INTENSIFICATION DES PROCÉDÉS L'industrie chimique prépare sa mutation

● Bien que leurs bénéfices soient connus depuis longtemps, les procédés intensifiés peinaient encore à prendre forme dans les procédés de production chimique. Mais le déploiement semble s'accélérer sous l'impulsion de nouvelles politiques et problématiques industrielles.

Depuis longtemps, les procédés intensifiés font l'objet d'un intérêt croissant auprès des industriels avec les avantages qu'ils procurent. En effet, ces technologies promettent une chimie plus sûre, plus propre et moins énergivore. « *Elles utilisent des produits plus concentrés mais en volumes plus réduits par rapport aux systèmes batch tout en augmentant le rendement de production, notamment du fait de la réduction significative d'impuretés. En conséquence, elles reviennent moins cher en diminuant potentiellement le nombre d'étapes au sein d'un procédé et donc d'énergie et de matières à engager. Elles permettent une gestion des transferts thermiques plus aisée et une production moindre d'effluents* », indique Laurent Pichon, directeur des affaires à la Maison européenne des procédés innovants (Mepi). Avant d'ajouter : « *Les réactions mises en jeu dans les systèmes intensifiés sont maitrisées plus facilement au regard des volumes et des quantités de matières engagées* ». Bien que ces bénéfices soient indéniables, les procédés intensifiés connaissent des difficultés à s'imposer dans les usines de production. « *Le marché mondial des procédés innovants s'est révélé depuis la fin des*

PROCESS INTENSIFICATION The chemical industry prepares for a transformation

While their benefits have been known for a long time, intensified processes have still struggled to take hold within chemical production processes. But their deployment appears to be accelerating due to new policies and industrial issues.

For many years intensified processes have been the subject of growing interest among manufacturers because of the benefits they bring. Indeed, these technologies promise chemistry which is safer, cleaner and less energy intensive. "*They use more concentrated products but in smaller volumes compared to batch systems while at the same time increasing production efficiency, notably due to a significant reduction in impurities. Consequently, they are cheaper as they reduce the potential number of steps within a process and therefore the energy and materials they require. They allow for easier management of heat transfer and lower waste production*," says Laurent Pichon, business director at the European House for Innovative Processes (MEPI). He adds: "*The reactions involved in intensified systems are more easily controlled in terms of the volumes and quantities of materials involved.*" While these benefits are undeniable, intensified processes are struggling to establish themselves in production plants. "*The global market for innovative processes has been proven since the late 1990's, but the European market has stagnated since 2000 due to internal competition in Europe*," says Laurent Pichon. This difficulty can be explained by the existence of a pool of batch facilities which are already amortized. "*It is necessary to prove to potential clients the economic and strategic benefits of intensified processes*," says Laurent Pichon. It is one issue amongst others, as demonstrated by Laurent Falk, director of research at Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (Laboratory Reactions and Process Engineering - LGRP) in Nancy: "*These technologies represent a significant cost. Also,*

années 1990, mais le marché européen a stagné depuis 2000 à cause d'une concurrence interne en Europe », indique Laurent Pichon. Cette difficulté peut s'expliquer par l'existence d'un parc d'installations batch qui est déjà amorti. « *Il est nécessaire de prouver aux clients potentiels l'intérêt économique et stratégique des procédés intensifiés* », avoue Laurent Pichon. Une problématique parmi d'autres, comme témoigne Laurent Falk, directeur de recherche au Laboratoire Réactions et génie des procédés (LGRP) de Nancy : « *Ces technologies représentent un coût important. En outre, plusieurs difficultés techniques sont encore à résoudre avant une industrialisation, comme le scale up, l'écoulement des fluides qui est différent selon la nature des matières premières, ou encore le débit faible dû à la taille des canaux. Par conséquent, ce genre de procédés est utilisé davantage à la production de produits à forte valeur ajoutée* ». Cette nécessité d'investissement pour ces procédés innovants va à l'encontre de la politique de réduction de coûts des entreprises, selon Philippe Caze, directeur de Novelia Engineering et ex-employé du groupe Corning spécialisé dans les microréacteurs : « *Il y a dix ans, nous étions dans une phase de technologie push. Le besoin a changé aujourd'hui, les industriels cherchent davantage à réduire les coûts de production. Or ce type de technologie possède un coût caché pour adapter un système batch à une production en continu* ». C'est pour pallier à cette problématique que Novelia Engineering s'est davantage focalisé sur les usines, en proposant des prestations de revamping et d'optimisation d'installations batch via l'intégration de technologies en continu.

Un environnement favorable

Cependant, les procédés intensifiés semblent avoir le vent en poupe, ces derniers temps, notamment sous l'impulsion des politiques environnementales. Selon une étude réalisée par le cabinet lyonnais Yole Développement spécialisé dans les technologies émergentes, le marché des procédés en continu et des technologies de ►

Depuis 2008, la MEPI se propose d'optimiser les procédés en intégrant des technologies intensifiées comme les microréacteurs à plaques.

© MEPI

Since 2008, MEPI has focussed on optimising processes by incorporating intensified technologies such as plate micro-reactors.

several technical challenges are yet to be resolved before industrialisation, such as scaling up, fluid flows which are different depending on the nature of the raw materials, as well as low throughput due to channel size. Therefore, this kind of process is more often used to make products with high added value." This need for investment in these innovative processes goes against policies of reducing business costs, according to Philippe Caze, director of Novélia Engineering and a former employee of the Corning group specialising in micro-reactors: "*Ten years ago, we were in a push technology phase; needs have changed today, as manufacturers are more interested in reducing production costs. Also, this type of technology has a hidden cost in adapting a batch system to continuous production*." To alleviate this problem Novélia Engineering has focused more on plants, by offering services for revamping and optimisation of batch facilities via the integration of continuous production technologies.

A favourable environment

However, intensified processes seem to have the wind in their sails of late, largely due to the influence of environmental policies. According to a study by the Lyon firm Yole Développement specialising in emerging technologies, the market for continuous processes and micro-reaction technology (MRT) has been building in the last five years, and is poised to grow strongly. Indeed, these studies demonstrate that there is currently a transition from unitary modules to micro-reaction modules integrated into entire production or R&D systems. Over the 2007-2012 period, the number of integrated technologies increased by 18% and the overall market for MRT for research and development saw a yearly growth rate of 25%.

In France, industrial and research bodies are very active on the subject of process intensification including MRT. In 2005 the Axelera cluster launched a 15 million euro project over four years named "process intensification". "*This project brings together five bodies (three industrial and two academic), with the involvement throughout the* ►

© MEPI

According to needs, micro-reactors can also be in the form of tubular equipment.

Selon le besoin, les microréacteurs peuvent également se présenter sous la forme d'équipements tubulaires.

► micro-réaction (MRT) s'est structuré, ces cinq dernières années, et s'apprête à se développer fortement. En effet, ces travaux démontrent qu'il y a actuellement une transition des modules unitaires vers des modules de microréaction intégrés dans des systèmes entiers de production ou de R&D. Sur la période 2007-2012, le nombre de ces technologies intégrées s'est accru de 18 % et le marché global des MRT pour la recherche et le développement a connu un taux de croissance annuelle de 25 %.
En France, les industriels et organismes de recherche sont très actifs sur la thématique de l'intensification des procédés, et notamment des MRT. Dès 2005, le pôle Axelera avait lancé un projet de 15 millions d'euros sur quatre ans dénommé « Intensification des procédés ». « *Ce projet réunissant 5 acteurs (3 industriels et 2 académiques), avec l'implication tout au cours du projet de 66 personnes pour le secteur industriel et 15 personnes pour la partie académique, travaillaient sur différents thèmes autour des procédés intensifiés, comme le mélange des réactions, le couplage des fonctions ou encore l'amélioration des catalyseurs de réaction* », détaille Virginie Pevere, directrice du pôle de compétitivité Axelera. Avant d'ajouter : « *Certains axes de recherche du premier projet ont donné suite à d'autres projets plus spécifiques comme le projet Innoval sur l'analyse industrielle en ligne débuté en 2010. Les technologies qui seront issues de ces projets spécifiques pourront servir à d'autres applications* ». Depuis 2008, la MEPI basée à Toulouse (Haute-Garonne) propose des études de faisabilité et d'optimisation à ses clients pour effectuer une transposition d'un système batch à des technologies de réaction en continu intensifiée. « *La Mepi met en relation les équipementiers, les industriels et les technologies* », indique Laurent Pichon. Avant d'ajouter : « *Au départ, les prestations de la Mepi étaient destinées* ►

LE LABORATOIRE DU FUTUR DE RHODIA

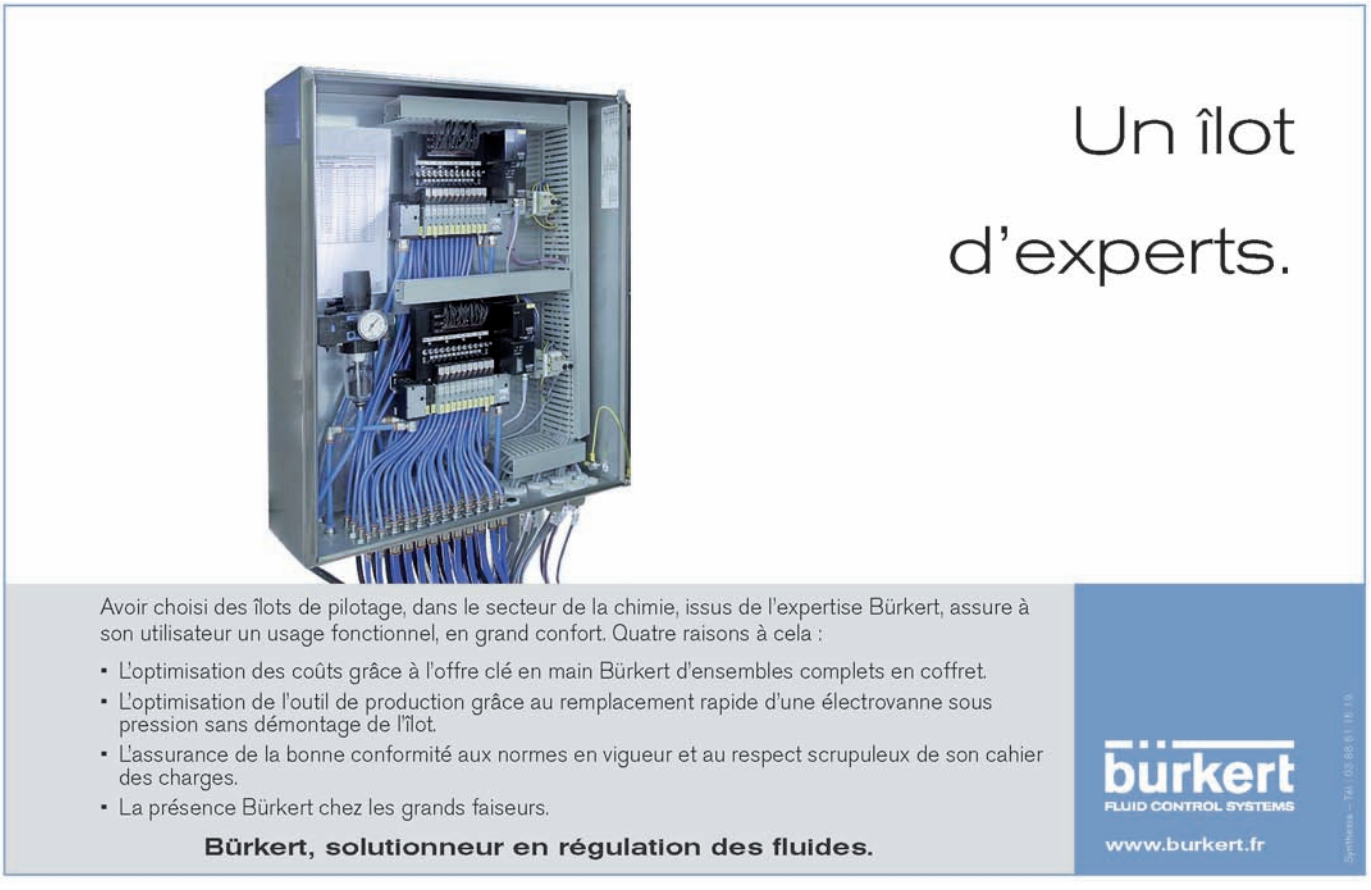
Depuis 2004, le groupe français a créé un laboratoire qui effectue des travaux sur de nouvelles technologies de R&D en chimie, en partenariat avec le CNRS et l'université Bordeaux 1. « *Ce laboratoire réunit un effectif d'environ 60 collaborateurs de neuf nationalités différentes, et provenant d'horizons très différents* » indique Patrick Maestro, directeur du LOF. Avant d'ajouter : « *Le LOF (Laboratory of the future) travaille sur la possibilité d'augmenter la productivité de la R&D en chimie, en conjuguant deux types d'outils : la microfluidique et la robotique. Et cela vise à mettre au point des technologies incrémentales et de rupture en amont des technologies de microréaction* ». La robotique va ainsi accélérer la sélection d'ingrédients pour la formulation de détergents, solvants, ou peintures et d'effectuer un screening plus rapide des compositions. « *Par exemple, la productivité de la mise au point d'un détergent pourra être multipliée par 50 grâce aux technologies de robotique* », affirme Patrick Maestro. En ce qui concerne la microfluidique, le LOF cherche à mettre au point des techniques pour manipuler les fluides à très petite échelle. « *Nous avons mis au point un "laboratoire sur puce", pouvant servir à suivre la réaction d'un mélange concentré en une goutte. Une puce contenant des milliers de gouttes permettraient ainsi d'étudier autant de mélanges réactionnels* », explique Patrick Maestro. Avant de continuer : « *Cela représente un gain de productivité énorme en termes de temps et de résultats* ». Et les travaux de recherche ne manquent pas : le LOF est actuellement engagé sur différents projets avec des clients, notamment autour de la formulation de détergents écologiques, de compositions plus durables pour la cosmétique, et de solvants verts à basse teneur en composés organiques volatils pour l'agrochimie et les peintures.

project of 66 people from the industrial sector and 15 people from the academic part, working on various issues around intensified processes, such as reaction mixtures, function coupling, and the improvement of reaction catalysers," explains Virginie Pevere, director of the Axelera cluster, adding "*Some of the lines of research in the initial project gave rise to other more specific projects such as the Innoval project on in line industrial analysis which began in 2010. Technologies which emerge from these specific projects could be used for other applications*." Since 2008, MEPI, based in Toulouse (Haute-Garonne) has offered feasibility and optimisation studies to its clients in order to perform a transposition from batch reaction to intensified continuous reaction technologies. "*The MEPI brings together suppliers, manufacturers and technologies*," says Laurent Pichon. He adds: "*At first, the benefits of MEPI were aimed more at pharmaceuticals, and then they spread to fine chemicals and specialties. Today, MEPI serves various markets such as PEA (paints, inks and adhesives), aerospace as well as agrochemicals*." In order to meet the demands of its clients, it offers a range of innovative technologies on its own or in partnership with INP Toulouse notably, from micro-reactors with plates for intensified synthesis of products right up to microwave technologies and static mixers. Also in Toulouse, the company Solvionic is working on innovative processes for substituting organic solvents. "*Ionic liquids which are non-flammable would increase yields and the selectivity of a chemical reaction, by reducing five-fold the amount used*," says François Malbosc, the CEO of Solvionic. In addition, the Toulouse-based company conducts research on counter current extraction processes notably for de-pollution and acid catalysis. It also participates in the European Eureka project, which aims to develop a continuous intensified reactor using the microwave activation technique.

For its part, the LGRP is aiming to find a solution in order to rapidly develop an applicable procedure. "*Our vision is less focused on chemistry, but rather on energy and industrial optimisation*," says Laurent Falk, before continuing, "*We are also looking to develop a methodology to allow users to know how to intensify their process. It's based on indicators such as, for example, production yield, the gain in solvent generated, the safety of the process, as well as life cycle analysis*."

At Rhodia, research teams do not focus only on the synthesis reaction of the product itself but also on downstream steps (purification, distillation, etc.). "*We aim to continually improve processes, whether it is through incremental innovation or by breakthrough innovations*," says Jean-Pierre

> Perform a transposition from batch to continuous reaction technologies.



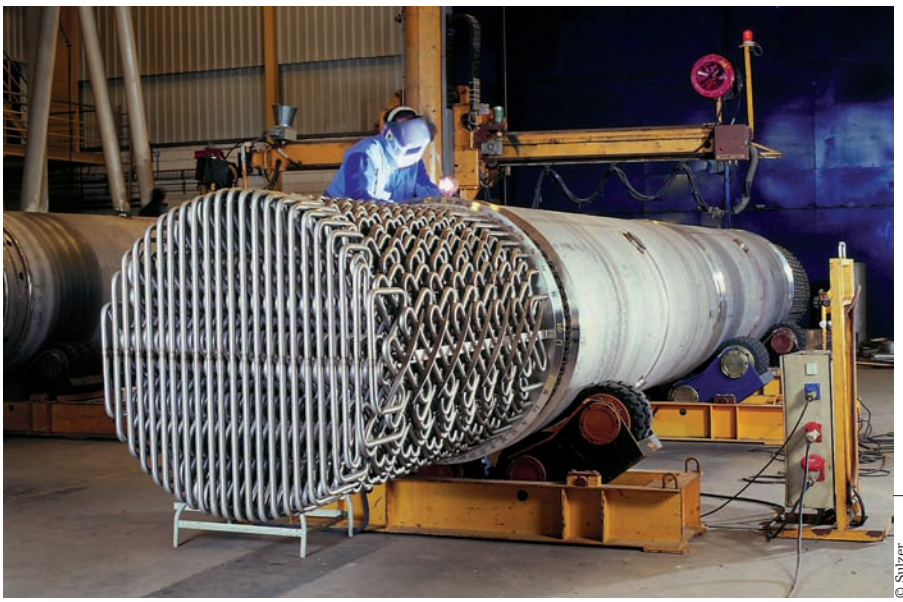
davantage à la pharmacie, puis elles se sont étendues à la chimie fine et celle de spécialités. Aujourd'hui, la Mepi sert des marchés variés comme les PEA (peintures encres et adhésifs), le spatial ou encore l'agrochimie ».

Pour répondre à la demande de ses clients, elle propose une panoplie de technologies innovantes en propre ou en partenariat avec INP Toulouse notamment, allant du microréacteur à plaques pour une synthèse intensifiée de produits jusqu'à des technologies de microondes, ou de mélangeurs statiques. Toujours à Toulouse, la société Solvionic travaille sur des procédés innovants afin de substituer les solvants organiques. « *Les liquides ioniques qui sont ininflammables permettraient d'augmenter le rendement et la sélectivité d'une réaction chimique, en divisant par cinq le volume utilisé* », affirme François Malbosc, p-d-g de Solvionic. En outre, la société toulousaine effectue des travaux sur des procédés de extraction à contre-courant, notamment pour la dépollution et la catalyse acide. Elle participe également à un projet européen Eureka, qui vise notamment à mettre au point un réacteur intensifié en continu utilisant la technique d'activation par microondes.

De son côté, le LGRP cherche à trouver une solution pour développer rapidement un procédé applicable. « *Notre vision est moins tournée vers la chimie mais davantage vers l'énergie et l'optimisation industrielle* », témoigne Laurent Falk. Avant de continuer : « *Nous cherchons également à développer une méthodologie pour permettre à l'utilisateur de savoir comment intensifier son procédé. Elle se base sur des indicateurs comme par exemple, le rendement de production, le gain de solvant engendré, la sécurité du procédé ou encore l'analyse de cycle de vie* ».

Du côté de chez Rhodia, les équipes de recherche ne se concentrent pas seulement sur la réaction de synthèse du produit en elle-même mais également sur les étapes aval (purification, distillation, etc.). « *Nous cherchons à améliorer continuellement les procédés,* ▶

Les mélangeurs statiques constituent également un moyen d'intensifier le procédé.



© Sulzer

Static mixers are also a way of intensifying processes.

▶ Brunelle, director of Innovation Process at Rhodia. He adds: "*The eco-sustainable methods and processes that we are looking to design are an integral part of our strategy for sustainable development and notably aim to reduce operating costs (energy and materials) as well as reducing the capital intensity of our processes, that is to say the cost of investments as well as reducing discharges. In order to achieve this, we are developing new synthetic or catalysis methods and are working on intensification technologies*". In terms of process intensification, the chemist has defined three research areas for its work, as Jean-Pierre Brunelle explains: "*We are seeking to select technologies which reduce the limits of heat or material transfer, reducing the number* ▶

RHODIA'S LABORATORY OF THE FUTURE

Since 2004 the French group has been working on a laboratory which conducts research on new chemical R&D technologies, in partnership with CNRS and the University Bordeaux 1. "*This lab brings together a staff of about 60 people from nine countries, and from very different backgrounds,*" says Patrick Maestro, Director of LOF. He added: "*The LOF (Laboratory of the Future) is working on the possibility of increasing productivity in chemical R&D, combining two types of tools: micro-fluidics and robotics. It aims to develop incremental and breakthrough technologies upstream of micro-reaction technologies.*" Robotics will thus accelerate the selection of ingredients for the formulation of detergents, solvents, and paints and make screening compositions faster. "*For example, the productivity of the development of a detergent could be multiplied by 50 using advanced robotics,*" says Patrick Maestro. And in terms of microfluidics, the LOF seeks to develop techniques for manipulating fluids at a very small scale. "*We have developed a "lab on a chip" that can be used to monitor the reaction of a mixture concentrated in one drop. A chip containing thousands of drops would therefore allow for the study of as many reaction mixtures,*" says Patrick Maestro. He continues: "*This represents a huge gain in productivity in terms of time and results.*" And research works abounds: the LOF is currently engaged in projects with clients, notably concerning the formulation of ecologically friendly detergents, more durable compositions for cosmetics, green solvents with a low content of volatile organic compounds for agrochemicals and paints.

Joined up thinking

Les unités industrielles complexes associent l'ingénierie, le planning, la construction, les opérations et la maintenance.

AVEVA est un leader en solutions logicielles pour la conception et la gestion de l'information de votre usine.

Pour en connaitre davantage sur nos solutions, rendez vous sur notre site internet **www.aveva.com** ou contactez nous sur **sales.se@aveva.com**.

AVEVA

CONTINUAL PROGRESSION

> Pas seulement la réaction mais aussi les étapes aval.

► *que ce soit par des innovations incrémentales ou par des innovations de rupture* », indique Jean-Pierre Brunelle, directeur Innovation Procédé chez Rhodia. Avant d'ajouter : « *Les éco-procédés ou procédés durables que nous cherchons à concevoir entrent pleinement dans notre stratégie de développement durable et visent notamment à réduire les coûts opératoires (énergie et matière) et à diminuer l'intensité capitalistique de nos procédés, c'est-à-dire le coût des investissements ou encore à diminuer les rejets. Pour cela, nous développons de nouvelles voies de synthèse ou de catalyse et travaillons sur des technologies d'intensification* ». Concernant le domaine de l'intensification de procédés, le chimiste a défini trois axes de recherche pour ses travaux, comme le précise Jean-Pierre Brunelle : « *Nous cherchons à sélectionner des technologies réduisant les limitations de transfert de chaleur ou de matière, à réduire le nombre d'étapes nécessaires à une réaction donnée grâce aux technologies hybrides (ndlr : combinant plusieurs fonctions au sein d'un même équipement), et enfin à concevoir des outils de production intensifiés modulaires* ».

D'autres procédés intensifiés à venir

Rhodia étudie deux aspects, comme le détaille Dominique Horbez, expert Procédés et Technologies du groupe : « *Pour augmenter l'efficacité des transferts, et donc la productivité d'une réaction, il est possible soit de travailler sur le ratio surface/volume via des réacteurs à plaques ou tubulaires, soit d'assurer une meilleure efficacité de mélange via des équipements comme des mélangeurs statiques ou intensifs de type Hartridge-Roughton* ». Un autre exemple de simplification d'un procédé est l'utilisation d'une technologie hybride en distillation réactive pour une réaction équilibrée telle qu'une estérification. « *Cette technologie permet ainsi d'utiliser une alimentation stœchiométrique en réactifs, ce qui induit une diminution de la dépense énergétique d'environ 40 %, alors qu'en conditions classiques, le procédé nécessite un recyclage important de réactif. Un autre exemple concerne les colonnes à cloison qui permettent de séparer trois réactifs au sein d'un même équipement de distillation* », affirme Jean-Pierre Brunelle. Avant d'ajouter : « *Le procédé ne se résume pas seulement à la réaction, mais il comprend toutes les étapes aval de séparation et de purification du produit de la réaction. L'essentiel des investissements sont généralement effectués en aval de la réaction elle-même* ». Actuellement, Rhodia travaille sur une dizaine de technologies intensifiées, à des stades plus ou moins avancés. « *Grâce à ce choix de procédés intensifiés, il est aussi possible dans certains cas de générer de nouveaux produits* », souligne Jean-Pierre Brunelle. Les procédés intensifiés commencent à se développer au stade du pilotage en production industrielle. Et cela ne fait donc que commencer. En effet, le projet européen F3 Factory, réunissant un consortium d'industriels et de partenaires académiques va toucher à sa fin dès l'année prochaine. Ce programme de recherche financé à hauteur de 30 millions d'euros sur la période 2009-2013 vise à mettre au point des technologies innovantes de production continues, modulaires et flexibles pour une intensification de procédés dans l'industrie chimique. « *Le projet devrait aboutir à la construction à Leverkusen en Allemagne d'une plateforme appelée Invite permettant de fabriquer plusieurs types de produits (polymères, API, etc.) grâce à des modules de production interchangeables* », précise Laurent Falk (LRGP). ■

Les liquides ioniques peuvent contribuer à améliorer le rendement d'une réaction, en se substituant aux solvants organiques.

Dinhill On

© Solvionic

Ionic liquids can help improve the efficiency of a reaction, by replacing organic solvents.

> of steps required for a given reaction through hybrid technologies (note: combining multiple functions into a single piece of equipment), and finally designing modular intensified production tools." Rhodia is studying two aspects, as explained by Dominique Horbez, Processes and Technologies expert for the group: "*In order to increase transfer efficiency and thus the productivity of a reaction, it is possible to work either on the surface/volume ratio via plate and tubular reactors, or to ensure better mixing efficiency using equipment such as Hartridge-Roughton type static or intensive mixers.*"

Other intensified technologies to come

Another example of the simplification of a process is the use of hybrid technology in reactive distillation to produce a balanced reaction, such as esterification. "*This technology thus allows the use of a stoichiometric feed of reactants, which leads to a decrease in energy expenditure of about 40 %, whereas in conventional conditions the process requires a significant recycling of the reagent. Another example concerns partition columns which can separate three reagents in the same distillation equipment,*" says Jean-Pierre Brunelle. He adds: "*The process not only concerns the reaction, but also includes all downstream stages of separation and purification of the reaction product. Most investments are generally made out downstream of the reaction itself.*" Currently, Rhodia is working on a dozen intensification technologies, at more or less advanced stages.

"*Thanks to this choice of intensified processes, it is also possible in some cases to generate new products,*" says Jean-Pierre Brunelle.

Intensified processes are beginning to be developed at the pilot stage in industrial production. And it has only just begun; indeed, the European project F3 Factory, bringing together a consortium of industrial and academic partners will be coming to an end next year. This research program funded with 30 million euros over the 2009-2013 period aims to develop innovative technologies for continuous, modular and flexible production leading to an intensification of processes in the chemical industry. "*The project should result in the construction in Leverkusen, Germany of a platform named Invite allowing for the production of several types of products (polymers, API, etc.) thanks to interchangeable production modules,*" says Laurent Falk (LRGP). ■

Dinhill On

> «The process not only concerns the reaction, but also includes all downstream stages. » (Jean-Pierre Brunelle)

cnrs
déjouer les frontières

CNRS Formation Entreprises

du 17 au 19 septembre 2012 au MANS (72)	**Introduction à la rhéologie et à la rhéométrie : module viscoélasticité linéaire**
du 1er au 5 octobre 2012 à VILLEURBANNE (69)	**Analyse quantitative de gaz par spectrométrie de masse**
du 8 au 12 octobre 2012 à VILLEURBANNE (69)	**Principes de la spectrométrie de masse et application aux couplages**
du 8 au 10 octobre 2012 à LYON CEDEX 07 (69)	**ICP-MS (niveau 1)**
du 11 au 12 octobre 2012 à LYON CEDEX 07 (69)	**L'analyse isotopique sur ICP-MS (niveau 2)**
le 23 novembre 2012 à GIF SUR YVETTE (91)	**La fiche de données de sécurité : outil de prévention**
du 26 au 28 novembre 2012 à MARSEILLE (13)	**Adsorption : application en caractérisation des matériaux et séparation / stockage des gaz**
Stages à la carte Nous consulter à VILLEURBANNE (69)	**- Spectroscopie d'absorption dans l infrarouge et couplages TGA-IR, microscopie / IR - Spectrométrie de RMN**

Centre de ressources en formation
Un problème de formation particulier ?
N hésitez pas à nous consulter :

Catalogue, programmes et inscriptions :
CNRS Formation Entreprises *Av de la Terrasse Bât 31 91198 Gif sur Yvette Cedex*
*Tél : **01 69 82 44 55** Fax : **01 69 82 44 89** **http://cnrsformation.cnrs-gif.fr***