \Delta p \Omega^2} V + \frac{\eta R_s}{\Delta p \Omega} \quad (33)$$

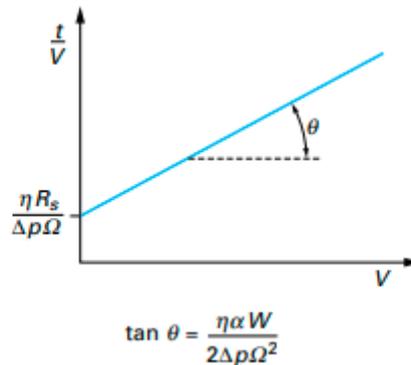


Figure IV.5. Filtration sous pression constante : expression des résultats par la relation (33)

dont la représentation dans un diagramme ($t/V, V$) est une droite (figure IV. 5). Le volume recueilli est donné en fonction du temps par la solution de l'équation (32) :

$$V = \Omega \left(\sqrt{\left(\frac{R_s}{\alpha W} \right)^2 + \frac{2 \Delta p}{\eta \alpha W} t} - \frac{R_s}{\alpha W} \right) \quad (34)$$

L'épaisseur du gâteau est déterminée par la formule (29) dans laquelle on peut éventuellement remplacer

V par sa valeur donnée par la relation (34)

IV.8. 3.a.Tracé expérimental de la droite (t /V, V)

Le tracé de la droite de la figure 5 à partir de relevés expérimentaux (V et t) conduit fréquemment à des ordonnées à l'origine plus ou moins aberrantes. Ces anomalies proviennent, d'une part de la difficulté de définition précise du temps zéro de l'essai, et d'autre part des variations de Δp dont la valeur est rarement stable dès les premiers instants de la filtration. La pente des droites n'est cependant pratiquement pas affectée par ces variations (mis à part les tout premiers points et relevés).

IV.8. 3.b. Équation de Ruth

L'équation (32) est parfois présentée sous la forme de l'équation de Ruth :

$$(V + V_0)^2 = a (t - t_0) \quad (35)$$

$$\text{Avec } a = \frac{2 \Delta p \Omega^2}{\eta \alpha W}$$

$$V_0 = \frac{\Omega R_s}{\alpha W}$$

$$t_0 = \frac{\eta R_s^2}{2 \Delta P \alpha W}$$

V_0 est le volume théorique de filtrat recueilli au bout du temps t_0 et qui aurait conduit à l'obtention d'une couche de gâteau de résistance égale à celle du support ; forme le gâteau (cadres d'un filtre-presse par exemple) soient remplies. Mais il est en général plus intéressant d'optimiser le fonctionnement du filtre. On peut par exemple chercher à obtenir un débit moyen maximal de produit (filtrat ou gâteau). Ce débit moyen est relatif à la durée d'un cycle, c'est-à-dire en tenant compte du temps de filtration et du temps mort (démontage du filtre, enlèvement du gâteau, nettoyage des toiles, remontage). Sur la figure 3, on a porté en abscisse le temps et en ordonnée le volume de filtrat recueilli (ou la masse de gâteau déposée, ces deux grandeurs étant liées par $M = WV$). L'origine des temps étant le début du démontage du filtre, il y a tout d'abord le temps mort, puis la filtration proprement dite est représentée par un arc de parabole [équation (34)]

Si l'opération est arrêtée en M, le débit moyen de produit obtenu est donné par la pente de la droite OM. Il sera maximal au point de contact T de la tangente à la parabole menée depuis l'origine, et égal à V_{opt}/t_{opt} . L'optimisation en production du cycle de filtration peut également être résolue analytiquement. On écrit que le débit moyen de filtrat est :

$$q_m = \frac{V}{t_{mort} + t} \quad (36)$$

Avec :

- t_{mort} : temps de démontage du filtre, d'enlèvement du gâteau, de nettoyage des toiles, et de remontage du filtre.
- t temps de filtration effectif donné par l'équation (32).

On cherche ensuite la valeur de V qui annule la dérivée $\frac{dq_m}{dv}$

On vérifie aisément, en se servant de la relation (35), que :

$$V_{opt} = \sqrt{a \cdot t_{mort}}$$

Si la résistance du support peut être considérée comme négligeable, c'est-à-dire si l'équation de Ruth s'écrit simplement :

$$V^2 = at \tag{37}$$

La durée optimale de la filtration proprement dite est égale à la durée du temps mort : $t_{opt} = t_{mort}$. Il faut cependant bien noter que l'optimum en production est souvent fort éloigné de l'optimum en coût de fabrication. Si, comme c'est en général le cas, on cherche à optimiser le prix de revient, un calcul analogue devra être refait, mais en faisant intervenir le coût moyen du produit au lieu du débit moyen. Ce coût moyen tiendra compte des tarifs de l'énergie, des matières, de la main-d'œuvre, de l'amortissement, etc.

IV.8. 4. Gâteaux compressibles

IV.8.4.a. Répartition des pressions dans le gâteau

On conçoit aisément que la pression appliquée à la suspension influe, de façon plus ou moins importante, sur la structure du gâteau. Même si les particules élémentaires présentent une certaine rigidité, que l'on peut raisonnablement considérer comme infinie pour certains matériaux, le gâteau qu'elles forment est toujours plus ou moins tassable; c'est-à-dire que sa structure, donc sa résistance à l'écoulement et donc sa résistance spécifique, dépendent des conditions de pression utilisées. La compressibilité est encore plus sensible si l'on a affaire soit à des particules présentant une certaine élasticité ou plasticité, soit à des agglomérats de particules (flocons), que des pressions, même assez faibles, peuvent déformer ou briser. Considérons en effet un gâteau de filtration en cours de formation (Figure IV.6).

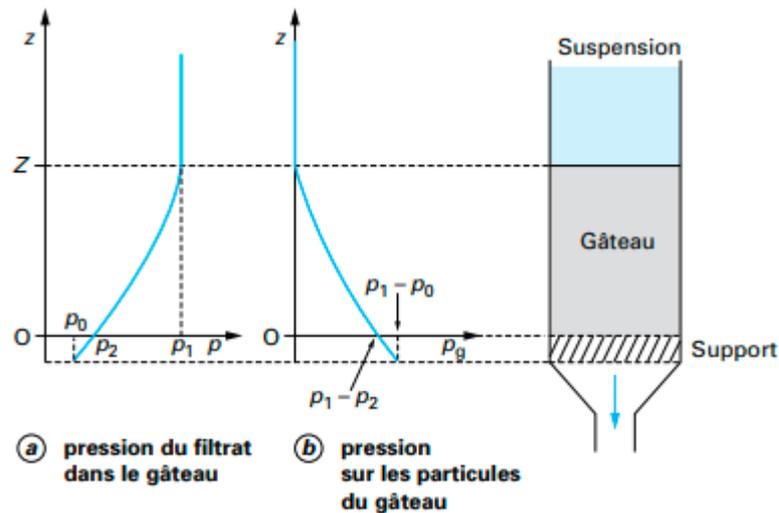


Figure IV. 6. Pression dans un gâteau compressible

Sur la figure (6 a) est présentée la courbe de variation de la pression p du filtrat dans le gâteau. Cette pression part de la valeur p_1 à l'entrée du gâteau et, par suite de la perte de charge subie par le filtrat au fur et à mesure de son écoulement dans les pores du gâteau, elle décroît progressivement jusqu'à atteindre la valeur p_2 à la sortie du gâteau et p_0 à la sortie du support.

Cette perte de charge étant due aux frottements du liquide contre les particules du gâteau, celles-ci sont soumises à des forces de frottement (donc à une poussée) globalement orientées dans la direction générale de l'écoulement. Les poussées se cumulant au fur et à mesure que l'on s'enfonce dans le gâteau, il en résulte une certaine pression p_g sur les particules du gâteau, égale au rapport de cette poussée par la section du gâteau. Un bilan des forces en présence montre que, à chaque profondeur,

$$\text{on a : } p + p_g = Cte$$

À la limite gâteau-suspension ($z = Z$), on a $p = p_1$ et $p_g = 0$, la constante est donc égale à p_1 et

$$p + p_g = p_1 \tag{38}$$

p_g varie donc de la valeur 0 à l'entrée du gâteau (côté suspension) jusqu'à la valeur $p_1 - p_2$ au contact du support (Figure 6 b). Le gâteau est ainsi progressivement comprimé et sa structure varie avec la profondeur. Ces variations de structure se traduisent par des variations de la résistance spécifique locale αz et de la porosité ε_z [donc aussi de W_z d'après les équations (10) et (13)]. Dans la majorité des cas pratiques, la résistance du support par unité de surface (R_s) est faible (ou le devient rapidement), comparée à la résistance du gâteau. Dans ces conditions $p_2 - p_0$ sera négligeable devant $p_1 - p_2$ et on peut admettre, sans risque d'erreurs importantes, que la perte de charge Δp est localisée dans le gâteau seul, c'est-à-dire que $\Delta p = p_1 - p_2$. La pression p_g sur les particules peut alors être considérée comme variant de 0 à Δp de l'entrée du gâteau au support. On admet désormais cette hypothèse simplificatrice, qui ne peut conduire qu'à une légère sous-estimation des résultats.

Considérons l'équation différentielle de base (6) :

$$U_z = - \frac{1}{\eta} \frac{\Omega}{\alpha_z W_z} \frac{dp}{dv}$$

D'après les équations (10) et (13), on sait que W_z dépend de ε_z et, d'après ce que l'on vient de voir, est une fonction de la pression p_g sur le gâteau. Cependant, et même pour des gâteaux fortement compressibles, la porosité ne varie pas de façon très importante de l'entrée à la sortie du gâteau : des variations de porosité dans le rapport de 1 à 1,5 ou 2 caractérisent déjà un matériau extrêmement compressible. Dans la grande majorité des cas, il est donc normal de se baser sur une valeur moyenne de la porosité, ce qui permet de calculer un coefficient d'humidité m moyen, donc un W moyen que l'on considère comme constant pour une filtration dans des conditions données.

D'après la relation (38), à un instant donné, on a :

$$p + p_g = p_1 \quad \text{donc} \quad dp + dp_g = 0 \quad \text{et} \quad dp = - dp_g$$

De l'équation (6) on tire alors :

$$\frac{1}{\Omega} \frac{dv}{dt} = - \frac{1}{\eta} \frac{\Omega}{W_z \alpha_z} \frac{dp}{dV}$$

$$\frac{dp_g}{\alpha_z} = \frac{\eta W}{\Omega^2} \frac{dV}{dt} dV$$

En intégrant cette relation, à un instant donné, sur toute la hauteur du gâteau, c'est-à-dire entre les pressions $p_g = 0$ à l'entrée et $p_g = \Delta p$ à la sortie, nous avons :

$$\int_0^{\Delta p} \frac{dp_g}{\alpha_z} = \frac{\eta W}{\Omega^2} \frac{dV}{dt} V$$

On définit alors une résistance spécifique :

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta p}{\int_0^{\Delta p} \frac{dp_g}{\alpha_z}} \tag{39}$$

et la relation (39) devient analogue à l'équation (22) de la filtration idéale, équation dans laquelle α est remplacé par $\bar{\alpha}$.

On pourra donc utiliser à nouveau toutes les relations établies pour la filtration idéale, sous réserve d'y remplacer α .

Cette résistance spécifique moyenne apparaît donc comme une fonction de la pression de filtration Δp

IV.8.4.b. Exercice d'applications

Une fabrication fournit une suspension :

- ✓ 15 g de cristaux par kilogramme de solution,
- ✓ masse volumique du liquide : $1\,020\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et sa viscosité $1,2 \times 10^{-3}\text{ Pa}\cdot\text{s}$ (1,2 cP).
- ✓ Un examen des cristaux au microscope a montré que leur forme est approximativement isométrique ; des essais de tamisage ont permis de calculer que leur diamètre moyen en surface était de $85 \times 10^{-6}\text{ m}$ (85 μm). Leur masse volumique vraie, relevée dans une table des constantes, est de $2\,630\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. En filtrant sur büchner un échantillon de suspension, on obtient un gâteau de $145 \times 10^{-6}\text{ m}^3$ (145 cm^3) qui, après séchage, accuse une masse de 0,236 kg. Des essais de tassement sur ce gâteau ont montré qu'il était sensiblement incompressible.

Estimez les caractéristiques d'une filtration discontinue sous pression constante, qui permettrait de récupérer ce gâteau.

Solution

Il faut commencer par déterminer la résistance spécifique α , qui est donnée par la formule :

$$\alpha_z = \frac{36 h_k (1 - \varepsilon_z)}{a_g^2 \varepsilon_z^3 \rho_s} \text{ dans laquelle on prend } h_k = 5.$$

Pour avoir la porosité ε on écrit : Masse de gâteau séché = volume apparent du gâteau $\times (1 - \varepsilon) \times$ masse volumique des cristaux soit : $0,236 = 145 \times 10^{-6} \times (1 - \varepsilon) \times 2\,630$. On en tire $\varepsilon = 0,38$. On a donc :

$$\alpha = \frac{3 \times 5 \times (1 - 0,38)}{85 \times 10^{-6} \times 0,38^3 \times 2\,630} = 1,07 \times 10^8 \text{ m kg}^{-1}$$

Il faut également connaître la valeur de W [équation (10)], où en toute rigueur, intervient le coefficient d'humidité m [équation (13)].

$$\text{On a } m = 1 + \frac{0,38 \times 1\,020}{(1 - 0,38) \times 2\,630} = 1,24$$

ce qui rappelle que, après débâtissage, le gâteau devra être débarrassé de 24 % d'humidité pour récupérer un produit sec. La teneur de la suspension en matières solides étant $s = 15 \times 10^{-3}$,

on a $m_s = 0,019$, que l'on peut négliger devant 1 dans l'équation (10). On a donc simplement :

$$W = \rho_s s = 1\,020 \times 15 \times 10^{-3} = 15,3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$$

Dans un calcul prévisionnel il est logique de négliger la résistance de la toile support. La relation (34) donne alors :

$$V = \Omega \sqrt{\frac{2\Delta p}{\eta \alpha W}} t$$

Soit :

$$V = \Omega \sqrt{\frac{2\Delta p}{1,2 \times 10^{-3} \times 1,07 \times 10^8 \times 15,3}} t$$

$$V = \Omega 10^{-3} \sqrt{\Delta p t}$$

Cette relation permet de connaître le volume de filtrat recueilli au bout d'un temps t sur un filtre de surface Ω travaillant sous pression Δp donnée. Par exemple pour $\Omega = 0,5 \text{ m}^2$ et $\Delta p = 0,8 \text{ bar}$ (soit $0,8 \times 10^5 \text{ Pa}$), on aura :

$$V = 0,5 \times 10^{-3} \sqrt{0,8 \times 10^5 t} = 0,14 \times \sqrt{t}$$

relation qui donne V en m^3 si t est exprimé en s.

Au bout de 5 min de filtration (300 s), on a récupéré $0,14 \sqrt{300} = 2,4 \text{ m}^3$ de filtrat et une masse de gâteau :

$$M = WV \text{ soit } M = 15,3 \times 2,4 \approx 37 \text{ kg}$$

Ce gâteau a une épaisseur Z que l'on peut calculer par la relation (29), ce qui donne :

$$Z = \frac{37}{0,5 (1 - 0,38) \times 2630} = 0,045 \text{ m} = 4,5 \text{ cm}$$

Opération de séchage des solides

V.1.Introduction

Le séchage est en effet une opération unitaire fondamentale qui est largement utilisée dans diverses industries pour éliminer l'humidité ou le solvant d'un matériau solide ou liquide. Les méthodes de séchage varient en fonction des propriétés du matériau à sécher et des exigences de qualité du produit final.

Le séchage à l'air libre est l'une des méthodes les plus simples mais comporte des inconvénients tels que des pertes importantes et un manque de contrôle sur les conditions environnementales, ce qui peut affecter la qualité du produit final. Le séchage artificiel, y compris l'utilisation de séchoirs solaires, offre un meilleur contrôle des conditions de séchage, ce qui peut conduire à une amélioration de l'efficacité et de la qualité du processus de séchage.

Le séchage est en effet une opération essentielle dans de nombreuses industries, car il a un impact significatif sur la qualité, la durée de conservation, le transport et l'utilisation des produits finaux. Voici quelques-unes des raisons pour lesquelles le séchage est une étape cruciale dans la fabrication de divers produits :

1. **Réduction de la masse et du volume** : Le séchage permet d'éliminer l'excès d'humidité des produits, ce qui réduit leur masse et leur volume. Cela peut considérablement réduire les coûts de transport et de stockage.
2. **Stabilisation** : Le séchage peut contribuer à stabiliser les produits en éliminant l'humidité, ce qui réduit la croissance microbienne, la détérioration chimique et la moisissure, prolongeant ainsi la durée de conservation.
3. **Transformation** : Le séchage peut transformer les caractéristiques physiques et chimiques des produits. Par exemple, il peut donner une texture croustillante aux aliments, durcir des matériaux granulaires, ou rendre des produits plus solides.
4. **Élimination de solvants** : Dans le cas de produits chimiques et pharmaceutiques, le séchage peut éliminer les solvants résiduels, assurant la sécurité et la qualité des produits finaux.
5. **Réduction des coûts de manutention** : Les produits secs sont plus faciles à manipuler et à entreposer, ce qui réduit les coûts de main-d'œuvre et les risques de dommages.

Le choix de la méthode de séchage dépendra des caractéristiques du matériau, des coûts associés, de l'échelle de production et d'autres considérations spécifiques à l'industrie. En effet, le séchage est essentiel pour garantir la qualité, la durabilité et la sécurité des produits dans de nombreuses applications industrielles.

V.2. Définition du séchage

Le séchage est une opération unitaire fondamentale qui est largement utilisée dans diverses industries pour éliminer l'humidité ou le solvant d'un matériau solide ou liquide. Les méthodes de séchage varient en fonction des propriétés du matériau à sécher et des exigences de qualité du produit final.

Le séchage à l'air libre est l'une des méthodes les plus simples mais comporte des inconvénients tels que des pertes importantes et un manque de contrôle sur les conditions environnementales, ce qui peut affecter la qualité du produit final. Le séchage artificiel, y compris l'utilisation de séchoirs solaires, offre un meilleur contrôle des conditions de séchage, ce qui peut conduire à une amélioration de l'efficacité et de la qualité du processus de séchage.

Le séchage est en effet une opération essentielle dans de nombreuses industries, car il a un impact significatif sur la qualité, la durée de conservation, le transport et l'utilisation des produits finaux. Voici quelques-unes des raisons pour lesquelles le séchage est une étape cruciale dans la fabrication de divers produits :

1. **Réduction de la masse et du volume** : Le séchage permet d'éliminer l'excès d'humidité des produits, ce qui réduit leur masse et leur volume. Cela peut considérablement réduire les coûts de transport et de stockage.
2. **Stabilisation** : Le séchage peut contribuer à stabiliser les produits en éliminant l'humidité, ce qui réduit la croissance microbienne, la détérioration chimique et la moisissure, prolongeant ainsi la durée de conservation.
3. **Transformation** : Le séchage peut transformer les caractéristiques physiques et chimiques des produits. Par exemple, il peut donner une texture croustillante aux aliments, durcir des matériaux granulaires, ou rendre des produits plus solides.
4. **Élimination de solvants** : Dans le cas de produits chimiques et pharmaceutiques, le séchage peut éliminer les solvants résiduels, assurant la sécurité et la qualité des produits finaux.
5. **Réduction des coûts de manutention** : Les produits secs sont plus faciles à manipuler et à entreposer, ce qui réduit les coûts de main-d'œuvre et les risques de dommages.

Le choix de la méthode de séchage dépendra des caractéristiques du matériau, des coûts associés, de l'échelle de production et d'autres considérations spécifiques à l'industrie. En effet, le séchage est

essentiel pour garantir la qualité, la durabilité et la sécurité des produits dans de nombreuses applications industrielles.

V.3. Comment se présente l'eau dans un matériau

Comprendre les trois états de l'eau dans un matériau est essentiel pour évaluer le processus de séchage et concevoir des méthodes efficaces pour éliminer l'eau. Voici une explication plus détaillée de ces trois états de l'eau (Figure V.1):

- **Eau libre (eau capillaire)** : Cette forme d'eau est celle qui remplit les vides de la structure du matériau. Elle est retenue en place par des forces capillaires, ce qui signifie que ces forces sont suffisamment faibles pour permettre à l'eau de s'écouler sous l'influence de la gravité. La quantité d'eau libre dépend directement de la porosité du matériau (ϵ), c'est-à-dire de la quantité d'espace vide dans la structure. Plus un matériau est poreux, plus il peut contenir d'eau libre.
- **Eau liée (eau adsorbée)** : Cette forme d'eau est adsorbée sur les parois internes de la structure du matériau en raison des propriétés hydrophiles de ses constituants. Cela signifie que l'eau est attachée aux surfaces du matériau. La quantité d'eau liée peut varier en fonction de la nature des matériaux, de leur structure et de la taille des pores. Un matériau avec de petits pores a tendance à retenir davantage d'eau liée qu'un matériau avec de grands pores.
- **Vapeur d'eau (mélange parfait)** : Lorsque l'eau s'évapore du matériau, elle devient de la vapeur d'eau. Dans un environnement où l'air est sec, cette vapeur d'eau s'ajoute à l'air pour former un mélange parfait. La vapeur d'eau occupe les espaces non occupés par l'eau liquide dans le matériau. La quantité de vapeur d'eau présente dépend de la pression partielle de vapeur d'eau et de la température.

Lorsque l'on conçoit un processus de séchage, il est essentiel de comprendre ces trois états de l'eau, car ils influencent la façon dont l'eau est éliminée du matériau. Le processus de séchage vise généralement à éliminer d'abord l'eau libre, suivie de l'eau liée, et finalement à évacuer la vapeur d'eau. Les paramètres de séchage, tels que la température, la durée et la circulation d'air, sont ajustés en conséquence pour maximiser l'élimination de chaque forme d'eau sans endommager la matière sèche.

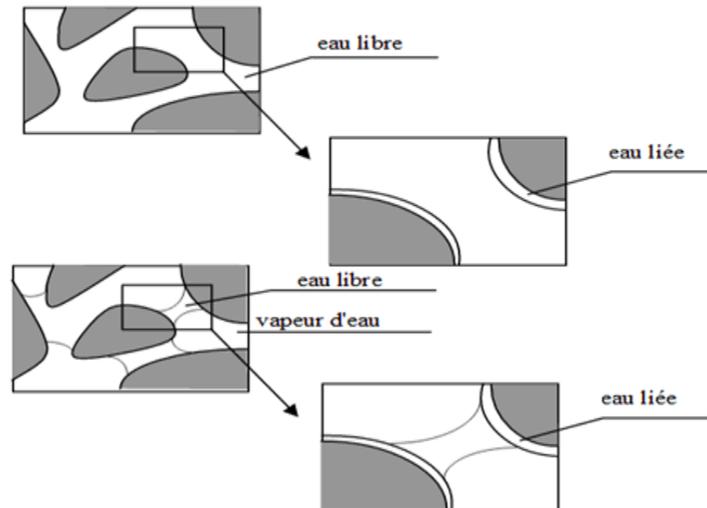


Figure V.1. Différentes formes d'eau dans un matériau

lorsque la pression de vapeur du liquide P_m (pression de vapeur à la surface du solide mouillé) est différente de la pression de vapeur de la phase gazeuse (P_v), il se produit un transfert de matière, généralement sous forme de molécules de liquide qui s'évaporent pour rejoindre la phase gazeuse ou de molécules de gaz qui se condensent pour former la phase liquide. Ce phénomène est régi par les lois de l'équilibre des phases.

Lorsque $P_v = P_m$, un équilibre dynamique est atteint, et le taux d'évaporation équivaut au taux de condensation. Cela signifie qu'à chaque instant, autant de molécules passent de la phase liquide à la phase gazeuse que de molécules passent de la phase gazeuse à la phase liquide. À l'échelle macroscopique, cela se traduit par une pression constante et stable de vapeur au-dessus de la substance liquide.

- Si la pression de vapeur de la phase gazeuse est supérieure à la pression de vapeur du liquide en contact avec le solide ($P_v > P_m$), cela signifie que la phase gazeuse est sursaturée en vapeur d'eau par rapport au liquide. Dans cette situation, il y a un transfert net d'humidité de l'atmosphère gazeuse vers le solide, ce qui équivaut à un phénomène d'humidification du solide.
- Si la pression de vapeur de la phase gazeuse est inférieure à la pression de vapeur du liquide en contact avec le solide ($P_v < P_m$), le transfert de matière se produit du solide vers la phase gazeuse. Cela signifie que l'humidité est éliminée du solide, ce qui correspond à un processus d'élimination de l'humidité du solide.
- Si la pression de vapeur de la phase gazeuse est égale à la pression de vapeur du liquide en contact avec le solide ($P_v = P_m$), un équilibre est atteint, et il n'y a plus de transfert de matière entre les phases solide et gazeuse. À cet état d'équilibre, le taux d'humidité dans le solide reste constant car les taux de condensation (passage de vapeur à liquide) et d'évaporation (passage de liquide à vapeur) sont égaux.

V.4. Intérêt du séchage

Le séchage est une opération essentielle dans de nombreuses industries pour diverses raisons, mais il comporte des avantages et des inconvénients :

Avantages du séchage :

1. **Réduction de la masse et du volume** : Le séchage permet de réduire le poids et le volume des produits, ce qui facilite leur transport, leur stockage et leur manutention.
2. **Conservation** : En éliminant l'humidité, le séchage réduit l'activité de l'eau dans les produits, ce qui contribue à leur conservation. Une faible teneur en eau réduit le risque de croissance microbienne, de détérioration et d'altération.
3. **Personnalisation du produit** : Le séchage peut être utilisé pour donner au produit une structure, une texture ou d'autres caractéristiques particulières. Par exemple, il est couramment utilisé dans la production de produits tels que les flocons de purée de pommes de terre et le café lyophilisé.

Inconvénients du séchage :

1. **Modification du produit** : Le séchage peut modifier les propriétés du produit, y compris sa forme, sa texture, son goût et ses qualités. Dans certains cas, ces modifications sont considérées comme indésirables.
2. **Coûts énergétiques** : Le séchage est une opération qui consomme de l'énergie, car il faut fournir la chaleur nécessaire pour vaporiser l'eau. Les coûts énergétiques peuvent être élevés, en particulier dans les séchoirs industriels.

Ces avantages et inconvénients doivent être soigneusement pris en compte lors de la planification de l'opération de séchage dans un processus de fabrication. Il est souvent nécessaire de trouver un équilibre entre la qualité du produit final, les coûts énergétiques et les autres exigences de production.

V. 5. Terminologie liée au solide à sécher

V.5.1. Humidité

L'humidité du solide, dans le contexte du séchage, se réfère à la quantité de liquide contenue dans un matériau solide, liquide ou pâteux qui doit être éliminée pendant le processus de séchage. Il s'agit de l'eau ou du liquide présent dans le matériau avant qu'il ne soit séché.

V.5.2 Taux d'humidité

Le taux d'humidité est une mesure de la quantité de liquide contenue dans une unité de masse de matériau à sécher. Il est généralement exprimé en pourcentage de la masse du liquide par rapport à la masse totale du matériau (matériau humide). Cependant, il est courant de préférer exprimer le taux d'humidité par rapport à la matière sèche. Cette mesure est exprimée en kilogrammes d'eau par kilogramme de matière

sèche (kg H₂O/kg de matière sèche) et permet de quantifier l'humidité par rapport à la partie solide du matériau, ce qui est important pour de nombreuses applications de séchage.

$$X = \frac{M_h - M_s}{M_s}$$

M_h : Masse du matériau humide

M_s : Masse du matériau sec.

V.5.3. Humidité relative

L'humidité relative, également appelée titre en eau ou teneur en eau, est un rapport entre la masse de liquide (généralement de l'eau) contenue dans un matériau donné et la masse totale du matériau humide.

$$X_r = \frac{M_h - M_s}{M_h}$$

V.5.4. Hygroscopicité

Après essorage ou égouttage, la présence d'humidité dans un solide, se manifeste par une certaine tension de vapeur P_m qui est fonction de la nature du liquide, de celle du solide et de la température. La valeur de cette tension de vapeur permet de distinguer deux grandes catégories de solides (Figure V.2).

a - Lorsque le liquide adhère à la surface externe d'un solide, il est retenu par des forces superficielles peu intenses : la tension de vapeur P_m du liquide n'est alors fonction que de la température et elle est égale à la tension maximale de la vapeur du liquide à température considérée.

b - Lorsque les pores présentés par le solide sont extrêmement fins, les forces capillaires sont intenses et peuvent retenir en profondeur de notables quantités d'humidité. Dans un tel cas, la tension de vapeur P_m du liquide est inférieure à sa tension maximale à la même température, et le solide est dit hygroscopique.

Plusieurs exemples de produits sont donnés sur la Figure V.2 suivante :

On s'aperçoit qu'en réalité tous les solides ont une certaine hygroscopicité. En dessous d'une humidité relative du solide inférieure à X_c (l'humidité d'un solide en équilibre avec de l'air saturé (φ=100%) à la limite du domaine d'hygroscopicité), on observe que le solide humide est en équilibre avec un air non saturé en eau (humidité relative inférieure à 1). Bien entendu, dans le cas de composés comme l'amiante, l'hygroscopicité est négligeable. Par contre elle est marquée pour des solides poreux, des gels, des produits alimentaires déshydratés.

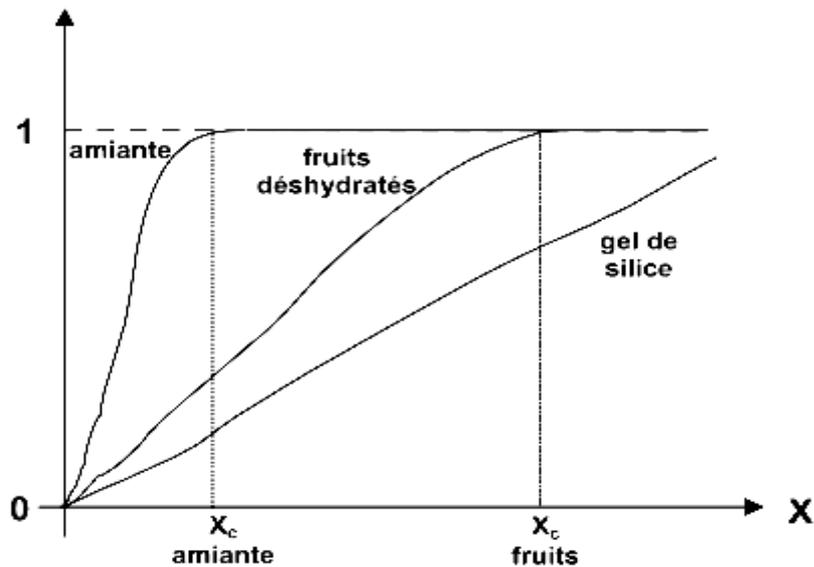


Figure V.2. Hygroscopicité de quelques matériaux

V.5.5. Taux d'humidité à l'équilibre

Un corps humide dans une enceinte de volume significatif où l'humidité relative et la température sont constantes, le taux d'humidité du corps humide atteint un équilibre avec l'environnement. Ce taux d'humidité d'équilibre dépend de plusieurs facteurs, notamment, la nature du liquide (humidité), la nature du produit (corps solide) et de la pression partielle de la vapeur d'eau dans l'enceinte.

V.5.6. Matériau anhydre

Les termes "corps anhydre" et "corps sec" ont des significations spécifiques en relation avec le taux d'humidité d'un matériau :

- Un **corps anhydre** est un matériau totalement dépourvu d'humidité. En d'autres termes, il a été séché ou traité de manière à ce que son taux d'humidité soit nul. Les corps anhydres sont utilisés dans divers domaines, notamment en chimie, où l'absence d'eau est essentielle pour certaines réactions.
- Un **corps sec** est un matériau qui a été séché, mais son taux d'humidité n'est pas nécessairement nul. Il peut encore contenir une petite quantité d'humidité, bien que celle-ci soit généralement à un niveau très bas. Le terme "corps sec" est couramment utilisé dans l'industrie et la technologie alimentaire pour décrire des produits qui ont subi un processus de séchage mais qui ne sont pas complètement dépourvus d'humidité. Ces produits sont généralement stables et peuvent être stockés plus longtemps que des produits non séchés.

La différence entre les deux termes réside dans la quantité d'humidité résiduelle. Un corps anhydre est complètement exempt d'humidité, tandis qu'un corps sec peut encore contenir une petite quantité d'humidité, mais cette quantité est souvent si faible qu'elle est négligeable pour de nombreuses applications.

V.6. Grandeurs caractéristiques des gaz humides

L'air qui nous entoure renferme toujours une proportion d'eau sous forme de vapeur ; on qualifie cet air « d'air humide » par opposition au cas d'un « air sec » qui ne renfermerait pas de vapeur d'eau.

L'air humide renferme une quantité de vapeur d'eau variable mais limitée ; lorsque cette quantité est maximale, on parle « d'air saturé ». La quantité maximale d'eau que peut renfermer un air « saturé » dépend des conditions de température et de pression dans lesquelles il se trouve. Toutes les variétés d'air humide se situent entre l'air parfaitement sec et un air saturé.

Au cours du séchage, l'air subit des modifications d'état portant sur sa température et son taux d'humidité. Des diagrammes appelés diagrammes de l'air humide ou diagrammes psychrométriques permettent de suivre l'évolution de ces paramètres sans avoir recours à des calculs fastidieux. Ces diagrammes permettent de caractériser complètement une masse d'air (teneur en humidité, enthalpie, degré hygrosopique ect...).

V.6.1. Pression de l'air humide

La pression du gaz humide (P) est égale à la somme des pressions partielles de l'air sec (P_a) et de la vapeur d'eau (P_v) qui le composent.

$$P = P_a + P_v ;$$

$$P_a = \frac{m_a}{M_a} \frac{RT}{V} \quad \text{et} \quad P_v = \frac{m_v}{M_v} \frac{RT}{V}$$

V : Volume de l'air humide

M_a : Masse molaire de l'air sec (29 g/mol) et M_v : Masse molaire de l'eau (18 g/mol).

m_a : Masse de l'air sec (g) et m_v : Masse de la vapeur d'eau (g).

V.6.2. Pression de vapeur saturante et degré hygrométrique

La pression partielle de la vapeur d'eau à la température T est P_v , mais à saturation cette pression sera appelée pression de vapeur saturante P^0 , avec $P_v \leq P^0$,

Le rapport entre P_v et P^0 à T donnée est appelé degré hygrométrique ou bien humidité relative de l'air.

$$\varepsilon(\%) = \frac{P_v}{P^0} 100 \quad \text{ou} \quad \varepsilon(\%) = \frac{m_v}{m_v \text{ à saturation}} 100$$

Ce rapport est égal à zéro pour l'air parfaitement sec et à 100% pour l'air saturé.

m_v et $m_v \text{ à saturation}$: Masses de la vapeur d'eau de l'air non saturé et saturé, respectivement.

V.6.3. Humidité absolue

On appelle humidité absolue ou spécifique, ou teneur en humidité, ou plus simplement humidité d'un gaz, la masse d'humidité associée à un kilogramme de gaz sec. Cette humidité que nous désignerons par (Y) est donnée par la relation suivante :

$$Y = \frac{m_v}{m_a}$$

La teneur en eau Y s'exprime en [kg eau vapeur/kg air sec].

m_v , m_{as} représentent la masse de la vapeur d'eau et la masse du solide sec, respectivement.

Si on considère (P) la pression totale du mélange de gaz et de vapeur, on peut écrire dans le cas de l'air humide.

$$Y = \frac{18}{29} \left(\frac{P_v}{P - P_v} \right) = 0.622 \left(\frac{P_v}{P - P_v} \right)$$

V.6.4. Point de rosée

Imaginons de l'air qui serait refroidi, tout en gardant son humidité absolue constante. Cet air va perdre de plus en plus la faculté de garder son eau à l'état vapeur. Diminuer la température engendrerait la condensation partielle de la vapeur d'eau lorsque la pression partielle en vapeur d'eau devient égale à la pression de vapeur saturante ($\frac{P_v}{P_0} = 1$). La température T_R à laquelle apparaît la première goutte de liquide (eau) correspond à la température de rosée de l'air.

Une poursuite du refroidissement en dessous de T_R entraîne une condensation de la vapeur et donc une diminution de son humidité absolue. L'humidité relative restant toujours constante.

V.6.5. Température sèche et température humide du gaz

La température sèche (température de bulbe sec) d'un gaz est celle indiquée par une sonde de température nue (un thermomètre) placée dans le courant gazeux. Il s'agit de la température d'un gaz au sens courant (Figure V.3).

La température humide (ou température de bulbe humide) est la température donnée par une sonde enrobée d'une mèche poreuse humidifiée en permanence par de l'eau pure (figure II.6). Il faut retenir que la température humide est la température prise par un solide humide durant la phase de séchage à vitesse constante. L'air qui traverse la mèche humide subit :

- un refroidissement dû à un transfert de chaleur air \longrightarrow mèche ;
- Une humidification de l'air suite à l'évaporation de l'humidité de la mèche ; transfert de matière mèche \longrightarrow air. La chaleur cédée par l'air est utilisée pour évaporer l'eau.

En régime stationnaire, il est supposé que la chaleur cédée par le gaz ne sert qu'à l'évaporation du liquide donc pas d'accumulation de chaleur.

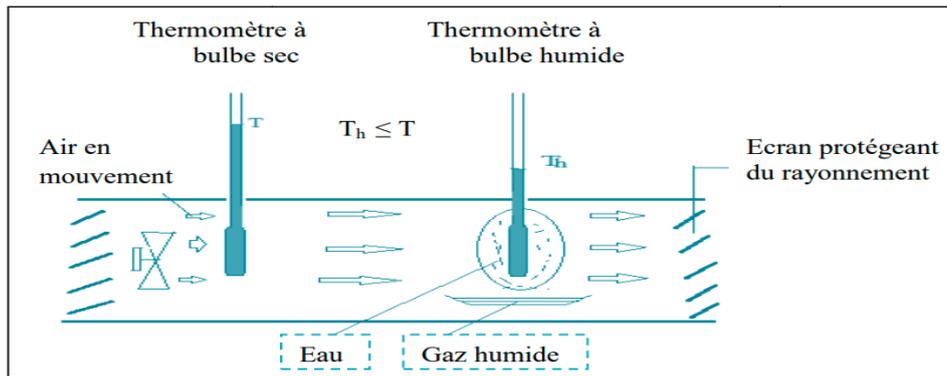


Figure V. 3. Température sèche et température humide

En résumé :

- **Température du bulbe sec (température sèche) T_s :** température mesurée par un thermomètre ordinaire
- **Température du bulbe humide (température humide) T_h :** température mesurée par un thermomètre dont le bulbe est recouvert par une mèche maintenue mouillée et exposée à un courant d'air.

V.6.6. Enthalpie de l'air humide

Cette grandeur représente le contenu énergétique de l'air humide. L'enthalpie est rapportée à l'unité de masse d'air sec. En fait, elle représente une variation d'énergie par rapport à un état de référence. L'enthalpie H de l'air humide (en kcal/ kg_{air sec}) d'humidité absolue Y à la température t (°C) est la somme de l'enthalpie de l'air sec (H_a) et de l'enthalpie de l'eau (H_e) ainsi que de la chaleur latente de vaporisation de l'eau (λ_e)

$$H = C_{pa}(t) + Y_a[\lambda_e + C_{pe}(t)] \quad \text{température de référence prise à } 0 \text{ } ^\circ\text{C}$$

C_{pa} (0.24 kcal/kg.°C) et C_{pe} (0.47 kcal/kg.°C) étant les capacités thermiques massiques de l'air et de l'eau (en J · kg⁻¹ · K⁻¹).

λ_e : chaleur latente de vaporisation de l'eau (595 kcal/kg).

On obtient donc $H = 595 Y + (0.24 + 0.47Y) t$ (°C) avec H en kcal/kg_{air sec}

V.7. Diagrammes de l'air humide

Les calculs relatifs au séchage sont assez complexes. Ils peuvent être beaucoup simplifiés par l'utilisation de diagrammes dits diagrammes psychrométriques (Figure V.4). Ces derniers permettent de déterminer graphiquement toutes les caractéristiques et les changements d'état d'un air humide donné.

Les diagrammes de l'air humide sont généralement établis pour une pression atmosphérique normale de 101325 [Pa] et pour des températures entre $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Toutefois des exceptions existent puisqu'il existe d'autres diagrammes qui fonctionnent à de fortes températures.

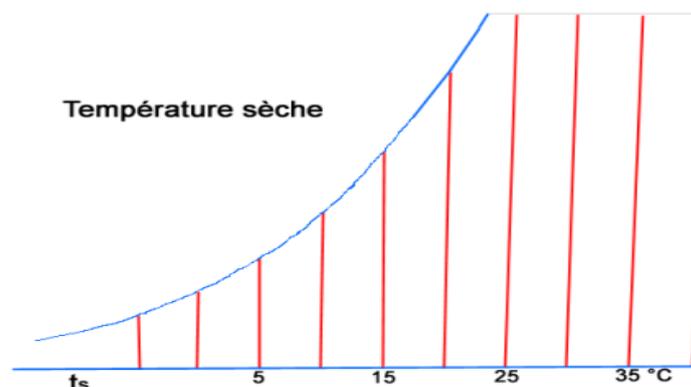
Pour faciliter la représentation, des transformations de l'air au cours du procédé du séchage des corps humides, on utilise le "diagramme psychrométrique" de l'air humide.

À noter que le diagramme est valable pour tout mélange gaz-vapeur. Ici, nous étudions le mélange air-vapeur.

V.7.1. Température sèche

C'est la température repérée et lue sur un thermomètre ordinaire. La lecture de cette température se fera sur l'échelle horizontale du bas du diagramme et s'exprime en degrés Celsius ($^{\circ}\text{C}$). Toute droite verticale est une isotherme.

L'axe horizontal représente une grandeur fondamentale du diagramme psychrométrique que l'on appelle plus couramment : température sèche : T_s en $^{\circ}\text{C}$ ou $^{\circ}\text{F}$.

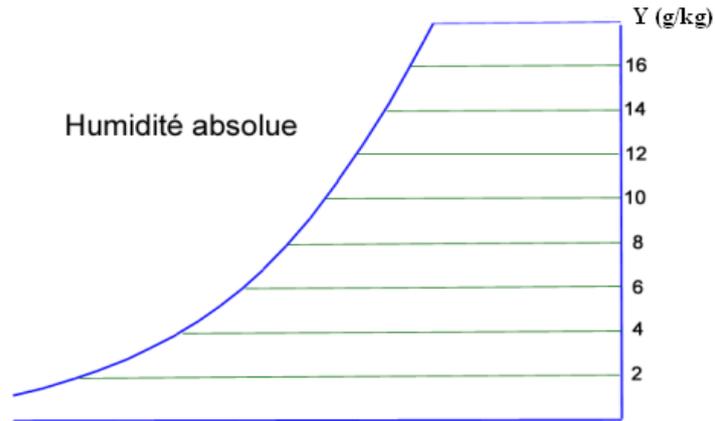


V.7.2 L'humidité absolue

L'humidité absolue de l'air humide ($g_{\text{eau}}/\text{kgair sec}$ ou $\text{kg}_{\text{eau}}/\text{kgair sec}$)

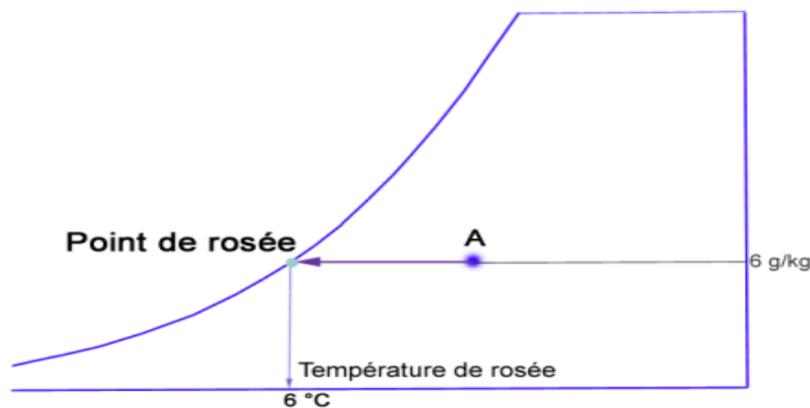
sont lues sur les ordonnées (axe vertical de droite) du diagramme de l'air humide

Les lignes horizontales, appelées isohydes, sont des lignes à teneur en vapeur d'eau constante.



V.7.3. Température de rosée

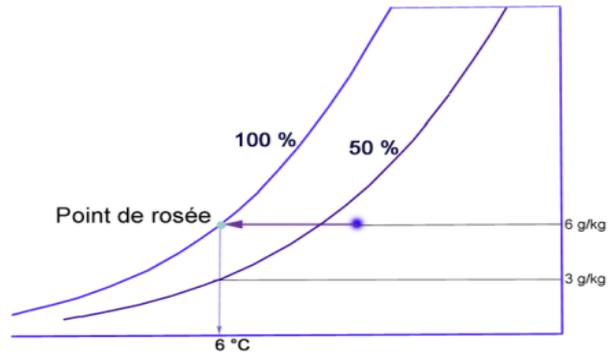
Si on se déplace à partir d'un point A placé dans le diagramme ci-dessous le long de l'isohyde passant par A dans le sens du refroidissement de l'air, l'intersection de cette droite avec la courbe de saturation donne le point de rosée T_R .



V.7.4. Humidité relative ou pourcentage d'humidité

L'air situé sur la courbe 100% correspond à un air saturé en vapeur d'eau. On dit que son humidité relative ou son pourcentage d'humidité est de 100% et c'est une courbe à humidité relative constante.

Si on divise la teneur en vapeur d'eau de l'air saturé en deux, l'air obtenu présentera une humidité relative de 50%. On peut tracer ainsi un réseau de courbes à différentes valeurs d'humidité relative.

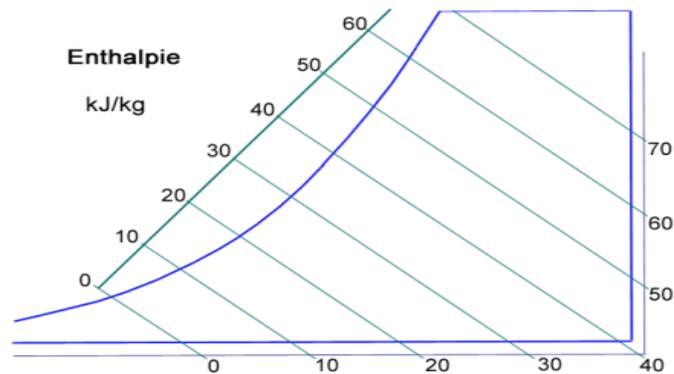


V.7.5. Enthalpie de l'air humide

L'enthalpie H est la quantité de chaleur totale de l'air humide considéré. Elle s'exprime en kJ/kg air sec ou en kcal/kg air sec.

On considère que, l'air dont la température $T_s = 0\text{ °C}$ et la teneur en vapeur d'eau $Y = 0\text{ g/kg air sec}$, a une enthalpie $H = 0\text{ kJ/kg air sec}$.

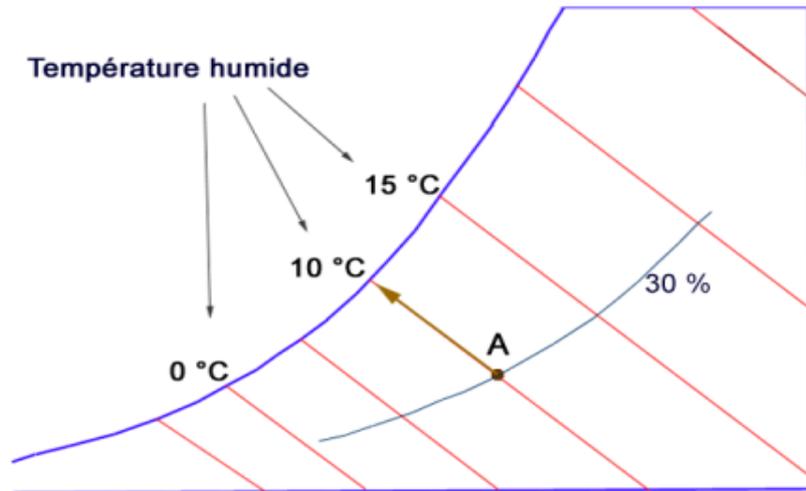
Le réseau de droites obliques perpendiculaires à l'échelle des enthalpies constitue des lignes à enthalpie constante, appelées isenthalpes.



V.7.6. Température humide de l'air

Si d'un point A du diagramme on se déplace sur une isenthalpe (ou courbe de saturation adiabatique), on atteint la courbe de saturation en un point dont la température lue sur l'axe horizontal est appelée communément température humide de l'air T_h .

On mesure les températures sèche et humide au moyen d'un appareil comportant deux thermomètres, appelé psychromètre.



Il faut savoir qu'une température humide est une grandeur mesurable au moyen d'un psychromètre.

Il en existe plusieurs types et formes même si le principe est le même. En voici quelques exemples :



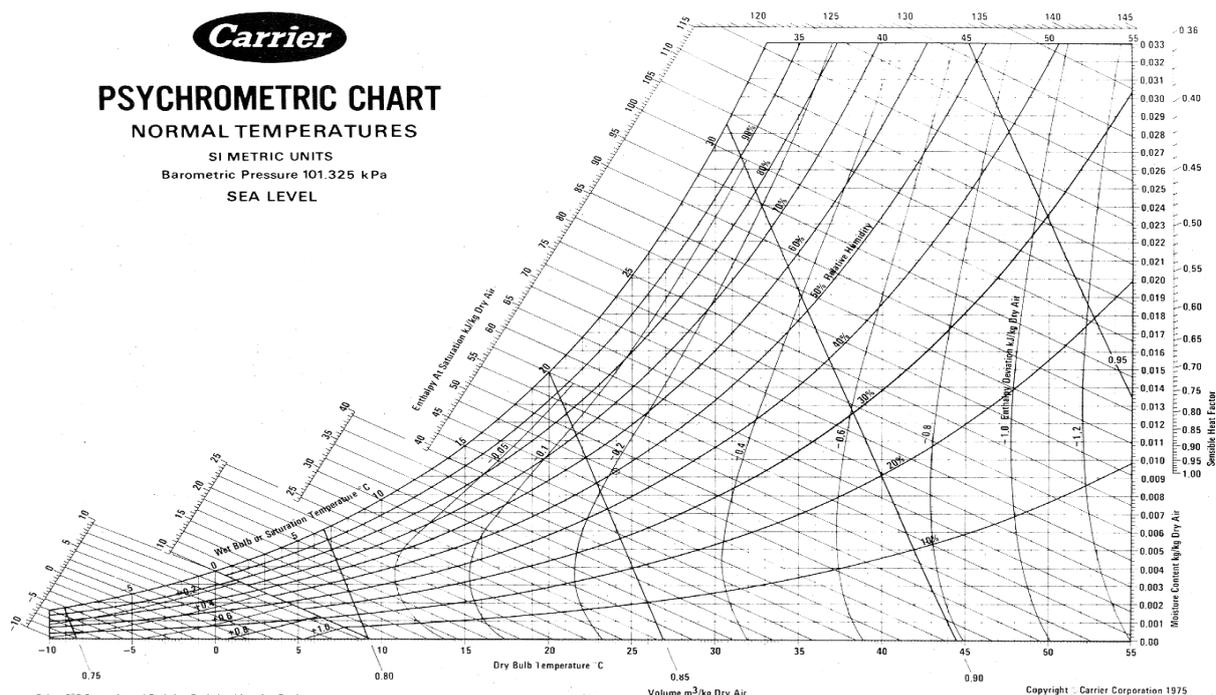
Types de diagrammes psychromètres



PSYCHROMETRIC CHART

NORMAL TEMPERATURES

SI METRIC UNITS
Barometric Pressure 101.325 kPa
SEA LEVEL

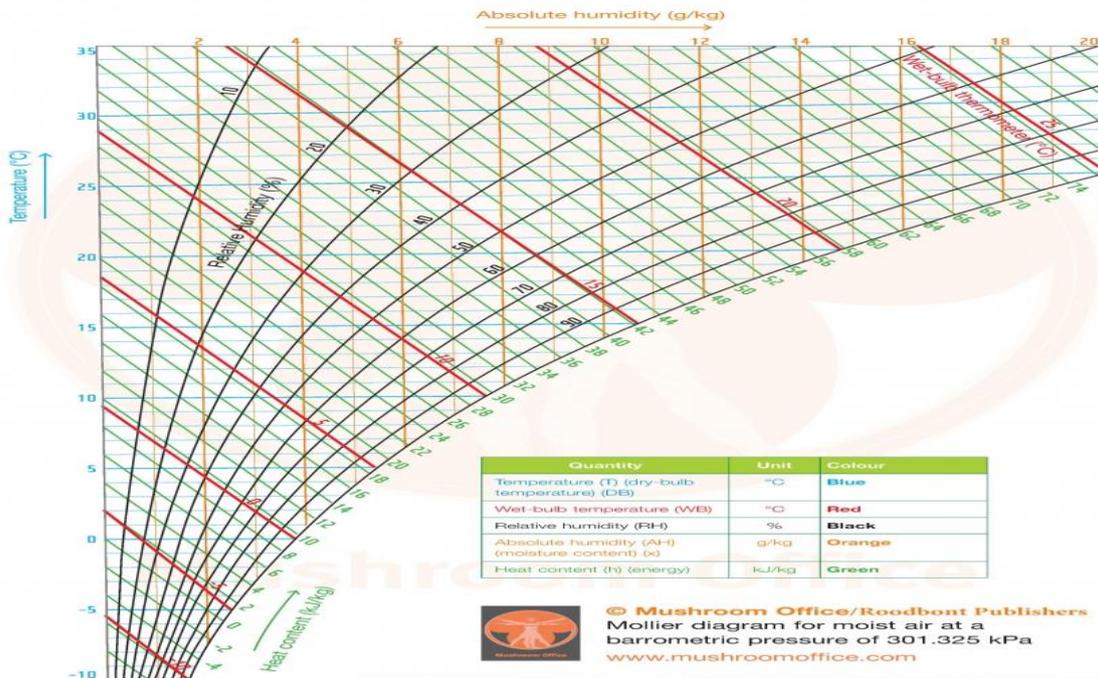


Below 0°C Properties and Enthalpy Deviation Lines Are For Ice

Copyright © Carrier Corporation 1975
Cat. No. 794-002 Printed in U.S.A.

Reproduit avec la permission de Carrier Corporation.

Mollier diagram



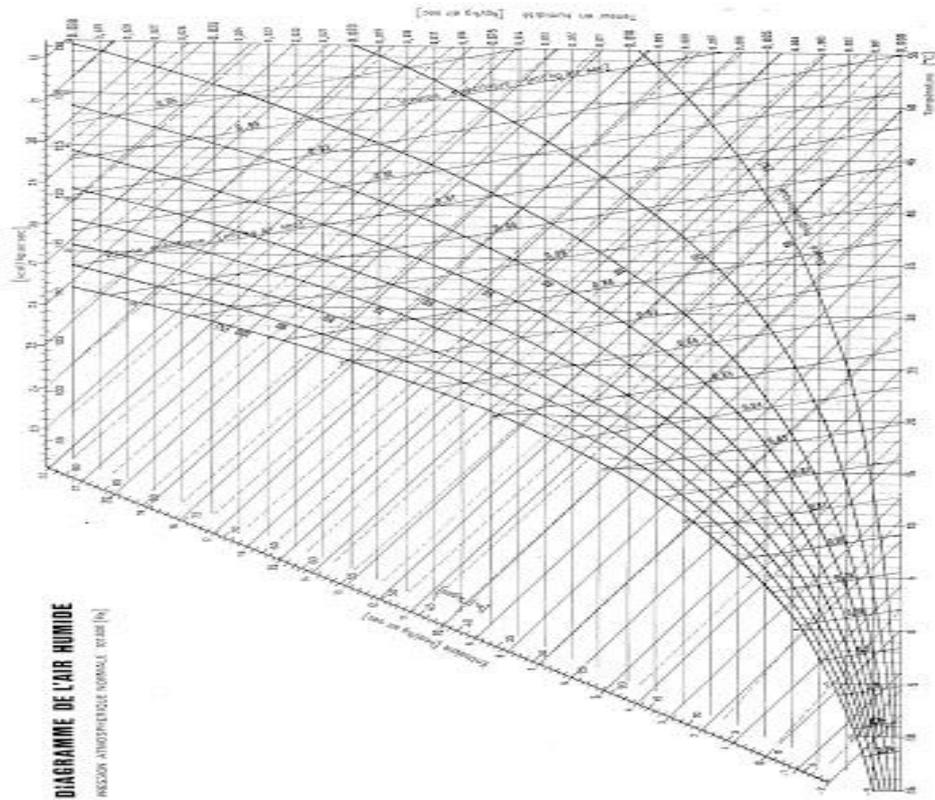


Figure V.4. Diagrammes psychrométriques

Exercez-vous en répondant aux questions ci-dessous en utilisant le diagramme psychrométrique

Exemple n°1 :

En utilisant le diagramme ci-dessous, comparer les teneurs en vapeur de saturation pour de l'air à 0 °C, 10 °C , 20 °C et 30°C.

Exemple n°2 :

1-Si la température de l'air est de 20 °C et son hygrométrie ϵ de 50 %, quelle serait la valeur de Y?

2- Si la température de l'air est de 35°C et son hygrométrie de 30 %, déterminer l'humidité absolue Y?

3- déterminer l'humidité absolue à saturation de l'air à 12°C.

4- Si la température de l'air est de 39°C avec une teneur en humidité de 23 g/kgair sec, quelle serait la valeur de l'humidité relative de cet air.

La réponse aux exemples se trouve dans l'annexe 1

EXERCICE 1

Dans un local, on relève au psychromètre : $T_s = 22,2^\circ\text{C}$ et $T_h = 17^\circ\text{C}$, déterminer les caractéristiques de l'ambiance du local considéré.

$$\varphi = 60\% \quad H = 47.8 \text{ kJ/kg as} \quad T_R = 14^\circ\text{C} \quad Y = 0.01005 \text{ kg eau/kg as} \quad V = 0.85 \text{ m}^3/\text{kg as}$$

EXERCICE 2

Même question avec $T_s = 0^\circ\text{C}$ et pourcentage d'humidité $\varphi = 80\%$

$$Y = 0.0029 \text{ kg eau/kg as} \quad T_H = -1^\circ\text{C} \quad T_R = -3^\circ\text{C} \quad H = 7 \text{ kJ/kg as} \quad V = 0.778 \text{ m}^3/\text{kg as}$$

V.8. CINETIQUE DE SECHAGE

V.8.1. Comportement d'un solide humide au contact de l'air

V.8.1.a. Séchage et mouillage d'un solide

On note X_c l'humidité d'un solide en équilibre avec de l'air saturé ($\varphi = 1$) à la limite du domaine d'hygroscopicité. On considère ce solide d'humidité $X < X_c$ placé dans des courants d'air d'humidités relatives φ_1 et φ_2 . A cette humidité X correspond une humidité relative φ de l'air à l'équilibre. On examine sur l'isotherme de la figure V.5 suivante les différents transferts d'eau possibles entre le solide et le courant d'air suivant les valeurs respectives de l'humidité relative de l'air et de l'humidité du solide.

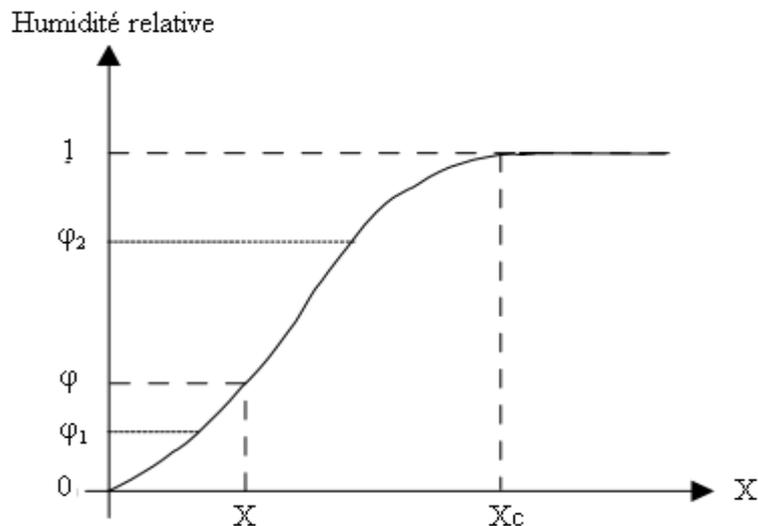


Figure V.5. Isotherme d'un solide mouillé

On observe les deux comportements suivants :

$\varphi_1 < \varphi \Rightarrow$ désorption de l'eau donc séchage

$\varphi_2 > \varphi \Rightarrow$ adsorption de l'eau donc mouillage du solide

Il en ressort qu'un solide dans le domaine hygroscopique placé dans de l'air humide va absorber de l'eau jusqu'au moment où son humidité correspondra à l'équilibre avec l'air. La conséquence de ceci est que le stockage de composés hygroscopiques peut entraîner la formation d'agglomérats de solide dus à l'adsorption d'eau.

Si un solide d'humidité $X > X^*$ est soumis à un courant gazeux constant d'humidité relative φ , il perd de l'eau jusqu'à ce que son humidité devienne égale à X^* (humidité du solide correspondant à l'équilibre avec l'air). Même en prolongeant le passage du courant gazeux on ne peut sécher plus et descendre en dessous de X^* (Figure V.5).

L'intervalle $X - X^*$ correspond à l'humidité libre c'est à dire à l'humidité susceptible d'être enlevée au solide placé dans de l'air d'humidité relative φ (Figure V.5).

On distingue l'humidité liée ($X < X_c$) et l'humidité non liée ($X > X_c$) : l'humidité liée correspond au domaine hygroscopique du solide.

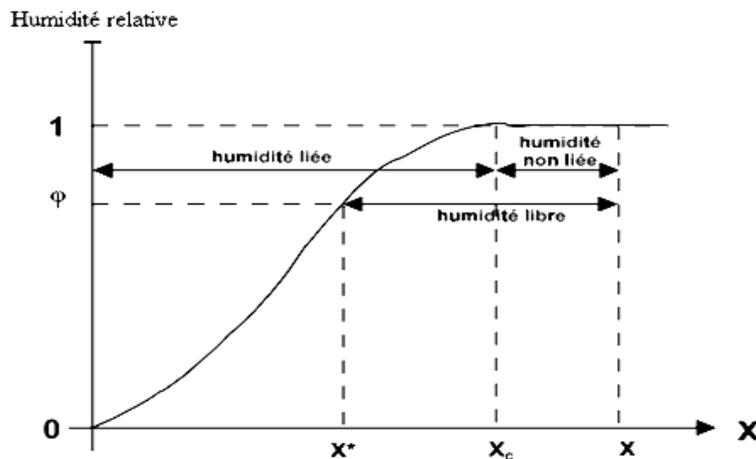


Figure V.5. Différents types d'humidité dans un matériau humide

V.6.2. Activité de l'eau dans les solides

La plupart des matériaux, poudres et liquides sont hygroscopiques et ils contiennent de l'eau. Cette humidité a une grande influence sur leurs propriétés physiques, mécaniques et chimiques et elle a même une incidence sur le prix de vente de certains produits (par exemple, le prix du maïs payé au céréalier est pondéré en fonction de sa teneur en eau). Mais la teneur en eau ne suffit pas pour expliquer l'influence réelle de l'eau sur un produit : elle ne permet pas de connaître la stabilité ou la durée de conservation d'un aliment, par exemple.

On utilise pour cela un deuxième paramètre : **l'activité de l'eau**. A_w (water activity), l'activité de l'eau est aussi appelée "humidité relative d'équilibre" (HRE), ou "eau libre", ou encore "eau disponible". Elle indique le "degré de liberté de l'eau absorbée dans un matériau. L'activité de l'eau est un facteur essentiel de qualité pour les produits pharmaceutiques : pour de nombreux médicaments, la valeur A_w constitue un important facteur de qualité. La valeur A_w a une influence directe sur certaines caractéristiques des comprimés.

La mesure de l'activité de l'eau fournit aussi des informations utiles sur certaines propriétés comme la cohésion, la capacité de stockage et de coagulation ou d'écoulement de poudres, comprimés ou l'adhésion de revêtements ect...

Elle représente le rapport entre la pression de la vapeur d'eau du matériau (pression de la vapeur d'eau à la surface du produit) et la pression de la vapeur d'eau pure à la même température θ_0 .

$$A_w = \frac{\text{pression partielle de l'eau dans l'aliment à } \theta_0}{\text{pression partielle de l'eau pure à } \theta_0}$$



La valeur de l'activité de l'eau varie entre 0 pour un produit sec au point que toute l'eau est liée au matériau. Elle est égale à 1 car l'eau pure et sans soluté, difficile à atteindre et surtout à maintenir.

La valeur optimale pour la conservation des produits biologiques, sans additif ni réfrigération, correspond à une activité de l'eau située entre 0.25 et 0.35; la croissance des bactéries est généralement limitée lorsque l'activité de l'eau descend en dessous de 0.90 de même les moisissures et les levures sont inhibées respectivement, vers une activité de 0.70 et 0.80.

V.8.3. Isotherme d'adsorption et de désorption de l'eau

Pour un matériau, les courbes donnant la teneur en eau (X en kg d'eau par kg de matière sèche) en fonction de l'activité de l'eau dans un produit pour une température donnée, sont appelées isothermes de désorption (cas du séchage) ou d'adsorption (cas de la réhumidification).

Pour chaque valeur de l'activité (A_w) d'un produit, l'isotherme donne la teneur en eau d'équilibre (X^*) du produit à une température donnée. Ces deux courbes d'isothermes (Figure V.8) ont généralement des allures différentes (effet hystérésis) car le séchage d'un produit entraîne des modifications de structure et de porosité irréversible

La connaissance de l'isotherme de désorption (Figure V.6) est particulièrement importante en vue du séchage d'un produit. Elle permet de calculer la teneur en eau d'équilibre X^* du produit avec l'air de séchage qui est la limite vers laquelle va tendre la teneur en eau X du produit à la fin du séchage.

La détermination de cette courbe consiste à placer un échantillon du produit dans une atmosphère à humidité relative connue jusqu'à l'équilibre (masse de l'échantillon inchangée) à ce moment on relève la valeur de l'humidité absolue d'équilibre du produit, ce qui représente un point de la courbe.

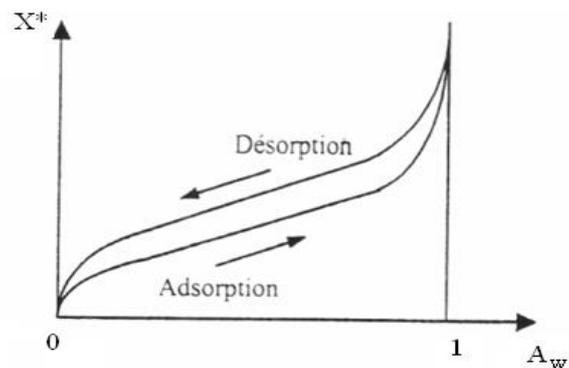


Figure V.6. Isotherme d'adsorption et de désorption

Les isothermes d'adsorptions/ désorption se composent de trois zones, chaque zone correspond à un mode de fixation particulier de l'eau sur le produit.

*Zone1 ($A_w < 0.3$) : correspond à l'eau "fortement liée" dite aussi eau de constitution. L'eau est intimement liée aux composantes biochimiques par des liaisons covalentes; cette eau n'est pratiquement pas disponible comme solvant ou réactif et correspond à la première couche (monocouche) qui entoure la matière sèche d'aliment.

*Zone 2 ($0.3 < A_w < 0.7$): correspond à l'eau "faiblement liée", sous forme de couche polymoléculaire (multicouche) recouvrant partiellement la surface du substrat sec.

*Zone3 ($A_w > 0.7$): correspond à l'eau "libre" ou eau "liquide" qui n'est retenue à la surface du substrat sec que par des liaisons hydrogènes. Cette eau est disponible tant comme solvant que réactif. C'est uniquement sous cette forme que l'eau est utilisée par les micro-organismes et peut permettre les réactions enzymatiques.

V.8.4. Types de séchage

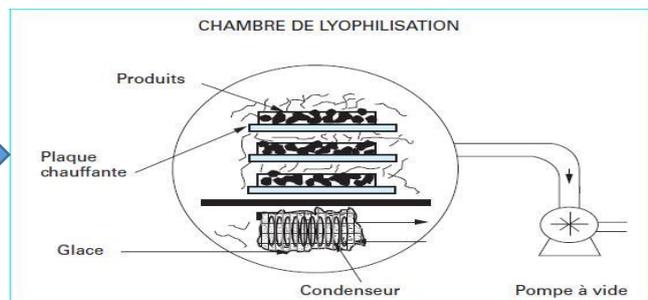
La vaporisation du solvant contenu dans un produit à sécher peut être effectuée par abaissement de la pression dans l'enceinte contenant le produit. Cependant, dans la plupart des cas, la vaporisation est effectuée en utilisant une source d'énergie extérieure au produit. Le séchage fait appel aux trois modes de transfert de chaleur : convection - conduction – rayonnement (figure V.6).



Le séchage au soleil de raisins



Le séchage dans une étuve



Séchage par lyophilisation

Figure V.7. Différents modes de séchage

V.8.4.1. Séchage par convection

Le séchage par convection est l'une des méthodes les plus courantes utilisées en milieu industriel notamment l'agroalimentaire, la chimie, l'industrie pharmaceutique, l'industrie du papier, et bien d'autres pour éliminer l'humidité des produits. Dans ce processus, l'humidité contenue dans le matériau est éliminée en mettant en contact le produit qui peut se présenter sous forme de particules, de gouttelettes,

de film ou de plaques avec un courant d'air chaud. Les avantages de cette méthode comprennent sa polyvalence et sa rapidité, bien que la consommation d'énergie puisse être un inconvénient dans certains cas. Le contrôle précis de la température et du débit d'air est essentiel pour assurer un séchage efficace et homogène.

Ce type de transfert obéit à l'équation suivante :

$$Q = h A (T_a - T_{\text{sup}}) \quad (1)$$

avec :

- Q : quantité de chaleur transférée par unité de temps en (W) ;
- A : surface d'échange en (m²) ;
- T_a – T_{sup} : écart entre la température du gaz de séchage (air) et la température superficielle du produit à sécher (K);
- h : coefficient d'échange par convection (W · m⁻² · K⁻¹).

L'application au séchage de cette formule appelle les quelques remarques ci-après.

- La surface d'échange offerte par le produit à sécher n'est pas toujours très bien définie. Dans le cas de solides granulaires, dont la granulométrie n'est pas homogène, on définit un diamètre moyen des particules. Le principe du calcul consiste à diviser la répartition granulométrique en tranches. À chaque tranche correspond un diamètre moyen d_{pi} mais aussi un pourcentage X_i de la masse totale sur laquelle l'analyse granulométrique a été effectuée. Ainsi, le diamètre moyen d'un ensemble de particules sera égal à :

$$(d_p)_{\text{moy}} = \frac{1}{\sum \frac{X_i}{d_{pi}}}$$

En supposant que les particules sont sphériques, la surface spécifique de la couche est alors :

$$a = \frac{6}{(d_p)_{\text{moy}}}$$

(a : mètres carrés par mètre cube de produit).

D'après la formule (1), la quantité d'énergie transférée au produit à sécher est d'autant plus importante que la surface de transfert est, elle-même, importante. Donc la diminution de la taille des particules du produit sera un facteur d'amélioration du séchage. De plus, elle facilitera la diffusion de l'humidité vers la surface des particules.

- L'écart (T_a – T_{sup}) n'est pas constant le long du sécheur. En effet, la température du produit augmente généralement au cours du séchage, alors que celle des gaz de séchage diminue. L'intégration de cet

écart sur toute la durée du séchage en considérant (h) constant conduit à exprimer la quantité de chaleur échangée en fonction de la moyenne logarithmique des écarts de température à l'entrée et à la sortie de l'appareil. D'une manière générale, le temps de séchage est réduit lorsque la différence de température entre le gaz et le produit est augmentée. Toutefois, la thermosensibilité du produit, caractérisée par la température maximale qu'il peut supporter, limite la valeur de l'écart, notamment en fin de séchage.

V.8.4.2. Séchage par conduction

L'énergie thermique nécessaire au séchage est apportée non pas par un gaz en mouvement autour du produit à sécher, mais par contact direct entre le produit et une paroi chauffée. Les vapeurs libérées par le séchage sont soit aspirées (séchage par ébullition), soit entraînées par un gaz de balayage dont le débit est toujours faible en comparaison de celui nécessaire à un séchage par entraînement (séchage convectif).

Ce type de sécheur est donc très intéressant lorsque l'on désire réduire la quantité d'effluents gazeux rejetés. Le flux thermique (en W/m²) est donné par la relation :

$$\frac{Q}{A} = -\lambda \frac{dT_s}{dl}$$

Avec :

λ : conductivité thermique de la pellicule de produit ou de gaz à travers laquelle s'effectue le transfert (W.m⁻¹.K⁻¹),

$\frac{dT_s}{dl}$: gradient de température entre la paroi chaude et le produit.

Dans le cas des sécheurs à tambours, les gradients de température sont très importants au niveau de la pellicule de produit. De plus, il est impossible de définir un coefficient d'échange produit/paroi.

Pour les sécheurs à plateaux à vis chauffante ou pour les sécheurs à tubes de vapeur, c'est l'épaisseur de la couche de gaz à travers laquelle s'effectue le transfert qui est inconnue.

On préfère donc définir un coefficient d'échange global h' et recourir à une expression analogue à celle utilisée pour la convection :

$$Q = h' A' (T_F - T_{pr}) \quad (2)$$

avec :

- Q : quantité de chaleur échangée par unité de temps (W) ;
- A' : surface de transfert effectif offerte par l'appareil (m²) ;
- T_F : température locale du fluide chauffant (K) ;
- T_{pr} : température locale du produit (K).

Lorsque l'on généralise la formule (2) à tout le sécheur, l'écart ($T_F - T_{pr}$) est remplacé par la moyenne des écarts à l'entrée et à la sortie de l'appareil.

Le coefficient global d'échange par conduction h' résulte de trois autres coefficients :

- h_i : coefficient d'échange interne entre le fluide chauffant et la paroi ;
- h_p : coefficient de transmission de la paroi (égal au rapport de la conductivité thermique à l'épaisseur de la paroi) ;
- h_s : coefficient d'échange entre la paroi et le produit.

Ces coefficients sont reliés entre eux par l'expression suivante :

$$\frac{1}{h'} = \frac{1}{h_i} + \frac{1}{h_p} + \frac{1}{h_s}$$

V.8.4.3. Séchage par rayonnement

Ce mode de séchage est destiné aux produits en plaque (carton, viande) ou en film (tissu, papier), mais aussi aux produits granulaires de faible épaisseur (1 à 2 cm) (cigarettes). L'énergie est apportée au produit à sécher par des ondes électromagnétiques générées soit par des dispositifs électroniques, soit par élévation de la température d'un émetteur infrarouge. Suivant la longueur d'onde ou la fréquence des radiations émises, on distingue les infrarouges et les radiofréquences.

Comment cela se passe ? On sait que toute surface dont la température est supérieure au zéro absolue émet un rayonnement capable de se transformer en chaleur, et que l'émittance énergétique totale d'une surface ou flux de chaleur émis par l'unité d'aire de cette surface, est proportionnelle à la quatrième puissance de la température absolue de la surface. Il en résulte que dans de nombreux séchoirs, une fraction plus au moins grande du flux de chaleur reçu par la matière est transmise par rayonnement et il convient, surtout si la température des parois est élevée, d'en tenir compte dans le calcul du flux, pour éviter un échauffement excessif de la matière.

Mais, indépendamment de ces séchoirs où l'énergie rayonnée n'est qu'accessoire, on réalise des séchoirs où le rayonnement (micro-onde ou infrarouge à partir de surface surchauffée ou de lampe) constitue pratiquement le seul mode de transmission de chaleur. Une surface portée à une température suffisamment élevée émet un rayonnement infrarouge qui sera absorbé d'une façon plus ou moins complète par le produit à sécher.

V.8.4.4. Séchage sous vide

Le point d'ébullition d'un liquide s'abaissant lorsqu'on diminue la pression, le séchage réalisé sous vide provoque l'ébullition rapide du liquide à éliminer. L'opération qui s'effectue alors par vaporisation s'en trouve accélérée et la durée du séjour de la matière dans le séchoir écourtée. Ce mode opératoire rend

ainsi possible le séchage de substances thermosensibles, difficile à traiter sous pression normale, en raison du séjour plus ou moins long qu'elles devraient subir à température élevée.

V.8.4.5. Séchage par perte diélectrique

Le séchage par pertes diélectriques est basé sur le chauffage par l'électricité des substances non conductrices (diélectrique). On l'obtient en plaçant la matière à sécher dans un champ électrique alternatif à très haute fréquence (1 à 30 Mhz). Un tel champ existe entre les armatures d'un condensateur plan relié à un générateur. Sous l'action de ce champ, les molécules du diélectrique se polarisent et sont contraintes de changer de polarité à chaque alternance. Ce changement de polarité provoque des vibrations mécaniques des dipôles moléculaires qui causent des frictions inter atomiques et inter-moléculaires engendrant de la chaleur qui sert à l'échauffement régulier de la matière.

V.8.4.6. Séchage par lyophilisation

C'est un séchage s'effectuant sous une pression très réduite, inférieure à celle qui correspond au point triple du fluide qui constitue l'humidité à évacuer. Cette humidité se trouve donc congelée et son élimination se produit directement de la phase solide à la phase vapeur, sans passer par l'état liquide, c'est-à-dire par sublimation à basse température. Cette méthode de séchage étant évidemment très onéreuse ne peut s'appliquer qu'à des matières qui, en raison de leur fragilité à la chaleur ne supportent pas les méthodes habituelles de séchage par exemple: les substances biologiques (plasma sanguin, cellules...), produits pharmaceutiques (antibiotiques), produits alimentaires (café, lait, jus de fruit...).

V.8.5. Modes de séchage

Les procédés de séchage peuvent être classés en deux grandes catégories : mécaniques et thermiques.

V.8.5.1. Séchage mécanique

C'est l'élimination du liquide par des forces purement mécaniques (pressage, centrifugation,...).

Certains processus de pré-concentration et de pré-séchage peuvent se réalisés sans transfert thermique mais par simple transfert de quantité de mouvement. Le tableau V.1 suivant en donne quelques exemples :

Tableau V.1.Exemples de séchage mécanique

Opération	Technique	Mécanisme	Applications
Concentration	Centrifugation	Sédimentation forcée	Jus de tomate
	Filtration	Tamissage	Boues résiduaire
	Ultrafiltration	Tamissage moléculaire	Lactosérum, blanc d'œuf
Séchage	Egouttage	Gravité	Fromage
	Essorage	Tamissage	Cristaux de sucre
	Pressage	Expression	Fourrages

L'élimination d'eau par voie mécanique se caractérise essentiellement par trois points l'opposant nettement aux techniques faisant appel aux transferts de chaleur.

a- Caractère limité

Les techniques citées plus haut ne permettent d'éliminer qu'une partie de l'eau libre des produits traités puisque l'eau adsorbée ne pourra pas être extraite par ce procédé. Aucun procédé mécanique ne permet d'abaisser l'humidité d'un produit au-delà de 60%.

b- Faible sélectivité

L'inconvénient des procédés mécaniques se retrouve sur le plan qualitatif dans la mesure où la phase éliminée n'est pas de l'eau pure mais est constituée par une dispersion ou une solution plus ou moins riche en extrait sec. C'est le cas notamment de l'ultrafiltration dont le perméat contient toutes les espèces dissoutes de masses moléculaires inférieures au point de coupure de la membrane. Seule, l'osmose inverse peut être considérée comme pratiquement sélective.

c- Faible consommation d'énergie

Cette caractéristique résulte des deux précédents. Le fait que seule la fraction aqueuse non liée soit éliminée implique une consommation moindre d'énergie. D'autre part, les processus thermiques d'élimination d'eau doivent leur relative sélectivité à un changement d'état des fractions aqueuses très coûteux en énergie, ce qui n'est pas le cas des procédés par voie mécanique. L'osmose inverse constitue à cet égard un cas intermédiaire intéressant. Une opération d'élimination d'eau par voie mécanique consomme de 2 à 35 kwh par tonne d'eau éliminée (par exemple, 15 à 25 kwh dans le cas des presses).

V.8.5.2. Séchage chimique

C'est un procédé basé sur l'utilisation de produits déshydratants tel que le chlorure de calcium, qui sert à extraire l'eau. $MgSO_4$ anhydre, Na_2SO_4 anhydre....etc.

V.8.5.3. Séchage thermique

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

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

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

V.8.5.3.a. Séchage par ébullition

L'ébullition d'un liquide se produit lorsque sa température est telle que la pression de vapeur P_V de l'eau de ce liquide est égale à la pression totale ambiante P : $P_V = P$

L'ébullition proprement dite (formation de bulles de vapeur d'eau) est plus difficile à observer dans les solides ou les corps pâteux que dans les liquides.

L'allure à laquelle s'évapore l'eau est déterminée par l'allure d'apport de la chaleur latente d'évaporation. Cet apport est effectué :

- Par conduction, à partir d'une surface chauffée au contact du produit.
- Par génération interne de chaleur due à l'exposition à un rayonnement infrarouge, ou de micro-ondes ou par un chauffage diélectrique.
- Par convection, à partir de vapeur d'eau surchauffée ou d'un liquide chauffant.

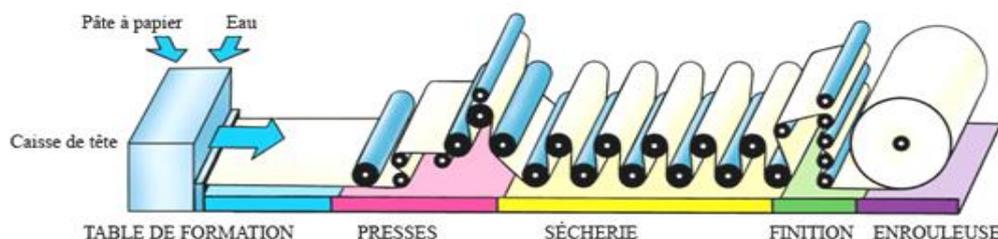


Figure V.8. Procédé de fabrication du papier

Dans l'exemple précédent, la sécherie (Figure V.8) est l'étape où la feuille est séchée contre des tambours de fonte chauffés intérieurement à la vapeur.

V.8.5.3.b. Séchage par entraînement

Lorsqu'un corps humide est placé dans un courant d'air ou dans un autre gaz suffisamment chaud et sec, il s'établit spontanément entre ce corps et l'air un écart de température et de pression partielle d'eau tels que :

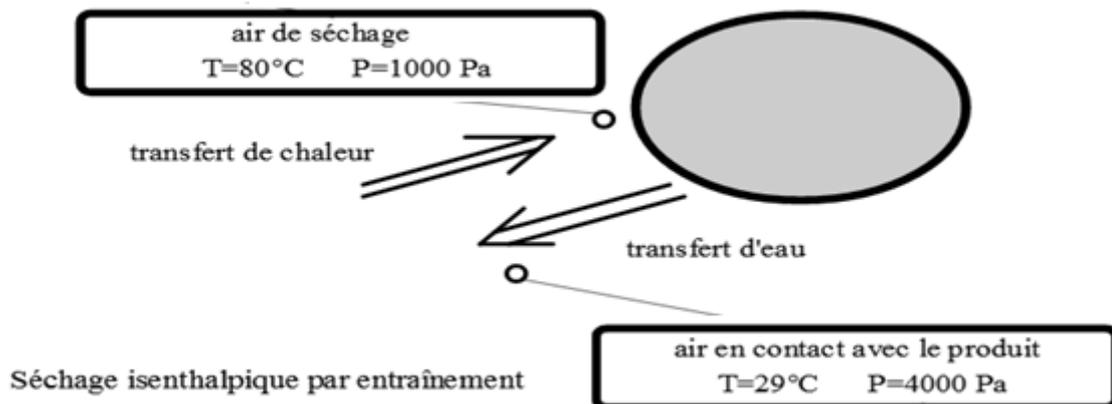
- Un transfert de chaleur de l'air vers le produit sous l'effet de l'écart de températures.
- Un transfert d'eau de matière du matériau vers l'air de séchage.

La chaleur transmise par l'air permet l'évaporation de l'humidité du produit séché dont la température est celle de l'air humide (T_h). Le séchage peut donc être décrit comme un transfert d'eau couplé à un transfert de chaleur.

Il est important de souligner que la température de surface du produit séché est inférieure ou égale à celle de l'air de séchage.

Le séchage est dit « **isenthalpique** » si l'énergie nécessaire à la vaporisation de l'eau est exactement égale à celle apportée par l'air chaud. L'air sert donc à la fois de fluide chauffant et de gaz vecteur pour l'eau éliminée : entrant sec et chaud dans le séchoir, il en ressort humide et moins chaud.

Un exemple typique du début de séchage d'un produit très hydraté, est donné en Figure V.9 ci-dessous. Les concentrations de l'air en eau sont exprimées en pressions partielles d'eau.



Le séchage peut se faire en co-courant ou à contre-courant (Figure V.9) :

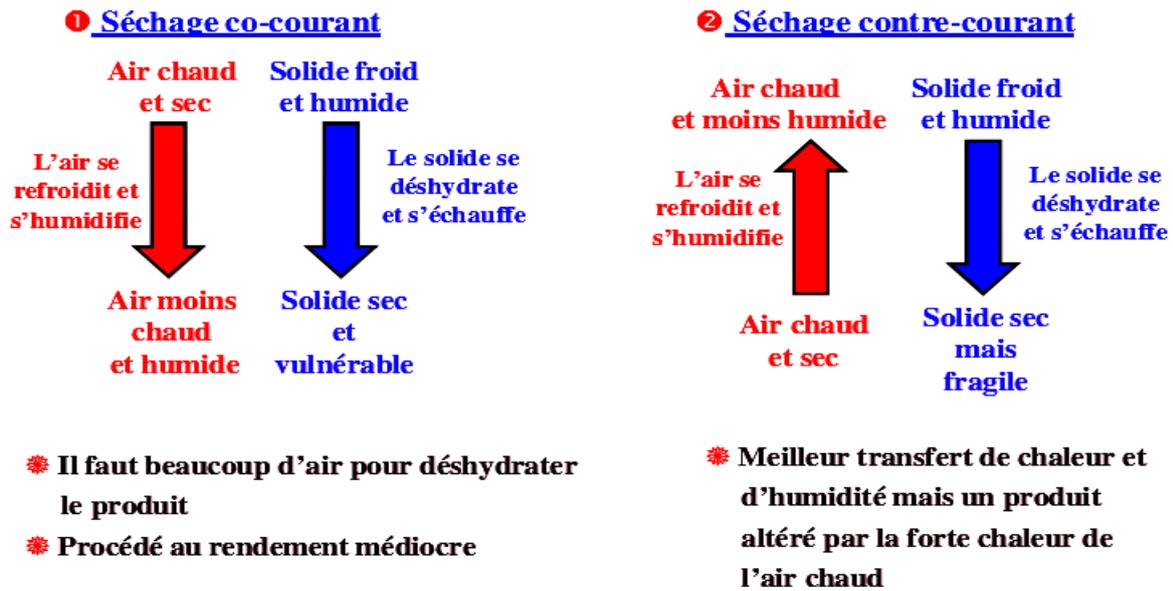


Figure V.9. Différents modes de séchage

V.8.6.Choix du procédé de séchage

Le choix de l'appareil de séchage approprié dépend de plusieurs facteurs importants, comme. Voici une explication plus détaillée de ces critères :

1. **Nature du produit** : Il est essentiel de prendre en compte l'état physique du produit à sécher, qu'il s'agisse d'un liquide, d'un solide ou d'une pâte. Chaque forme de produit peut nécessiter des techniques de séchage différentes.
2. **Taux d'humidité initiale et finale** : Le pourcentage d'humidité initial dans le produit et le taux d'humidité cible que nous souhaitons atteindre sont des facteurs déterminants pour le choix de la méthode de séchage. Certains produits nécessitent un séchage complet, tandis que d'autres peuvent nécessiter seulement une réduction partielle de l'humidité.
3. **Débit de produit** : Le débit de produit à sécher par unité de temps, est un facteur clé. Certains équipements de séchage sont plus adaptés à des débits élevés, tandis que d'autres sont conçus pour des opérations à plus petite échelle.
4. **Sensibilité à la chaleur** : La sensibilité du produit à la chaleur est cruciale. Certains produits peuvent être endommagés ou altérés par des températures élevées, tandis que d'autres sont plus résistants. Il est essentiel de choisir un procédé de séchage qui convient à la tolérance à la chaleur du produit.
5. **Sécurité** : Si le produit est toxique, inflammable ou comporte d'autres risques potentiels, la sécurité de l'opération de séchage est un facteur essentiel. Il peut être nécessaire d'utiliser des équipements spéciaux pour garantir la sécurité des travailleurs et éviter les accidents.

D'autres considérations peuvent également entrer en jeu, comme les exigences de qualité du produit final, les coûts énergétiques associés au procédé de séchage et les considérations environnementales. En fonction de ces facteurs, divers types d'équipements de séchage, tels que les séchoirs rotatifs, les séchoirs à lit fluidisé, les séchoirs sous vide, les séchoirs à bande, etc., peuvent être envisagés pour répondre aux besoins spécifiques de séchage de chaque produit.

V.8.7. Cinétique de séchage

V.6.7. Cinétique de séchage

L'humidité dans un corps humide peut se localiser aussi bien à la surface externe du produit que dans les pores ou au sein même de la matière comme illustré dans la figure V.10 ci-dessous.

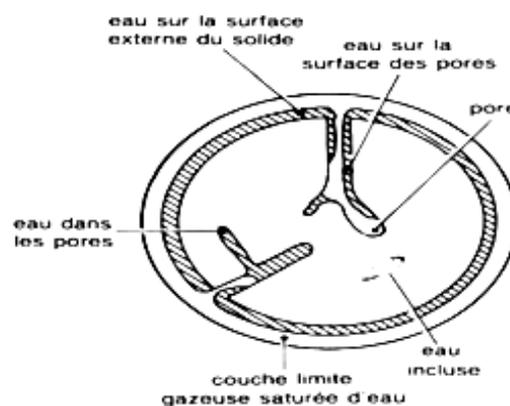


Figure V.10. L'état de l'eau dans un solide humide en coupe

L'étude de la cinétique de séchage de différents produits est basée sur la représentation de l'évolution de la vitesse de séchage (masse d'eau évaporée par unité de temps et de la surface d'échange du matériau ($\text{kg}_d\text{eau} / \text{m}^2 \cdot \text{s}$) en fonction du temps (Figure IV.9). Ces courbes sont généralement obtenues pour différentes conditions expérimentales (températures, vitesse de l'air asséchant, hygrométrie...). Elles caractérisent le comportement global du produit pendant l'opération de séchage en fonction du temps. Les courbes de cinétique de séchage varient suivant le produit à sécher et peuvent présenter une à trois périodes.

La meilleure façon de caractériser le comportement d'un produit au cours du séchage consiste à mesurer expérimentalement sa cinétique de séchage. Dans le cas d'un produit solide séché par entraînement, l'expérience de base consiste à placer le produit dans un courant d'air parfaitement maîtrisé (température, humidité, vitesse) et à enregistrer l'évolution de sa masse au cours du temps, par des pesées à intervalles de temps réguliers.

Dans le cas des produits alimentaires par exemple, pour chaque produit il existe une valeur d'humidité optimale d'équilibre pour laquelle le produit ne se détériore pas et garde ses propriétés organoleptiques et nutritionnelles.

Deux types de courbes permettent de décrire l'évolution du produit au cours du séchage :

- la teneur en eau du produit (X), en fonction du temps (t) obtenue directement à partir de l'enregistrement de la masse au cours du temps, connaissant la teneur en eau initiale du produit
- la vitesse de séchage ($-\frac{dX}{dt}$) en fonction du temps t ou même la courbe proposée par Krishner ($-\frac{dX}{dt}$) en fonction de l'humidité X du produit.

Les courbes théoriques obtenues permettent classiquement de distinguer trois périodes (Figure V.11) :

- la phase transitoire de mise en température du produit à sécher (**Phase 0**) ;
- la phase à vitesse de séchage constante (**Phase 1**) ;
- la phase à vitesse de séchage décroissante (**Phase 2**) ;

C: est le point critique du séchage

Toutes ces étapes ne sont pas systématiquement observables, puisque la première étape peut être tellement rapide surtout quand il s'agit de matériaux avec une épaisseur très faible (une couche de peinture par exemple) et donc elle peut ne pas être observable, autrement dit négligeable devant le reste des étapes.

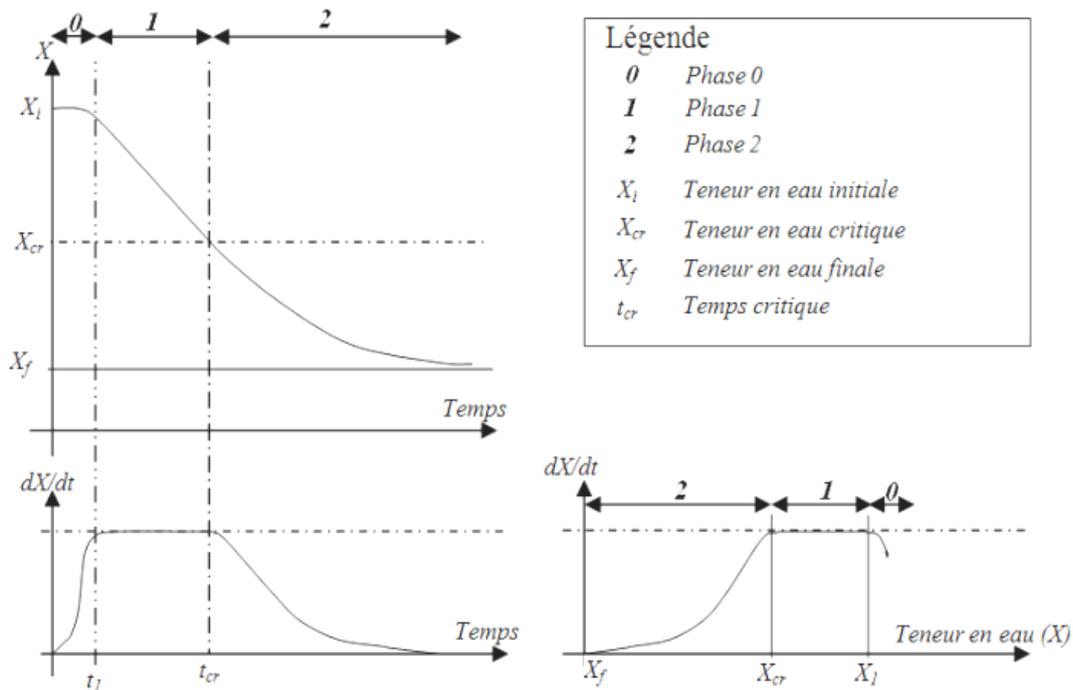


Figure V.11 : Courbes de cinétique de séchage

V.8.7.1. Période de mise en température du matériau (Phase 0)

C'est une période de mise en température du produit à sécher et elle n'est pas spécifique à l'opération de séchage. Durant cette période, le produit s'échauffe jusqu'à atteindre la température du bulbe humide (T_h) caractéristique de l'environnement séchant. Cette période est généralement très courte au regard du temps de séchage global.

V.8.7.2. Période à allure constante (Phase 1)

Cette période de séchage à vitesse constante correspond à l'évaporation de l'eau libre (l'eau superficielle). Le liquide remonte en surface sous l'action des forces d'aspiration des capillaires et il se renouvelle à une vitesse suffisante pour former une pellicule continue et compenser l'évaporation. Le flux de chaleur échangé par convection entre l'air et le produit est entièrement utilisé pour l'évaporation de l'eau ; le séchage est dit isenthalpique. Lorsque l'humidité superficielle du solide n'est pas renouvelée avec une vitesse suffisante pour maintenir en surface une pellicule continue du liquide, la vitesse de séchage cesse d'être constante. Pour les produits alimentaires et biologiques, on n'observe en général pas de période de séchage à vitesse constante. Ceci s'explique par le fait que les parois cellulaires perturbent la migration rapide de l'humidité vers la surface extérieure du produit suite à la migration des solutés qui obstruent les pores et le durcissement et la rétraction de la surface du produit

V.8.7.3. Période de ralentissement (Phase 2)

La première période de ralentissement commence lorsque la surface du matériau en contact avec l'air chaud atteint soit le seuil hygroscopique, autrement dit, toute l'eau libre a été éliminée en surface. Le front de séchage qui se trouvait en surface migre vers l'intérieur du produit. Dans cette phase, ce sont les différentes résistances internes du produit aux transferts de chaleur et de matière qui contrôlent la vitesse de séchage. Ces résistances seront d'autant plus grandes que le front de séchage se situe loin de la surface externe du produit. Lorsqu'il ne subsiste plus que de l'eau liée, la seconde phase de ralentissement commence. Le séchage est terminé lorsque le solide a atteint sa teneur en eau d'équilibre dans les conditions opératoires considérées. Si le matériau est non hygroscopique, cette seconde période n'existe pas : la première zone de décroissance se poursuit jusqu'au terme du séchage.

V.6.8. La durée de séchage

Vue la forme de la courbe de séchage (Figure V.12), le temps de séchage doit être déterminé séparément pour les trois phases de séchage. La première phase est très rapide et parfois inexistante donc la durée de séchage est donnée par la phase de séchage à vitesse constante et à vitesse décroissante.

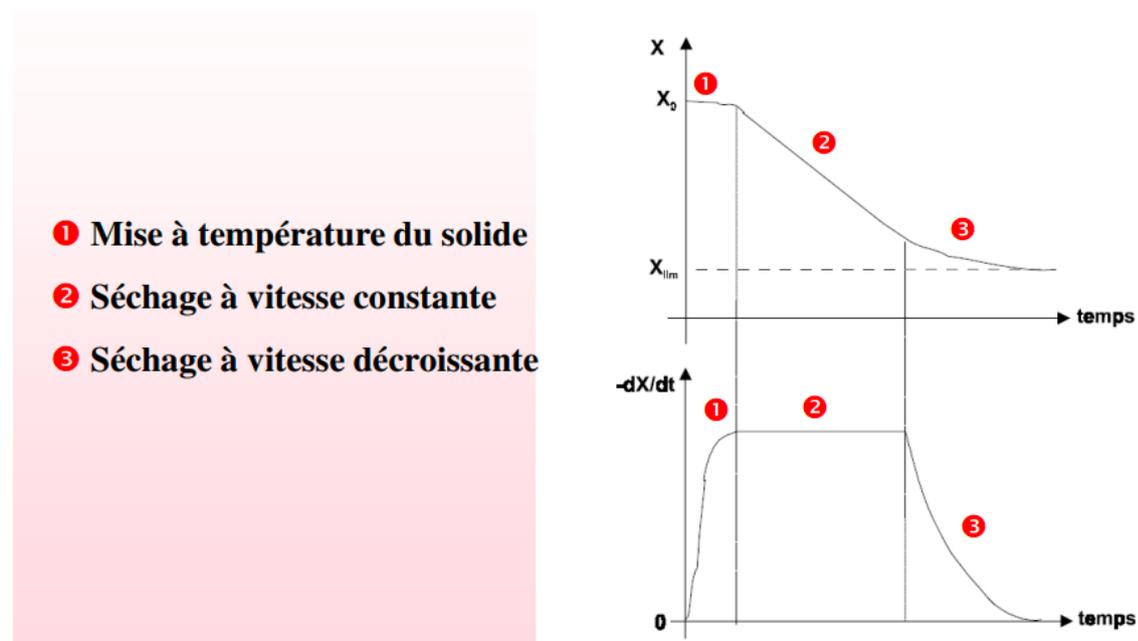


Figure V.12 : Détermination de la durée de séchage

V.8.8.1. Calcul de la durée de séchage pour la période à flux d'évaporation constant (t_1)

$$\text{La vitesse de séchage : } v = - \frac{dX}{dt} = k$$

Où X est la teneur en eau du matériau ($\text{kg}_{\text{eau}}/\text{kg}$ de matière sèche)

$$v = \frac{X_0 - X_{CR}}{t_0 - t_1} = -k$$

$$\frac{X_0 - X_{CR}}{t_0 - t_1} = -k$$

$$\frac{X_0 - X_{CR}}{t_1} = k$$

$t_1 = \frac{1}{k} (X_0 - X_{CR})$ par unité de masse

où X_{CR} est la teneur en eau critique du matériau

Considérant le bilan pour une masse de matériau sèche m_s

La durée $t_1 = \frac{m_s}{k} (X_0 - X_{CR})$

V.8.8.2. Calcul de la durée de séchage pour la période à flux d'évaporation ralenti (t_2)

$$V = -\frac{dX_s}{dt} = f(X)$$

$$\int_0^{t_f} dt = -\int_{X_{CR}}^{X_f} \frac{dX_s}{f(X)}$$

Si $f(X)$ peut être assimilée à une droite de la forme $aX + b$

✓ détermination des constantes a et b

À l'équilibre, la vitesse de séchage est nulle $\frac{dX}{dt} = 0$ et $X = X_{eq}$

$$\text{À } X = X_{CR} \quad v = -\frac{dX}{dt} = k$$

La résolution du système d'équations précédent donne :

$$a = \frac{k}{X_{CR} - X_{eq}} \quad \text{et} \quad b = -\frac{k}{X_{CR} - X_{eq}} X_{eq}$$

En remplaçant dans l'expression de la vitesse

$$-\frac{dX}{dt} = \frac{k}{X_{CR} - X_{eq}} X - \frac{k}{X_{CR} - X_{eq}} X_{eq}$$

$$-\frac{dX}{dt} = \frac{k}{X_{CR} - X_{eq}} (X - X_{eq}) = f'(X)$$

Calculons l'intégrale précédente :

$$\int_0^{t_f} dt = -\int_{X_{CR}}^{X_f} \frac{dX_s}{aX + b}$$

$$\int_0^{t_f} dt = -\int_{X_{CR}}^{X_f} \frac{dX}{\frac{k}{X_{CR} - X_{eq}} (X - X_{eq})} = -\frac{1}{k} (X_{CR} - X_{eq}) \int_{X_{CR}}^{X_f} \frac{dX}{X - X_{eq}}$$

$$t_2 = \frac{1}{k} (X_{CR} - X_{eq}) \ln(X - X_{eq})$$

$$t_2 = \frac{1}{k} (X_{CR} - X_{eq}) \ln\left(\frac{X_{CR} - X_{eq}}{X_f - X_{eq}}\right) \quad \text{durée par unité de masse de matière sèche}$$

Donc pour une masse de matière sèche m_s

$$t_2 = \frac{m_s}{k} (X_{cr} - X_{eq}) \ln\left(\frac{X_{cr} - X_{eq}}{X_f - X_{eq}}\right)$$

La durée globale de l'opération de séchage est :

$$t = t_1 + t_2$$

$$t = \frac{m_s}{k} (X_0 - X_{CR}) + \frac{mm_s}{k} (X_{CR} - X_{eq}) \ln\left(\frac{X_{CR} - X_{eq}}{X_f - X_{eq}}\right)$$

$$t = \frac{m_s}{k} \left[(X_0 - X_{CR}) + (X_{CR} - X_{eq}) \ln\left(\frac{X_{CR} - X_{eq}}{X_f - X_{eq}}\right) \right]$$

V.8.9. Influence des caractéristiques de l'air sur la cinétique de séchage

V.8.9.1. Influence de la température de l'air

La température de l'air asséchant influe considérablement sur la vitesse de séchage. Cette influence est due à l'apport de chaleur au produit, apport qui croît avec la température de l'air. Plus la température de l'air est grande, plus la chaleur cédée au produit est grande et donc l'élimination de l'humidité du matériau est grande. La température utilisée doit être fixée en dessous de celle qui peut altérer la qualité du produit séché.

V.8.9.2. Influence de la vitesse de l'air

La vitesse de l'air influe effectivement sur la cinétique de séchage surtout au début de l'opération. Cependant, pour des produits dont la cinétique de séchage est contrôlée par le transport interne de l'eau, l'influence de la vitesse de séchage de l'air devient très faible.

V.8.9.3. Influence de l'humidité de l'air

La teneur en eau de l'air joue un rôle important sur le comportement des cinétiques de séchage de certains produits. Il semble que cette influence est plus importante au début de séchage et diminue lorsque la température de l'air augmente

V.8.10. Bilan Matière d'un Séchoir fonctionnant à courants-croisés

Etablissons le bilan matière du séchoir représenté ci-dessous (Figure V.13)

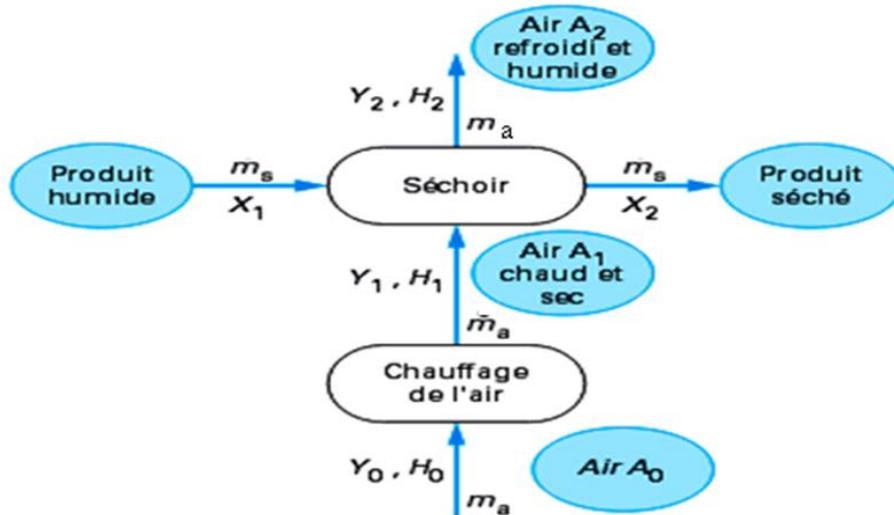


Figure V.13. Séchoir fonctionnant à courants croisés

Les bilans s'écrivent sur la base de la matière sèche et de l'air sec.

- **Bilan de matière sur le produit à sécher**

Le matériau humide entre dans le séchoir avec une masse (m_1) et une humidité (X_1) ; il ressort avec une masse plus faible (m_2) et une humidité résiduelle (X_2). La masse d'eau éliminée est m_{eau} et la masse du matériau complètement sec est m_s , on peut écrire :

$$m_{eau} = m_1 - m_2 = m_s (X_1 - X_2) \tag{1}$$

- **Bilan sur l'air de séchage**

De même pour l'air ; si on considère que le débit de l'air humide à l'entrée et à la sortie du système sont respectivement m_{a1} et m_{a2} ; Y_1 et Y_2 , l'humidité absolue de l'air à l'entrée et à la sortie du système respectivement, on peut écrire :

$$m_{a2} = m_{a1} + m_{eau} \quad \text{donc} \quad m_{eau} = m_{a2} - m_{a1}$$

Appelons m_a le débit de l'air sec, le bilan précédent s'écrira donc :

$$m_{eau} = m_a (Y_2 - Y_1) \tag{2}$$

Des équations (1) et (2), il en sort que l'eau cédée par le matériau est reçue par l'air; le débit d'eau s'écrit alors :

$$m_{eau} = m_a (Y_2 - Y_0) = m_s (X_1 - X_2)$$

- m_a : masse de l'air sec, Y_0, Y_1, Y_2 représente l'air de séchage à l'entrée, à la sortie du réchauffeur et à la sortie du séchoir
- m_s ; masse du produit sec; X_1 et X_2 représentent la teneur en humidité du produit à l'entrée et à la sortie du séchoir.

Étant donné que l'humidité de l'agent de séchage est le même à l'entrée et à la sortie du réchauffeur, on a $Y_1 = Y_0$. Il s'ensuit que le débit du liquide à éliminer est :

$$m_{eau} = m_a (Y_2 - Y_1) = m_s (X_1 - X_2)$$

Bilan thermique sur l'air circulant dans le séchoir

Ce qui entre = Ce qui sort

$$m_a H_0 + Q = m_a H_1 = m_a H_2$$

avec :

- ✓ Q : la quantité de chaleur nécessaire pour le chauffage de l'agent de séchage (l'air)
- ✓ $m_a H_0$: le flux de chaleur apporté par le gaz à l'entrée dans le réchauffeur.

H_1 et H_2 sont égaux si on considère que le séchage se fait de **manière isenthalpique**;

La quantité de chaleur Q nécessaire pour le chauffage de l'agent de séchage est égale à ;

$$Q = m_a (H_1 - H_0) = m_a (H_2 - H_0)$$

Pour obtenir l'élimination de 1 kg de vapeur d'eau, on doit fournir un flux de chaleur :

$$q = \frac{Q}{m_{eau}} = \frac{m_a}{m_{eau}} (H_2 - H_0)$$

d'où

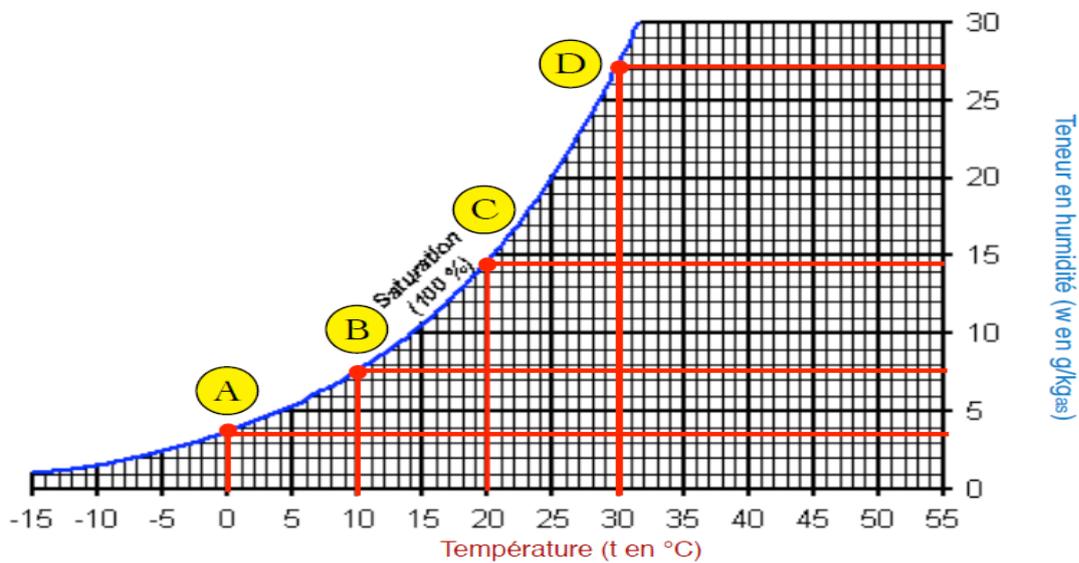
$$q = \frac{(H_2 - H_0)}{(Y_2 - Y_1)}$$

ANNEXES

Corrigé de l'exemple 1

Les teneurs en humidité à la saturation pour l'air sont :

- à 0 °C : 3,8 g/kg (point A du diagramme)
- à 10 °C : 7,8 g/kg (point B du diagramme)
- à 20 °C : 14,8 g/kg (point C du diagramme)
- à 30 °C : 27,2 g/kg (point D du diagramme)



Corrigé de l'exemple 2

- 1- sa teneur en humidité est de 7,2 g/kgas environ: **Point A**
- 2- sa teneur en humidité est de 10,5 g/kgas environ: **Point B**
- 3- environ 8,9 g/kgas : **Point C**
- 4- l'hygrométrie ϕ est de 50%

