

La dessiccation ou le séchage
– UE XI: Pharmacotechnie et Pharmacie Galénique –

Pas d'index en fin d'heure

Semaine : n°15 (du 4/01/16 au 8/01/16) Date : 04/01/2016	Heure : de 9h à 10h	Professeur : Pr. Gayot
Binôme : n°50	Correcteur : n°55	
Remarques du professeur <ul style="list-style-type: none">• Ne pas hésiter à consulter la Pharmacopée		

PLAN DU COURS

I. Définition

II. Objectifs

III. Les différents types d'eau dans la matière solide

A) *L'eau de constitution ou de cristallisation*

B) *L'eau d'adsorption*

C) *L'eau libre*

IV. Processus et théories

A) *Techniques par volatilisation*

B) *Techniques par absorption*

I. Définition

Le terme dessiccation vient du verbe latin « siccare » qui veut dire « sécher »

C'est une opération ayant pour but la diminution de la teneur en eau d'un produit en général par évaporation (passage de l'eau de l'état liquide à l'état vapeur).

On fait la distinction entre :

- Concentration: évaporation partielle
- Dessiccation : évaporation plus poussée

II. Objectifs

Il y a plusieurs intérêts à la dessiccation :

- Améliorer la conservation des produits car l'eau est un des principaux facteurs d'altération, elle favorise
 - Le développement microbien
 - La dégradation par réaction enzymatique

Exemple : les gélules d'acide acétylsalicylique contiennent de la gélatine qui est une substance hygroscopique, en présence d'eau la gélatine capte l'eau et l'acide acétylsalicylique s'hydrolyse en acide salicylique et acide acétique.

- C'est une opération préliminaire à la pulvérisation, au broyage,...

- Préparer des formes concentrées en PA (par concentration)

Exemples: les extraits (secs ou mous) sont préparés à partir des plantes pour avoir un plus fort dosage en PA.

III. Les différents types d'eau dans les matières solides

Ils sont plus ou moins faciles à éliminer :

Adhérente < Capillaire < Gonflement < Absorption < Constitution

La plus facile à éliminer est l'eau adhérente et la plus difficile à éliminer est l'eau de constitution.

A) L'eau de constitution ou eau de cristallisation

Elle cristallise avec les molécules pour former des hydrates. Elle fait partie de la structure chimique du produit donc est difficile à éliminer sans détruire le produit

B) L'eau d'adsorption

C'est le taux d'humidité contenu dans le produit en équilibre avec l'humidité ambiante.

C) L'eau libre

C'est l'eau en excès qui imprègne la masse du produit.

Elle peut être de plusieurs types :

- **L'eau adhérente** forme un film d'eau qui entoure les particules. Elle est facile à éliminer.
- **L'eau capillaire** est contenue dans les interstices, elle est retenue par des forces capillaires. Elle est plus difficile à éliminer que l'eau adhérente
- **L'eau de gonflement** fait partie de la texture du produit, elle est liée au produit par des liaisons types hydrogène ou Van der Waals. Elle est plus difficile à éliminer que l'eau capillaire

IV. Processus et théories**A) Techniques par volatilisation**

- **Techniques par entraînement**

La détermination de l'eau par entraînement est une méthode de contrôle de la teneur en eau (elle n'a pas pour volonté de sécher une substance).

On choisit un liquide non miscible à l'eau dont le point ébullition est proche de celui de l'eau. [Exemple: le toluène ou le benzène.](#)

La distillation du liquide entraîne l'eau et permet donc un contrôle de la teneur en eau.

- **Techniques par évaporation**

Il y a deux phénomènes quand on dessèche un solide:

- Le cheminement de l'eau à l'intérieur du produit (diffusion interne)
- La volatilisation de l'eau à la surface du produit à dessécher

On va donc étaler en couche mince car il faut que la vitesse de diffusion interne soit supérieure à la vitesse d'évaporation en surface.

En effet si $v_{\text{volatilisation à la surface}} > v_{\text{diffusion interne}}$ l'extérieur est sec mais pas l'intérieur donc il y a formation de croustage

On peut accélérer la dessiccation :

- Si on chauffe, on apporte de l'énergie calorifique pour augmenter :
 - o **l'agitation moléculaire**
 - o **la distance entre les molécules**

Les molécules ont donc tendance à quitter la surface.

- Si on évite d'atteindre la **tension de vapeur saturante** (si on ferme le récipient on l'atteint plus vite)
 - o On renouvelle l'atmosphère par ventilation (étuve ventilée) pour ne pas atteindre la tension de vapeur saturante.
 - o On diminue l'encombrement stérique au-dessus du liquide ou du solide pour permettre à plus de molécules de gaz de s'échapper. En effet dans l'atmosphère ambiante il y a un apport de molécules autres que celles du solvant qui s'évapore (NO₂, O₂, H₂O).

Pour cela :

- On déshydrate l'atmosphère au contact du produit à dessécher
- On dessèche sous pression réduite (diminuer la pression)

On retrouve cela dans la loi de Dalton qui régit la vitesse de dessiccation.

LA NOTION DE TENSION DE VAPEUR SATURANTE

La tension de vapeur saturante est la pression pour laquelle sont présentes le maximum de molécules à l'état gazeux au-dessus de la surface.

Tout solide ou tout liquide émet une quantité de vapeur contenue dans un volume de gaz qui ne peut pas dépasser une valeur maximale qui correspond à l'équilibre entre état vapeur et état liquide c'est-à-dire à la tension de vapeur saturante.

Si l'évaporation s'effectue dans un système clos, elle va conduire à la formation d'une phase gazeuse il va y avoir un état d'équilibre entre évaporation et condensation des molécules gazeuses. Cet état d'équilibre c'est le maximum de molécules gazeuses au dessus de la surface : tension de vapeur saturante qui est caractéristique d'un liquide pour une température donnée.

Exemple : Pour l'éthanol : 100 mmHg à 35°C et pour l'eau : 50 mmHg à 38°C

Les liquides dont la tension de vapeur saturante est plus élevée s'évaporent plus que les autres liquides. Elle suit la loi de Mariotte qui montre que la tension de vapeur saturante est proportionnelle à la température : $P = K \cdot T$ En augmentant la température on augmente la vitesse de dessiccation.

Exemple : Pour l'eau elle est de 50 mmHg à 38°C de 760 mmHg à 100°C

Ebullition

Il y a ébullition quand la tension de vapeur saturante du constituant volatil atteint (est égale à) la pression dans l'atmosphère.

Donc si on diminue la pression atmosphérique on diminue la température d'ébullition.

A ébullition la vaporisation ne se fait pas uniquement à la surface du liquide mais aussi à l'intérieur. Pendant toute la durée de l'ébullition la température est invariable lorsque la pression est constante. Tout liquide possède un point d'ébullition déterminé.

Degré de volatilité

Le degré de volatilité augmente jusqu'à la température d'ébullition

La loi de Dalton donne le degré de volatilité:

$$m = K \cdot \frac{S (pm - p)}{P}$$

m = nombre de molécules gazeuses apparue dans l'unité de temps

S = surface d'évaporation

K = coefficient (fonction du degré d'agitation des courants gazeux)

pm = tension de vapeur saturante pour la température considérée

p = pression partielle de la vapeur d'eau au niveau de l'air ambiant

P = pression ambiante

Donc pour accélérer la dessiccation on :

- Augmente les termes proportionnels au degré de volatilité :
 - o Le degré d'agitation moléculaire K → intérêt des courants gazeux
 - o La surface libre d'évaporation S → couches « tendues et minces » pour augmenter la surface de contact entre l'air et le produit à dessécher
 - o La tension de vapeur saturante pm → augmenter la température
- Diminue les termes inversement proportionnels au degré de volatilité :
 - o La pression partielle p → éliminer la vapeur au fur et à mesure de sa formation
 - o La pression ambiante P → dessiccation sous pression réduite sous l'action d'une source de vide

On ne sèche jamais un produit à 100% d'évaporation, il y a des limites

Les limites :

- L'eau (pure) à la température t émet de la vapeur dont la pression est p_0
- Une matière solide imbibée d'eau émet à t une pression p_m
- L'air émet de la vapeur dont la pression est p

$p_m < p_0$ car il est plus difficile d'éliminer l'eau qui est dans la matière

$p < p_0$ de la même manière

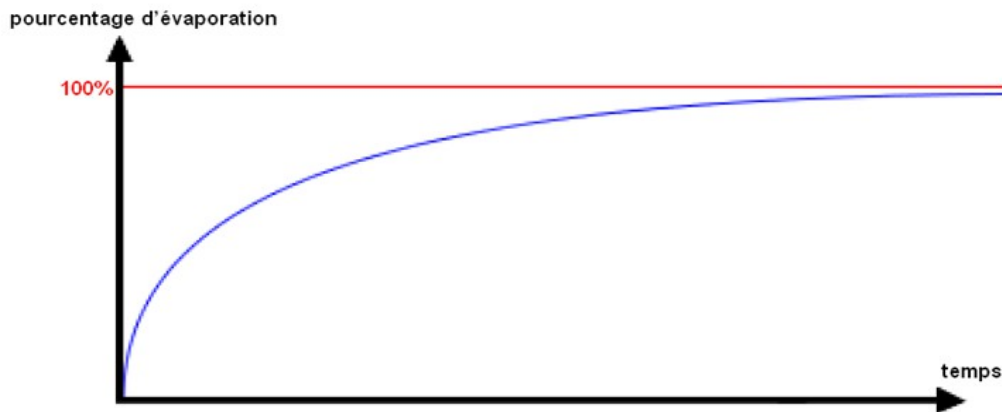
Le degré d'humidité relative d'équilibre est $rh = p_m / p_0$

Le degré hygrométrique de l'air est $\varepsilon = p / p_0$ donc plus la teneur en eau dans l'air est importante plus ε est élevé.

Lorsque l'on fait du séchage dans l'air, le produit va sécher tant que p_m (la tension de vapeur émise par le produit) sera supérieure à p .

Le séchage s'arrête quand les concentrations en eau dans les produits et dans l'air sont égales donc quand la pression partielle de vapeur d'eau dans la phase gazeuse (l'atmosphère où se fait le séchage) est égale à la pression de vapeur de l'eau dans la matière à sécher : $p_m = p$ c'est-à-dire quand $rh = \varepsilon$

La courbe de pourcentage d'évaporation en fonction du temps tend vers une asymptote, en effet elle n'atteint pas le 100% car il y a toujours un peu d'eau dans l'air



B) Techniques par absorption