

Jean-Christophe MONBALIU ⁽¹⁾, François COLLIGNON ⁽²⁾

⁽¹⁾ Center for Integrated Technology and Organic Synthesis ,
CITOS, University of Liège.
www.citos.ulg.ac.be, jc.monbaliu@ulg.ac.be

⁽²⁾ Certech - Centre de Ressources Technologiques en Chimie, Seneffe.
www.certech.be, francois.collignon@certech.be

L'intensification des procédés chimiques – une approche radicale



Figure 1 : David contre Goliath. Plus petit, mais plus fort. L'intensification des procédés booste les réactions chimiques, tout en utilisant un équipement à faible empreinte.

1. Un renouveau en phase avec son époque

Produire plus et plus rapidement, mais à moindre coût et avec un impact environnemental réduit. Telles sont les contraintes qui pèsent aujourd'hui sur l'industrie chimique et qui ont abouti à une remise en question du procédé industriel tel que défini depuis des décennies.

L'intensification des procédés (IP) est une approche multidisciplinaire, relativement récente dans l'industrie chimique, qui se penche sur l'amélioration à la fois des procédés de fabrication et des réactions chimiques associées.

C. Ramshaw [1], un des pionniers du concept, décrit l'IP comme « une diminution de volume des réacteurs d'au moins un facteur 100 », une définition un peu restrictive, mais qui a le mérite de frapper l'imagination (Figure 1). La réduction significative de la taille des réacteurs réintroduit par ailleurs un concept que tout monde pensait disparu : celui d'une production compacte, mobile et localisable à volonté, à proximité de l'offre ou de la demande. Les plus critiques verront vite que ce concept ne peut en essence que fonctionner avec des réactions très rapides (de l'ordre de la seconde), pour lesquelles la diminution du volume des réacteurs est compensée par une cinétique intrinsèque rapide. Mais qu'en est-il alors pour la très grande majorité des réactions chimiques qui requièrent plusieurs heures, voire plusieurs jours pour atteindre des conversions industriellement exploitables ? Un premier élément de réponse réside dans l'utilisation de conditions extrêmes de température, de pression et de concentration, et doit ses origines au développement des techniques de synthèse assistées par micro-onde [2, 3, 4]. Il est en effet souvent possible de réduire un temps de réaction de plusieurs heures sous conditions classiques à quelques secondes ou minutes dans des conditions extrêmes, pourvu que le mélange réactionnel n'y soit soumis que pendant une durée très courte pour éviter toute réaction secondaire ou décomposition. Ces concepts sont souvent repris dans la littérature scientifique sous le nom de chimie « flash », « conditions réactionnelles intensifiées » ou encore « nouvelles fenêtres réactionnelles » [3]. Un second élément de réponse réside dans le constat suivant : un grand nombre de réactions est limité par les per-

formances des réacteurs en termes d'efficacité de mélange et d'échange thermique.

L'intensification des procédés en quatre mots :

- **Maximiser** l'efficacité des réactions au niveau moléculaire
- **Optimiser** les forces motrices et les phénomènes de transfert (masse et chaleur)
- **Uniformiser** les conditions réactionnelles pour chaque entité réactive
- **Simplifier** les procédés par de l'équipement multifonctionnel intégré et en favorisant les synergies

Il va de soi que l'intensification des procédés implique une approche radicalement opposée aux procédés traditionnels. Pour commencer, de nombreux développements technologiques sont nécessaires pour y parvenir. Sont requis des équipements à la fois capables (a) de gérer rapidement les échanges de chaleur, (b) de mélanger les réactifs et/ou de séparer les produits dans des temps très courts et avec grande efficacité, (c) de supporter des conditions de température et de pression élevées et (d) de fonctionner en continu avec des débits rapides pour compenser la perte de volume réactionnel. Mais le changement ne se situe pas uniquement au niveau technologique ; l'intensification des procédés requiert également une refonte des procédés chimiques et une approche de la réaction en accord avec les principes de la chimie verte (économie d'atomes, nouveaux catalyseurs plus sélectifs, nouveaux protocoles moins gourmands, solvants alternatifs plus respectueux de l'environnement, sources alternatives d'énergies, etc.). Cette approche exploitant la chimie durable, permet de diminuer la consommation de matières premières, de solvants, d'énergie et a donc un impact favorable sur la production de déchets et les risques liés à l'industrie chimique. Et enfin, comme dernier changement à envisager, il faut également repenser

le procédé dans son entièreté afin d'y maximiser les synergies entre étapes élémentaires, simplifier les auxiliaires, favoriser une utilisation très rationnelle des équipements et éliminer les redondances.

Voilà donc quelle sera l'usine de demain : une usine simplifiée mais versatile, compacte mais capable de satisfaire une demande grandissante, moins polluante et mieux intégrée à une proximité grandissante avec le public. Une usine durable et intensifiée, donc. Le défi est de taille, mais l'Europe est en marche depuis quelques années. Des initiatives européennes passées telles que SYNFLOW, COPIRIDE et F³-Factory en attestent, et les nouvelles lignes directrices pour l'Horizon 2020 (H2020) ne font que renforcer les développements en faveur de l'intensification des procédés.

Les projets SYNFLOW, COPIRIDE et F³-Factory sont (ont été) des projets financés par l'UE dans le cadre de l'utilisation des microréacteurs et de l'intensification des procédés pour l'industrie pharmaceutique.

SYNFLOW = Innovative Synthesis in Continuous-Flow Processes for Sustainable Chemical Production;

site web: <http://www.synflow.eu/>

COPIRIDE = Combining Process Intensification-driven Manufacture of Microstructured Reactors and Process Design regarding to Industrial Dimensions and Environment;

site web: <http://www.copiride.eu/>

F³-Factory = Flexible, Fast, Future Factory;

site web: <http://www.f3factory.com/>

2. La chimie en continu

L'intensification des procédés s'est trouvée l'outil technologique idéal au travers de la technologie des réacteurs micro- et mésofluidiques (RMF) [3, 4]. Ces réacteurs se différencient des traditionnels réacteurs « batch » essentiellement par leur taille (volume interne) et leur mode de fonctionnement en continu, ce qui leur confère des propriétés uniques et en font des partenaires de choix pour l'intensification des procédés [3, 4]. Et pourtant, il aura fallu près de 10 ans pour que cette technologie gagne

progressivement ses lettres de noblesse. D'abord quasi-exclusivement utilisée dans le milieu académique, la technologie des réacteurs micro- et mésofluidiques a fini par percer dans le monde industriel [4]. Cette technologie était déjà tellement prometteuse dans ses balbutiements qu'elle a été désignée comme étant l'une des plus importantes « technologies émergentes pour le futur » par le prestigieux Massachusetts Institute of Technology (MIT) en 2001. De nombreuses alliances stratégiques entre des centres de recherche ou universités, des équipementiers et des industriels, telles que le MIT et Novartis, Corning et Sanofi, Chemtrix et DSM, attestent de cette brillante percée.

Réacteurs micro- et mésofluidiques: quelques notions clés

- Un **volume interne** de l'ordre du μL (microréacteur) ou du mL (mésoréacteur), défini au sein d'un matériel microstructuré
- Une **efficacité** redoutable pour les phénomènes de transfert (masse et de chaleur)
- **Compacts**, mais capables de produire, à la demande, du μg à la tonne
- Le caractère continu confère une **homogénéité de production** et supprime le problème de la variabilité commun aux réacteurs « batch »
- Complètement **intégrables** et **modulaires**
- **Risque industriel** drastiquement **réduit**

Dans le volume confiné d'un RMF, les phénomènes de transferts sont remarquablement efficaces et rapides : les mélanges réactionnels et les échanges de chaleur se font beaucoup plus rapidement que dans les macroréacteurs « batch » traditionnels. Les molécules qui transitent dans ces espaces confinés sont donc soumises à des conditions réactionnelles contrôlées au niveau local, voire même moléculaire, pendant des temps de réaction courts. En résultent une sélectivité accrue, moins de réactions secondaires, et des rendements plus élevés. Si au début de leur développement, les RMFs ont surtout été vus comme des outils d'analyse réactionnelle et d'étude pour des réactions très rapides (du domaine de la

seconde), la possibilité de les utiliser en combinaison avec des conditions opérationnelles de température et de pression extrêmes a rapidement changé la donne : les réactions les plus lentes peuvent également bénéficier de la technologie des RMFs [3, 5]. Malgré leurs faibles volumes internes, le caractère continu du procédé en RMF et des stratégies de production en parallèle (c-à-d plusieurs RMFs identiques alimentés en parallèle et opérant sous les mêmes conditions) permettent d'atteindre des productivités exploitables industriellement (Figure 2).

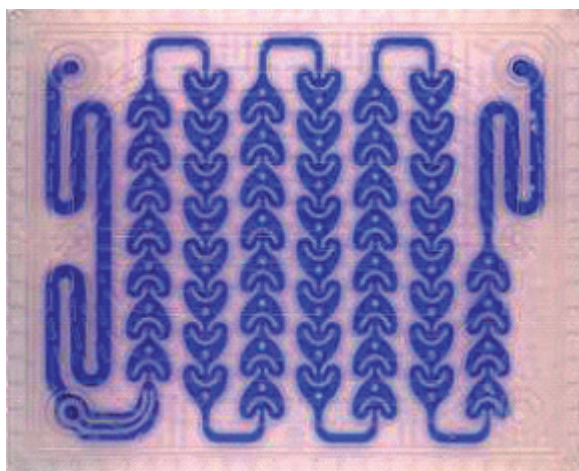


Figure 2 : Detail d'un réacteur millifluidique (Corning® Advanced-Flow™ Glass Reactor Gen I). Ce module en verre de spécialité, de dimension ~ 12x15 cm, présente des canaux spécialement conçus pour un mélange optimal et rapide. Malgré des canaux d'un diamètre inférieur à 1000 µm, ce RMF peut transformer jusqu'à 4,32 x 10⁵ litres de matière par jour.

Un corollaire lié à leur faible volume interne est la diminution drastique du risque inhérent à toute transformation chimique : par seconde, très peu de réactifs sont engagés dans le réacteur par rapport à un réacteur batch aux capacités volumiques similaires ; les conséquences d'un éventuel incident seraient donc très significativement réduites. Enfin, cette réduction significative de la taille des réacteurs – bien au-delà de la définition de C. Ramshaw [1], permet de concevoir des usines mobiles, moins gourmandes, à l'empreinte écologique excessivement réduite et avec des coûts d'exploitation et de maintenance faibles [5]. Il faut souligner également que l'un des principaux avantages de l'utilisation des RMFs réside en une intégration aisée des étapes élémentaires (souvent discontinues en batch), telles que des séquences de réaction, d'extraction, d'analyse en ligne et de formulation.

C'est dans ce contexte que Certech, centre de recherche Wallon spécialisé dans l'intensification des procédés, et CiTOS, centre de recherche de l'Université de Liège spécialisé dans les procédés de synthèse en continu dans des RMFs, ont entamé une collaboration dans le domaine de l'intensification des procédés de conversion de la biomasse dans des réacteurs en continu. Cette initiative, totalement unique en Wallonie, a pour ambition de créer à court terme les compétences et les outils nécessaires pour positionner la Wallonie en tant qu'acteur incontournable de l'intensification des procédés et de la valorisation de la biomasse en Europe. Cette collaboration est étendue à d'autres partenaires dans le cadre de la future programmation FEDER 2014-2020 [6] et du dépôt d'un portefeuille de projets («Intense4chem») axé sur cette thématique et s'inscrivant à l'interface de diverses disciplines telles que la chimie, les procédés, la microfluidique, la catalyse, les matériaux, la microfabrication.

Références

- [1] D. Reay, C. Ramshaw, A. Harvey, *Process Intensification: Engineering for Efficiency, Sustainability and Flexibility*, Elsevier, 2013 (ISBN 978-0-08-098304-2).
- [2] T. N. Glasnov, C. O. Kappe, *The microwave-to-flow paradigm: translating high-temperature batch microwave chemistry to scalable continuous-flow processes*, *Chemistry: a European Journal*, **2011**, 17, pp. 11956-11968.
- [3] V. Hessel, D. Kralisch, N. Kockmann, T. Noël, Q. Wang, *Novel process windows for enabling, accelerating, and uplifting flow chemistry*, *ChemSusChem*, **2013**, Vol. 6, pp. 746-749.
- [4] K. S. Elvira, X. Casadevall i Solvas, R. C. R. Wootton, A. J. deMello, *The past, present and potential for microfluidic reactor technology in chemical synthesis*, *Nature Chemistry*, **2013**, Vol. 5, pp 905-915.
- [5] S. G. Newman, K. F. Jensen, *The role of flow in green chemistry and engineering*, *Green Chemistry*, **2013**, Vol. 15, pp. 1456-1472.
- [6] <http://europe.wallonie.be/>