

Étude expérimentale du séchage par convection et par infrarouge d'un sulfate de fer hydrique

Patrick SALAGNAC*, Patrick GLOUANNEC, Nadine ALLANIC

Laboratoire d'Etudes Thermiques, Energétiques et Environnement
Université de Bretagne Sud
B.P. 92116, 56321 Lorient Cedex

* (auteur correspondant : patrick.salagnac@univ-ubs.fr)

Résumé - Cette étude décrit le séchage combiné d'une poudre de sulfate de fer heptahydrate. L'objectif est de réduire la fraction d'eau libre afin d'obtenir une perte de 20% de la masse initiale. Les expérimentations sont réalisées sur un produit déposé en couches minces (0,5, 1 et 2 millimètres). La surface supérieure est soumise à de la convection forcée et à un éclairage infrarouge issu d'émetteurs de type industriel. Les résultats obtenus montrent l'intérêt d'utiliser le rayonnement infrarouge pour réduire la quantité d'eau dans le produit dans un temps relativement court et la nécessité de moduler cet apport infrarouge en fonction de l'épaisseur.

Nomenclature

a_w	activité de l'eau	t	temps, s
F_m	flux masse évaporé, $g.s^{-1}.m^{-2}$	T	température, $^{\circ}C$
H_r	humidité relative, %	v	vitesse, $m.s^{-1}$
L	épaisseur, m	W_{bs}	teneur en eau en base sèche, $kg.kg^{-1}$
m	masse, g	<i>Indices</i>	
P	éclairage, $W.m^{-2}$	IR	infrarouge
S	surface d'échange, m^2		

1. Introduction

Le sulfate de fer ($FeSO_4$) est un matériau métallique utilisé dans beaucoup d'applications. Il est notamment très employé comme produit de référence dans l'évaluation sensorielle de la nourriture. Par ailleurs, à cause de sa haute compatibilité biologique, le sulfate de fer sert de complément alimentaire pour compenser les déficits en fer dans la nourriture et les suppléments diététiques [1]. Il est aussi communément utilisé comme oligoélément dans l'industrie agroalimentaire en tant que pesticide ou comme matière première dans l'industrie des colorants...

Dans la littérature, il existe très peu d'informations disponibles concernant les cinétiques de séchage du sulfate de fer. Les besoins en énergie pour la déshydratation de ce produit, permettant de réduire la masse et donc les coûts de transport, peuvent être conséquents. Le sulfate de fer (sous forme de poudre) peut contenir jusqu'à 63% d'eau libre et liée.

L'objectif de l'étude est de définir la sollicitation thermique à appliquer afin d'obtenir une perte de masse de 20% du produit disposé en couche mince sur un tapis transporteur. Cette opération de séchage doit être effectuée le plus rapidement possible sans atteindre la température de fusion du matériau ($64^{\circ}C$) et doit permettre d'évacuer de l'eau chimiquement liée.

L'extraction d'eau d'un matériau nécessite un apport d'énergie important. L'exploitation des technologies infrarouges (IR) s'avère particulièrement intéressante [2]-[8]. Ce mode de chauffage permet un transfert d'énergie direct et élevé au produit par rapport à des modes de

séchage plus classiques tels que la convection. On peut ainsi bien contrôler la température du produit et obtenir un bon rendement énergétique à condition de bien dimensionner les sources.

Afin de déterminer les conditions optimales de séchage, nous avons développé un pilote expérimental. Ce dernier peut fonctionner à l'aide de différentes sources d'énergie : air chaud, et/ou rayonnement infrarouge. Ce pilote est instrumenté afin d'obtenir l'évolution de la température et de la teneur en eau moyenne du produit durant le séchage. Les études expérimentales réalisées sont décrites. Les transferts de masse et de chaleur entre le produit et l'environnement sont analysés. Les cinétiques obtenues avec différents paramètres de fonctionnement (température, vitesse, épaisseur, éclairage IR...) sont présentées et analysées.

2. Présentation de l'expérimentation

Le produit utilisé dans cette étude est du sulfate de fer heptahydrate ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) [9]-[10]. La taille moyenne des cristaux est de 300 μm . Ce matériau facilement soluble dans l'eau a une température de fusion de 64°C. A 90°C, il perd de l'eau chimiquement liée et se transforme en monohydrate.

Initialement, le produit étudié a une teneur en eau moyenne de 0,63. Cette teneur en eau correspond à une activité (a_w) de 0,8 (figure 1). Les conductivités thermiques des matériaux humide et sec mesurées par la méthode du fil chaud sont respectivement de 0,210 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (pour une teneur en eau de 0,63) et 0,145 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

Des expériences de séchage ont été réalisées avec le pilote décrit sur la figure 2. Le produit est étalé dans un creuset de forme rectangulaire en acier de surface $12 \times 14 \text{ cm}^2$ positionné horizontalement sous les émetteurs infrarouges.

Diverses adaptations ont été nécessaires afin de remplir des conditions unidimensionnelles de transfert de chaleur et de masse. Les essais ont été effectués avec une épaisseur maximum de produit de 2 millimètres (L'épaisseur imposant la masse initiale du produit). La face supérieure du sulfate de fer est soumise à une circulation d'air et à un éclairage infrarouge.

La source infrarouge est une cassette équipée de trois émetteurs d'infrarouge court d'une puissance unitaire de 1 kW. La puissance de la cassette est modulée par un thyristor travaillant en angle de phase et commandée par un signal analogique (0-10V). L'inertie des émetteurs, quelques secondes pour un émetteur infrarouge court, est considérée comme négligeable. La circulation d'air est appliquée tangentiellement à la surface de l'échantillon. Un ventilateur ayant une vitesse d'air maximum de 6,5 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ assure cette circulation. Une résistance électrique placée après le ventilateur peut chauffer l'air jusqu'à 65°C.

Le creuset contenant le produit est placé sur une balance ayant une précision de 0,1 g. La température de surface du produit est mesurée à l'aide d'un pyromètre optique. Des thermocouples de type K mesurent la température du fond du creuset et de l'air de soufflage. La vitesse d'air à la surface du matériau et l'humidité de l'air ambiante sont mesurées respectivement par un anémomètre et un hygromètre. L'éclairage reçu par le produit est évalué à l'aide d'un fluxmètre développé au laboratoire [11].

3. Résultats et discussion

Des essais de séchage ont été réalisés avec trois épaisseurs de produit (0,5, 1 et 2 mm) pour différents modes de fonctionnement.

3.1. Présentation des essais

La figure 3 présente le séchage convectif de 1 mm de produit, ce qui correspond à une masse initiale de 31,4 g. Lors de cet essai la température de l'air en surface du produit était imposée à 61°C avec une vitesse de 3,5 m.s⁻¹.

Après une première montée, la température de surface du produit semble se stabiliser entre 1500 s et 3500 s. Puis, on observe une nouvelle augmentation jusqu'à 52°C. Ce palier est lié à l'activité de l'eau. Comme le montre la figure 1 celle-ci reste sensiblement constante à 0,55 jusqu'à une teneur en eau de 0,05. La figure 6 donne l'évolution de la vitesse de séchage déterminée par :

$$F_m = -\frac{1}{S} \frac{dm}{dt}$$

Sur les figures 3 et 6, on visualise les différentes phases d'un séchage. Tout d'abord, une montée en température du produit qui se traduit par une augmentation du débit masse d'eau évaporée. On atteint ainsi une vitesse de séchage de l'ordre de 0,15 g.s⁻¹.m⁻² avant une décroissance. La dernière période est caractérisée par une diminution du débit masse évaporé. Dans ces conditions thermiques, on atteint une perte de 20% de la masse au bout d'environ 2694 s.

Le second essai présenté a été réalisé avec la même épaisseur de produit mais en combinant l'air chaud et l'infrarouge. Dans ce cas, la température de l'air est abaissée à 37°C et un faible éclairement infrarouge (800 W.m⁻²) est appliqué. On aboutit à une montée en température plus rapide lors de la première phase ce qui se traduit par une vitesse de séchage légèrement supérieure. En fin de séchage, la température de surface se stabilise à un niveau similaire au cas convectif (figure 4). La vitesse de séchage tend vers 0,2 g.s⁻¹.m⁻² avant de décroître rapidement (figure 6). La perte en masse souhaitée est obtenue en 2300 s.

L'objectif de l'étude étant de s'affranchir d'un chauffage de l'air, différents essais ont été réalisés avec uniquement un apport d'énergie par infrarouge. La figure 5 présente le résultat obtenu toujours pour 1 mm de produit et un éclairement infrarouge de 1,8 kW.m⁻². On obtient dans ce cas une montée en température beaucoup plus rapide avec un gradient de température d'environ 10°C dans le matériau. Par rapport aux essais précédents, la vitesse maximale de séchage a plus que doublé (figure 6) et au bout de 960 s le produit a perdu 20% de sa masse.

3.2. Analyse de l'influence de différents paramètres

La figure 6 permet de comparer les évolutions du flux masse d'eau évaporé pour l'ensemble des essais effectués avec une épaisseur de 1 mm. Ces tracés montrent que la vitesse maximale de séchage augmente avec l'éclairement infrarouge et qu'il est possible d'obtenir des valeurs importantes sans un chauffage de l'air. Dans ce cas, le flux masse décroît rapidement du fait du séchage superficiel du produit ce qui peut conduire à des gradients de teneur en eau importants dans le matériau.

Les différents tests réalisés ont montré que le niveau d'éclairement maximum à appliquer au produit en continu ne devait pas dépasser 3 kW.m⁻² afin de rester en dessous de la température de fusion (64°C).

Comme le montre la figure 7, l'augmentation de la vitesse d'air permet d'obtenir une vitesse de séchage plus grande et induit une diminution de la température de surface. Le

second aspect est intéressant car il montre qu'en utilisant une vitesse d'air relativement élevée, on peut rester en dessous de la température de fusion même avec un fort éclairage.

Par ailleurs, l'exploitation d'un éclairage infrarouge important en particulier pour une couche épaisse génère un phénomène de croûtage qui se traduit par un séchage uniquement superficiel. Ce phénomène conduit bien sûr à une augmentation plus importante de la température de surface.

Industriellement pour résoudre ce problème, il est nécessaire de travailler avec une épaisseur faible de matériau ou d'appliquer d'une façon intermittente le rayonnement infrarouge afin d'avoir une homogénéisation de la teneur en eau dans l'ensemble du produit.

Sur la figure 8 nous donnons les temps de séchage (perte de 20% de la masse) obtenus pour les différents tests réalisés avec une vitesse d'air de $6,5 \text{ m.s}^{-1}$. Les résultats avec un éclairage infrarouge nul ($P_{\text{IR}} = 0 \text{ kW.m}^{-2}$) correspondent aux essais réalisés en convection.

L'utilisation d'un faible éclairage infrarouge conduit à une forte augmentation du temps de séchage surtout lorsque l'épaisseur du produit augmente. Si on ne prend pas en compte le gradient de teneur en eau dans le produit, il est peu intéressant d'utiliser un faible niveau d'éclairage pour une couche épaisse. Pour un éclairage infrarouge de $2,8 \text{ kW.m}^{-2}$, la quantité d'eau évaporée est multipliée par quatre pour un temps de séchage sensiblement équivalent (500 s pour 2,5 g et 700 s pour 10 g). En utilisant un « fort » éclairage, on aboutit à des temps de séchage relativement proches pour les trois épaisseurs.

Par ailleurs, on constate que pour 0,5 mm de produit un éclairage infrarouge de $1,8 \text{ kW.m}^{-2}$ est suffisant. Le temps de séchage (environ 550 s) ne diminue pas pour un éclairage plus fort. On peut également indiquer que l'utilisation d'une vitesse d'air de $3,5 \text{ m.s}^{-1}$ conduit à des temps de séchage similaires.

4. Conclusion

L'objectif de cette étude était de quantifier l'impact des conditions aérauliques et radiative sur le séchage de sulfate de fer. Il s'agissait en particulier de définir les sollicitations thermiques permettant d'obtenir une perte de masse de 20% en un temps minimum.

Des cinétiques de séchage ont été établies en faisant varier la vitesse d'air, la température d'air et l'éclairage infrarouge. On a ainsi montré la forte incidence du chauffage infrarouge sur le comportement thermique et hydrique du produit.

L'infrarouge, qui ici est un mode de chauffage de surface, permet des apports d'énergie immédiats et importants au produit et permet d'optimiser ce procédé notamment en réduisant les temps de séchage et le coût énergétique par rapport à l'utilisation d'un séchage purement convectif.

Une puissance infrarouge élevée permet d'augmenter considérablement la perte de masse dans un temps court. Mais cela peut impliquer des gradients importants de teneur en eau dans le produit et la formation d'une croûte sur la surface de celui-ci, qui empêche la migration de l'eau. Le séchage à basse puissance infrarouge donne une meilleure homogénéité du produit mais les temps de séchage augmentent.

Références

- [1] N. Martínez-Navarrete, M.M. Camacho, J. Martínez-Lahuerta, J. Martínez-Monzó, and P. Fito, Iron deficiency and iron fortified foods - a review, *Food Research Int.*, 35, 2-3, (2002), 225-231.

- [2] A.C. Metaxas, Foundations of Electroheat, Wiley, Chichester (1996).
- [3] K.J. Chua, S.K. Chou, A.S. Mujumbar, J.C. Ho, C.K. Hon, Radiant-convective drying of osmotic treated agro-products: effect on drying kinetics and product quality, *Food Cont.*, (2004), 145-158.
- [4] K.J. Chua, A.S. Mujumdar, S.K. Chou, Intermittent drying of bioproducts – an overview, *Bioresource Technology*, (2003), 90, 285-295.
- [5] H. Umesh Hebbar, K.H. Vishwanathan, M.N. Ramesh, Development of combined infrared and hot air dryer for vegetables, *Journal of Food Engineering*, (2004), 65-4, 557-563.
- [6] R. Dhib, A.D. Broadbent, N. Thérien, Modeling and Simulation of the Drying of Thin Sheets in a Continuous Infrared Dryer, *The Canadian Journal of Chem. Eng.*, (1994), 72-5, 894-905.
- [7] P. Salagnac, P. Glouannec, D. Lecharpentier, Numerical modelling of heat and mass transfer in porous medium during combined hot air, infrared and microwaves drying, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, (2004), 47 (19-20), 4479-4489.
- [8] P. Glouannec, D. Lecharpentier, H. Noël, Experimental survey on the combination of radiating infrared and microwave sources for the drying of porous material, *Applied Thermal Engineering*, (2002), 22, 1689-1703.
- [9] M.S.R. Swamy, T.P. Prasad, B.R. Sant, Thermal analysis of ferrous sulphate heptahydrate in air, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, (1979), 15-2, 307-314.
- [10] M.S.R. Swamy, T.P. Prasad, B.R. Sant., Thermal analysis of ferrous sulphate heptahydrate in air, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, (1979), 16-2, 471-478.
- [11] H. Noël, J.P. Ploteau, P. Glouannec, Thermoelectric device for infrared radiation measurements, *8th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science*, VDE Verlag, Berlin, Germany, (2001), 2, 925-930.

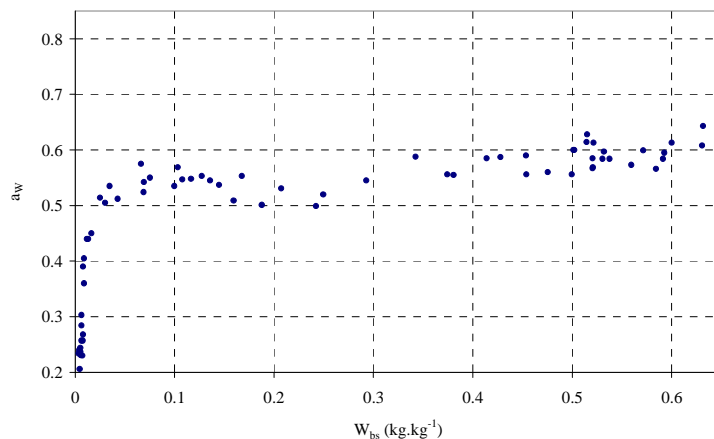


Figure 1 : Evolution de l'activité de l'eau en fonction de la teneur en eau.

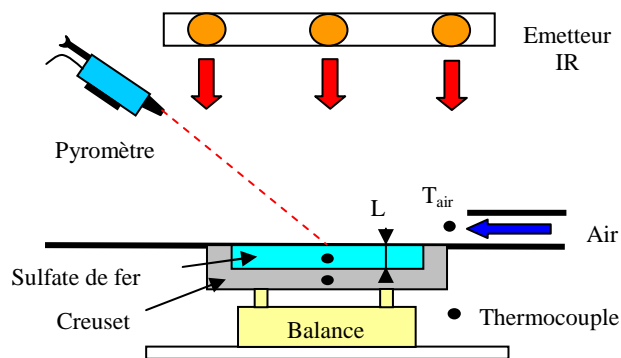


Figure 2 : Descriptif du banc d'essai.

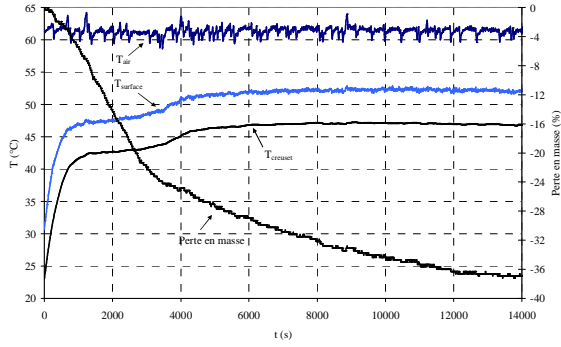


Figure 3 : Evolution de la température et de la perte en masse du produit lors d'un séchage convectif ($L = 1 \text{ mm}$, $T_{\text{air}} = 61^\circ\text{C}$, $v = 3,5 \text{ m.s}^{-1}$, $H_r = 8\%$).

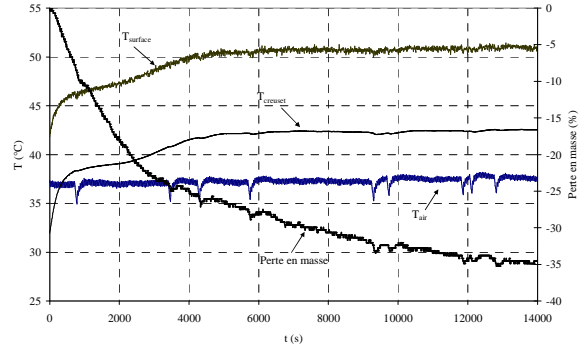


Figure 4 : Evolution de la température et de la perte en masse du produit lors d'un séchage par infrarouge ($L = 1 \text{ mm}$, $P_{\text{IR}} = 800 \text{ W.m}^{-2}$, $T_{\text{air}} = 37^\circ\text{C}$, $v = 6,5 \text{ m.s}^{-1}$, $H_r = 25\%$).

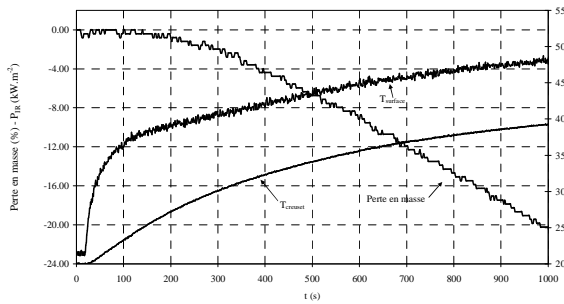


Figure 5 : Evolution de la température et de la perte en masse du produit lors d'un séchage par infrarouge ($L = 1 \text{ mm}$, $P_{\text{IR}} = 1800 \text{ W.m}^{-2}$, $T_{\text{air}} = 20,5^\circ\text{C}$, $v = 6,5 \text{ m.s}^{-1}$, $H_r = 50\%$).

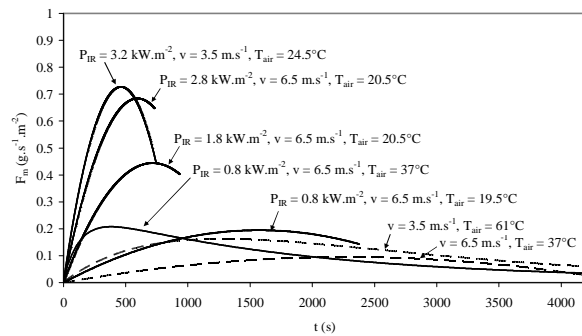


Figure 6 : Evolution du flux masse évaporé pour différents éclairages infrarouges ($L = 1 \text{ mm}$).

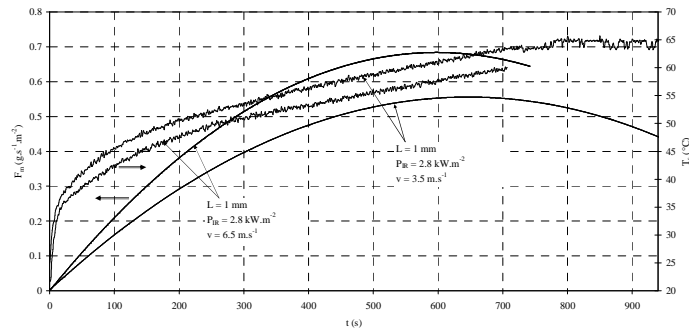


Figure 7 : Flux masse évaporé et température de surface pour différentes vitesses d'air ($L = 1 \text{ mm}$, $P_{\text{IR}} = 2,8 \text{ kW.m}^{-2}$).

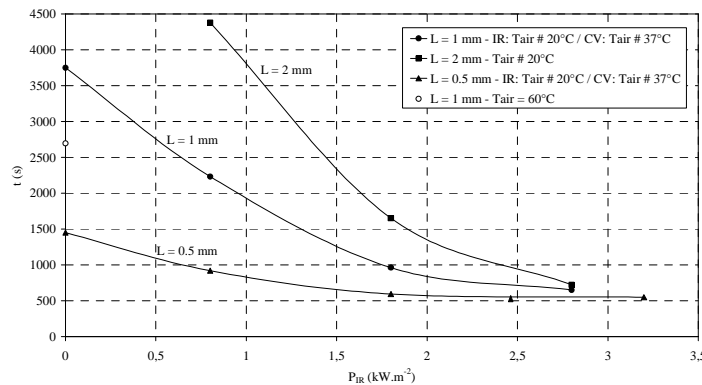


Figure 8 : Evolution du flux masse évaporé pour différentes épaisseurs.