

# De la mesure au modèle cinétique : Application à un procédé de cristallisation en batch

## Contexte

- ▶ La cristallisation est une étape courante dans l'industrie pour la séparation, la purification et la mise en forme des produits
- ▶ Procédé difficile à contrôler et à optimiser par manque de suivi en temps réel des paramètres clés de l'opération
- ▶ Ce projet apporte des outils analytiques et numériques pour mieux suivre le procédé de cristallisation.

## Dispositif expérimental multi-instrumenté

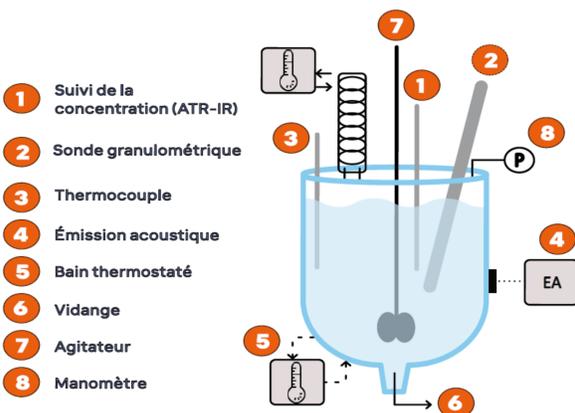
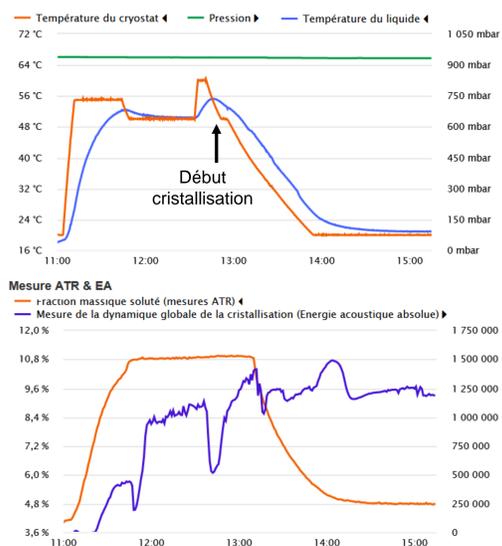


Schéma du cristalliseur instrumenté au Centre SPIN (Laboratoire LGF)

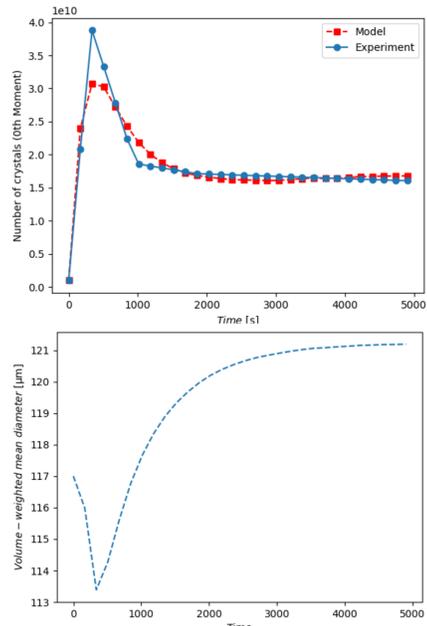
- ▶ **Caractéristiques du dispositif :** Volume de solution/suspension à environ 2,5 L, cristallisation par refroidissement en paroi ; à pression atmosphérique ou sous vide
- ▶ **Méthodes analytiques pour l'acquisition des données :**
  - Spectroscopie ATR-FTIR
  - Sonde FBRM (Réflectance à faisceau focalisé)
  - Thermocouples et manomètre
- ▶ **Capteurs innovants pour la cristallisation :**
  - Capteurs d'émission acoustique
- ▶ Transfert automatique des données vers la plate-forme OIAnalytics (OPTIMISTIK) pour un suivi à distance en temps réel.

## Expérimentation



- ▶ **Système modèle:** cristallisation d'acide adipique dans l'eau
- ▶ Cristallisation ensemencée
- ▶ **Capteurs pour le suivi des paramètres clés de la cristallisation :**
  - Spectroscopie ATR-FTIR : Fraction massique du soluté dissous
  - Températures du cristalliseur et double enveloppe
  - Sonde FBRM : Distributions de longueur de corde
  - Suivi de la progression de l'opération par émission acoustique (fonction de la taille et du nombre de cristaux).

## Modélisation (par bilan de population)



- ▶ Modélisation de la cristallisation ensemencée par bilan de masse, d'énergie et de population
- ▶ **Cinétiques modélisées:**
  - Nucléation :  $B = k_B(S - 1)^b$
  - Croissance :  $G = \frac{\Phi_s}{3\rho_c\Phi_v} k_G(c - c^{eq})^g$
  - Agglomération :  $R_{agg} = f(m_j) \quad j = 0..9$

$$\text{Ex. : } R_{agg}(m_0) = -\beta_{agg} \frac{m_0^2}{2}$$

- ▶ **Méthode de résolution du bilan de population :** Méthode standard des moments (SMOM)
- ▶ Ajustement des paramètres cinétiques par le nombre de cristaux (expérimental) en fonction du temps
- ▶ Données de sortie du modèle : taille moyenne des cristaux, masse des cristaux, cinétiques de cristallisation, etc.

## Perspectives

- ▶ Extension du modèle développé à d'autres cas d'application industrielle.

### Parties prenantes



Une école de l'IMT

### Auteurs

Roger DE SOUZA LIMA  
Phuong CAO  
Maxime LECLUSE  
Eric SERRIS  
Ana CAMEIRAO

### Partenaires



### Nomenclature

B : Vitesse de nucléation  
 $k_B$  : Constante de nucléation  
 S : Sursaturation  
 B : Constante de nucléation  
 G : Vitesse de croissance  
 $\Phi_s$  : Facteur de forme en surface  
 $\Phi_v$  : Facteur de forme en volume  
 $\rho_c$  : Fraction volumique du cristal  
 $k_G$  : Constante de croissance  
 c : concentration en soluté dissous  
 $c_{eq}$  : concentration soluté à l'équilibre  
 g : Constante de croissance  
 $m_j$  : Moment d'ordre « j »

Contact :  
 roger.de-souza-lima@emse.fr