

Freins et leviers de l'intégration des technologies micro-ondes dans les procédés de synthèse chimique à l'échelle industrielle

Par Dr. Marilena RADOIU
Microwave Technologies Consulting

La transition vers des technologies chimiques plus durables nécessite de proposer des solutions aux problématiques environnementales dans la filière chimie industrielle. Dans cet article, nous présentons la technologie micro-ondes, une technologie de chauffage qui, si elle est correctement appliquée dès l'échelle laboratoire et jusqu'à l'échelle industrielle, peut viser à améliorer la consommation d'énergie, le temps de traitement et l'empreinte environnementale des procédés chimiques. Notre objectif est de présenter aux scientifiques et aux industriels (les utilisateurs finaux) les freins et les leviers que recouvre l'intégration de la technologie micro-ondes, ainsi que certains des aspects pratiques associés au traitement industriel utilisant cette technologie afin d'en avoir une meilleure compréhension et de permettre son extrapolation à l'échelle industrielle.

Introduction

Le siècle dernier a clairement démontré l'impact de la technologie sur la société. Actuellement, l'industrie poursuit ses recherches pour accroître ses performances et avoir des coûts encore plus compétitifs. Pour réaliser ces objectifs, développer de nouvelles technologies et méthodes de production devient une nécessité.

Les technologies chimiques sont également confrontées à de nombreux enjeux tenant à leur transition vers plus de durabilité. En plus des performances et des exigences de qualité actuelles et futures dans le domaine des matériaux et des méthodes de traitement, l'industrie prend en compte les risques liés à la santé, à la sécurité et à l'environnement qui sont inhérents à ces procédés. En termes d'environnement, le secteur chimique contribue notamment à la pollution, au changement climatique, à la perte de biodiversité et à la raréfaction des ressources. Ainsi, la conception de molécules et de bioproduits chimiques doit désormais s'inscrire impérativement dans une démarche d'écoconception visant à considérer les problématiques environnementales et à apporter des solutions pertinentes dès la conception du produit afin de mettre en œuvre de meilleures pratiques au cours des différentes étapes de sa fabrication. La forme et la direction du développement technologique doivent tenir compte du fait que ces étapes dépendent de manière critique du transfert d'énergie dans

la réaction chimique pour pouvoir offrir un produit final offrant les plus hauts niveaux de performance et de fiabilité.

Les procédés de transformation par chauffage sont au cœur de cet article, à la fois pour les impacts environnementaux négatifs qu'ils génèrent (les consommations d'énergie et d'eau, la génération de déchets, les pertes, etc.) et pour leur fonction intrinsèque de transformation de matières premières brutes en produits ou intermédiaires réactionnels qui se traduisent par la valeur ajoutée apportée à la matière première (impact positif).

L'énergie fournie par les micro-ondes (MO) – les ondes électromagnétiques qui se situent dans la gamme des hyperfréquences – est une énergie alternative qui peut remplacer le transfert d'énergie conventionnel – le transfert d'énergie par chaleur *via* conduction ou convection – dans les synthèses chimiques à l'échelle industrielle. Le chauffage MO est basé sur la capacité de certains matériaux (liquides ou solides) à transformer l'énergie électromagnétique en chaleur. Dans le contexte souligné ci-dessus, ce mode de conversion d'énergie *in situ*, soit directement au sein des matériaux sensibles à ces ondes, se révèle très intéressant pour une application dans la chimie de synthèse en phase liquide, solide ou gazeuse, ou pour les traitements apportés aux matériaux (Mingos et Baghurst).

Lors du chauffage par MO, les paramètres à prendre en considération sont liés :

- à l'**échantillon**, par exemple le volume par rapport à la masse à traiter, les produits de départ, les produits intermédiaires et les produits finaux, l'examen des paramètres diélectriques du milieu réactionnel et leur dépendance en température, le point d'ébullition, la viscosité, la profondeur de pénétration ou encore la distribution de la température à l'intérieur de l'échantillon,
- et à l'**équipement**, par exemple la fréquence MO, le système de transfert de l'énergie MO, la puissance nominale de tout composant MO constituant l'équipement, la sélection du réacteur (volume, forme et nature) adapté à la fois au traitement recourant aux MO et à la synthèse chimique souhaitée ainsi que la valeur du champ électrique à l'intérieur du réacteur, le type de générateur MO (pulsé/CW⁽¹⁾), la puissance MO générée et celle absorbée, l'applicateur MO monomode ou multimode, le contrôle de la température et la durée de l'opération.

Les essais sur l'influence des MO dans une réaction chimique ne peuvent avoir un sens que si l'étude R&D prend en compte, ou s'efforce de prendre en compte, tous les paramètres ou tout au moins le maximum de paramètres cités *supra*.

Freins aux procédés d'extrapolation à l'échelle industrielle

L'énergie MO est extrêmement efficace pour le chauffage sélectif des matériaux car, si elle est correctement appliquée, aucune énergie n'est gaspillée lors du « chauffage en masse » de l'échantillon. Les procédés de chauffage par MO font actuellement l'objet d'études dans un certain nombre de domaines où les avantages de cette énergie ont conduit à des économies significatives en termes de consommation d'énergie, de temps de traitement et de réduction forte de l'empreinte environnementale. Cependant, en dehors d'applications hautement spécialisées telles que l'extraction de la biomasse dans l'industrie cosmétique ou pharmaceutique (Radoiu, 2017), les applications en matière de chauffage par MO ont connu une faible commercialisation dans le domaine de la chimie de synthèse. Il y a à cela plusieurs raisons, nous allons voir les plus importantes.

Faible développement des procédés de chauffage par MO et manque de connaissances en ce qui concerne la conception des équipements de chauffage par MO

En raison des prix élevés des réacteurs micro-ondes dédiés, les chimistes préfèrent toujours recourir au four MO domestique pour effectuer des réactions. Trop souvent, le chimiste ne s'intéresse pas à ce qu'il y a à l'intérieur de la « boîte noire » et le paramètre le plus surveillé est la température, voire la pression, sans l'associer à la puissance MO, à l'énergie MO absorbée et à la densité de puissance MO générée par l'équipement et transmise au mélange réactionnel.

Tout cela conduit à des résultats non reproductibles, à des effets magiques, à des cinétiques différentes..., qui sont très difficiles à extrapoler à l'échelle industrielle, ce qui n'incite donc pas les industriels à investir.

Mauvaise utilisation des MO en laboratoire de R&D en raison d'une connaissance insuffisante de la technologie et des équipements associés

L'extrapolation à l'échelle industrielle d'un procédé chimique englobe plusieurs aspects de la chimie, du génie chimique et de la mécanique des fluides. Les problèmes de cinétique, de thermodynamique et d'hydrodynamique affectent non seulement le choix visant à obtenir le meilleur type de réacteur, mais également la conception et le régime de fonctionnement de ce dernier. En rajoutant la technologie MO, nous devons également prendre en compte les MO (c'est-à-dire les ondes électromagnétiques), les propriétés diélectriques du mélange réactionnel qui dépendent de la température ainsi que de la cinétique de réaction (en général, les produits formés lors de la réaction chimique ont des propriétés totalement différentes de celles du mélange réactionnel initial), la densité de puissance, les arcs à l'intérieur du réacteur, etc.

Comprendre de quelle manière les MO peuvent améliorer la réaction chimique nécessite une bonne connaissance non seulement des principes fondamentaux des MO et de leur interaction avec la matière, mais aussi des avantages pratiques et des limites des équipements disponibles. Comprendre les avantages et les inconvénients de l'énergie MO est très important pour décider quand et où les MO peuvent remplacer d'autres sources d'énergie. Les principes sous-jacents et les facteurs déterminant le succès de l'extrapolation à l'échelle industrielle de la technologie MO ne sont pas bien connus des chercheurs et de l'industrie : la fréquence, la puissance et la profondeur de pénétration des MO ne sont que quelques-uns de ces facteurs.

Le développement de processus sûrs, robustes et évolutifs demande une collaboration étroite entre les chercheurs, les équipementiers et les industriels. Cependant, la réalité du terrain ainsi que les publications révèlent, qu'à quelques exceptions près, les chercheurs comme les équipementiers MO ne parviennent pas à mettre ce principe en pratique.

Les équipements vendus par certains fabricants MO s'avèrent non adaptés aux applications chimiques

La plupart des réacteurs MO dédiés aux chimistes sont fabriqués par des équipementiers utilisant des techniques de « cuisson micro-ondes ». Ces réacteurs sont plus chers, équipés d'écrans tactiles et d'interfaces conviviales offrant différents degrés de sophistication en ce qui concerne le contrôle des procédés, les bases de données, les caractéristiques de sécurité, et même en termes de *design*. Cependant, les conditions opératoires sont la plupart du temps mal définies : on parle en général de la puissance MO fournie par le générateur, de la durée d'expérimentation, mais pratiquement jamais de la puissance absorbée par l'échantillon (la différence entre la puissance MO

(1) Continuous wave = onde continue.

fournie par le générateur et celle non absorbée, et donc réfléchi, par l'échantillon), des échanges thermiques, du champ électrique mesuré ou calculé à l'intérieur de l'échantillon – les MO ne sont qu'une méthode de chauffage pour obtenir des réactions rapides par rapport à une énergie d'activation élevée.

La plupart des équipements de laboratoire dédiés aux MO sont construits à l'aide de magnétrons de très haute puissance, alors que les chercheurs utilisent ces équipements pour traiter de très petits échantillons. En général, cette combinaison conduit à de fortes densités de puissance MO, qui ne sont pas extrapolables dans les réacteurs industriels. Comme il n'y a pas de possibilités de suivre et de contrôler les paramètres de réaction *versus* temps, il est très souvent proposé de travailler dans un réacteur sous pression, car les solvants et/ou les réactifs peuvent être chauffés à des températures supérieures à leur point d'ébullition.

D'une manière générale, les fabricants d'équipements MO de laboratoire ne sont pas les mêmes que les fabricants d'équipements MO industriels. Cela entrave également la faisabilité de leur mise à l'échelle. De plus, en raison de la taille et du prix de l'équipement, la fréquence 2,45 GHz est celle utilisée pour l'équipement de laboratoires dédiés, tandis que l'équipement industriel est plus susceptible d'utiliser la fréquence 915 MHz.

Quant aux industriels, les deux inconvénients importants du chauffage par MO qu'ils mettent le plus souvent en avant pour justifier leur décision de ne pas y recourir, sont :

- sa faible profondeur de pénétration, en particulier en raison de la fréquence MO utilisée, soit 2 450 MHz (fréquence du four MO domestique). Cependant, il existe de nombreuses bandes de fréquences distinctes qui ont été attribuées pour une utilisation industrielle, scientifique et médicale (ISM). Comme le montre le tableau ci-contre, les principales fréquences MO d'intérêt pour l'industrie correspondent à une fréquence centrale de 915 MHz aux États-Unis, de 896 MHz au Royaume-Uni, de 922 MHz en Australie et en Nouvelle Zélande et de 2 450 MHz pour l'ensemble des autres pays. Ces fréquences sont celles d'équipements qui peuvent être facilement achetés (Radio, 2020).
- le coût élevé de l'équipement (CAPEX⁽²⁾) et la durée de vie relativement brève (~ 1 an) des magnétrons contribuent à un OPEX⁽³⁾ élevé (Radio, 2017). Pour envisager une extrapolation de la technologie MO dans l'industrie, une analyse plus complexe de ses avantages est nécessaire : les avantages techniques et économiques ainsi que ceux spécifiques aux procédés chimiques doivent être analysés dans leur globalité. Les fabricants d'équipements MO ont un rôle important à jouer dans la mise en œuvre de cette technologie, car ils sont le principal point de liaison entre la recherche et les utilisateurs finaux. Ils doivent mettre à la disposition de l'utilisateur des

informations suffisamment détaillées sur l'équipement et dispenser la formation technique nécessaire pour permettre un fonctionnement correct et sûr de celui-ci. D'autre part, l'utilisateur, que ce soit un laboratoire ou un industriel, doit manifester un intérêt suffisant pour pouvoir comprendre les spécificités de l'équipement (pour que ce ne soit pas pour lui « une boîte noire » !) et les limites de la technologie pour s'assurer de résultats reproductibles et scientifiquement solides, dès l'échelle laboratoire et jusqu'à l'échelle industrielle.

Pour obtenir les meilleures performances possibles lors du chauffage MO et permettre au moins une étude de faisabilité, les aspects essentiels sont les suivants :

- avoir une bonne connaissance de l'équipement MO pour faire un choix optimal ;
- bien appréhender le produit et les résultats à atteindre par rapport aux bonnes pratiques d'ingénierie ;
- bien connaître les paramètres économiques.

Bande de fréquences	Fréquence centrale	Longueur d'onde dans l'air	Régions du monde couvertes ^a
433,05 – 434,79 MHz	433,92 MHz	0,69 m	R1
902 – 928 MHz	915 MHz ^{b,c}	0,33 m	R2 + quelques exceptions
2 400 – 2 500 MHz	2 450 MHz ^d	0,12 m	R1, R2, R3
5 725 – 5 875 MHz	5 800 MHz	0,05 m	R1, R2, R3

Bandes des fréquences MO allouées par l'ITU (International Telecommunications Union) pour des applications ISM (Industrial, Scientific and Medical), avec des générateurs à magnétron.

a - R1 – Europe, Afrique, Russie (Sibérie) et Mongolie, Moyen-Orient (à l'exception de l'Iran) ; R2 – Amériques du Sud et du Nord ; R3 – Pays restants.

b - Royaume-Uni : 896 MHz ; Australie et Nouvelle Zélande : 922 MHz.

c - Appelée bande L.

d - Appelée bande S.

Leviers pour une extrapolation des procédés à l'échelle industrielle

Il a été très souvent souligné que l'efficacité énergétique est un paramètre à prendre en compte dans la transition vers des procédés industriels plus durables. D'un point de vue scientifique, l'efficacité énergétique est définie comme le rapport entre l'énergie utile et la consommation totale d'énergie. Cependant, les procédés assistés par MO ne reposent pas uniquement sur les avantages d'une consommation d'énergie réduite (Van Reusel). L'efficacité énergétique est un autre point de contrôle lorsque d'autres paramètres ont déjà orienté en faveur du choix de l'électricité. L'intérêt réel de cette transition vers les technologies MO est la productivité, c'est-à-dire le rapport entre la production réalisée et les facteurs de production mis en œuvre. Les principaux avantages du traitement par MO comprennent le gain de temps, l'augmentation du rendement et l'amélioration de l'empreinte environnementale du procédé chimique. Les procédés dans lesquels un certain nombre de ces avantages sont évidents peuvent être

(2) CAPEX = capital expenditure (dépenses d'investissement dédiées à l'achat d'équipements professionnels).

(3) OPEX = operating expenses (dépenses d'exploitation, charges supportées par une entreprise pour les besoins de son activité).

considérés comme des méthodes alternatives pour la transition vers un développement durable.

Par rapport aux techniques de chauffage conventionnelles, les autres avantages du chauffage par MO sont :

- des vitesses de chauffage plus élevées et des temps de production plus courts donnant la possibilité de passer du traitement statique au traitement en flux continu ;
- l'augmentation de la température du milieu réactionnel peut être lente ou rapide, selon la réaction chimique envisagée ;
- absence de contact direct entre la source MO et le matériau chauffé ;
- un chauffage sélectif peut être obtenu ;
- un meilleur contrôle des paramètres de la réaction chimique ;
- une réduction de la taille de l'équipement et de son empreinte au sol ;
- une conception modulaire et, de fait, flexible de la ligne de production ;
- le chauffage MO peut être utilisé de manière autonome ou en synergie avec d'autres techniques de chauffage (voir la figure ci-contre) ;
- des installations MO plus respectueuses de l'environnement du fait d'une diminution des déchets et des pertes de production : ces installations ne produisent pas de poussières, d'odeur, de bruit, de gaz résiduels, de vibrations ou d'augmentation de la température ambiante.

Conclusions

Alors que la fabrication industrielle atteint de nouveaux sommets, l'industrie chimique doit adopter des mesures rigoureuses et robustes pour minimiser les risques liés à son activité et éviter les défaillances dans sa production.

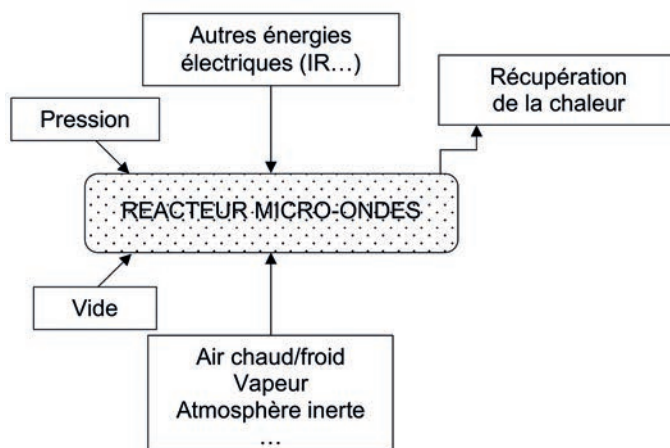
Il est nécessaire d'explorer de nouvelles générations de réacteurs en mettant l'accent sur des conceptions dédiées qui assurent la contrôlabilité et la surveillance des conditions de réaction. Par ailleurs, les questions de changement d'échelle dans l'utilisation de la technologie MO sont actuellement peu traitées dans le domaine de l'industrie chimique, alors qu'elles en sont un point crucial. Souvent, les solutions sont développées et testées à petite échelle, avant d'être comparées à des solutions optimisées à grande échelle. Cela induit nécessairement un décalage dans les résultats obtenus, et les comparaisons deviennent laborieuses dans ces conditions.

En général, les installations MO industrielles ne sont pas proposées en tant que systèmes standard. Un certain nombre de variables affectent le réacteur MO et son échelle : l'intensité du champ électrique, la densité de puissance MO et la température du mélange chauffé sont les plus importants. En conséquence, le développement des équipements par rapport aux installations MO doit être étudié individuellement pour chaque système afin de bénéficier des avantages souhaités : la performance de l'équipement est décidée sur la base d'une spécification technique établie entre l'utilisateur final, qui indique la capacité de production souhaitée, le nombre des postes et des heures de travail, la température requise et l'évolution

de celle-ci au sein du produit, etc., et l'équipementier, qui propose la fréquence MO, la puissance MO, la conception du réacteur, etc.

La possibilité de remplacer les réacteurs en *batch* (en statique) par des réacteurs en flux continu augmente considérablement l'efficacité et le contrôle du procédé chimique, menant à des économies de matières premières ainsi que d'énergie, réduisant la production de déchets, et augmentant le rendement, la qualité et la sécurité de la production.

De plus, la synthèse chimique par MO effectuée en flux continu est un bon exemple d'intensification de procédés, le flux continu permettant un contrôle très précis de tous les paramètres et un meilleur transfert d'énergie et de masse. En outre, les réacteurs fonctionnant en flux continu peuvent être facilement développés à l'échelle industrielle par l'installation de plusieurs réacteurs en série ou en parallèle, ce qui permet de raccourcir le temps de développement de leur production à l'échelle industrielle.



Compatibilité et synergie des micro-ondes avec d'autres méthodes de traitement (Radoiu, 2020).

Bibliographie

- MINGOS D. M. P. & BAGHURST D. R. (1997), "Applications of Microwave dielectric heating effects to synthetic problems in chemistry", in KINGSTON H. M. (Skip) & HASWELL S. J. (Eds.), *Microwave-Enhanced Chemistry. Fundamentals, Sample Preparation and Applications*, American Chemical Society, Washington, DC, pp. 3-54.
- RADIOIU M. (2017), "Industrial microwave reactors: components and set up", in CRAVOTTO G. & CARNAROGLIO D. (Eds.), *Microwave chemistry*, Walter de Gruyter GmbH, Berlin/Boston, pp. 65-90.
- RADIOIU M. (2020), "Microwave drying process scale-up", *Chemical Engineering & Processing: Process Intensification* 155, 108088, doi: 10.1016/j.cep.2020.108088
- VAN REUSEL K. (2010), "Context and technology bound motives for the use of electricity in industrial thermal processes. From 'electroheat' to 'electromagnetic processing of materials'", Dissertation for the degree of Doctor of Engineering, Katholieke Universiteit Leuven, ISBN 978-94-6018-260-0, pp. 149-165.