

## Les opérations pharmaceutiques : Procédés de séchage

### 1. Définition

La dessiccation ou séchage a pour but d'éliminer par vaporisation un corps liquide volatil contenu dans un autre corps non volatil. En pharmacie, le liquide volatil est généralement l'eau et le corps à sécher solide.

L'eau à éliminer peut se trouver dans différents états qui sont :

- l'eau de constitution ou eau de cristallisation liée chimiquement à la molécule.
- l'eau d'adsorption : une substance placée dans une atmosphère à humidité relative déterminée acquiert une humidité en équilibre avec cette humidité atmosphérique
- l'eau libre imprégnant les substances à sécher

### 2. Méthode utilisées

En pharmacie galénique, le choix du procédé de dessiccation dépend de la matière à traiter, c'est-à-dire de la texture du produit, de la sensibilité du principe actif à la chaleur et à l'oxygène de l'air et enfin du degré de dessiccation à réaliser dont va souvent dépendre la durée de conservation.

#### 2.1. Séchage à l'air libre

Il est réalisé pour les plantes dont les principes actifs ne sont pas fragiles. Il s'effectue dans des hangars bien aérés. Les substances à sécher sont déposées en couches peu épaisses sur des claies. Ce procédé est long et risque d'entraîner une dégradation et une pollution des produits.

#### 2.2. Séchage à l'air chaud

Ce procédé d'application très générale est utilisé en particulier pour les poudres et les granulés.

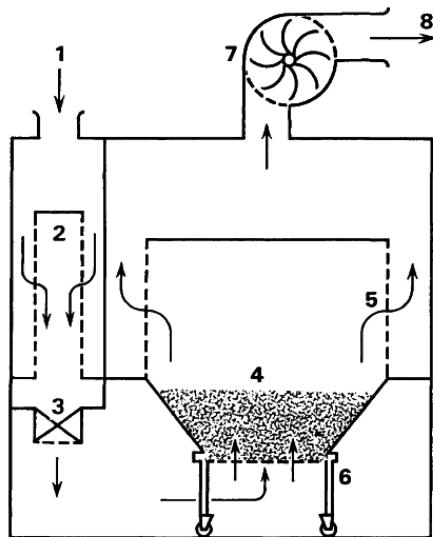
On distingue deux catégories principales de séchoirs à air chaud :

**2.2.1. Séchoirs discontinus** : qui reçoivent une charge complète de produit à dessécher :

\* *les étuves à température constante* dans lesquelles les produits sont répartis sur des plateaux entre lesquels circule de l'air chaud.

\* *les séchoirs à lit fluidisé* de plus en plus employés pour les poudres et les granulés.

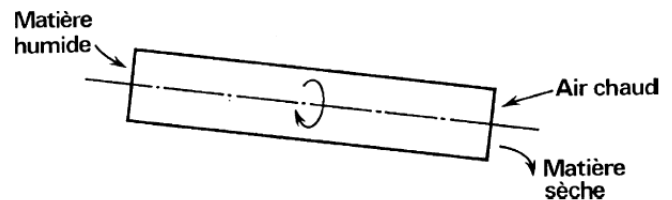
## Les opérations pharmaceutiques : Procédés de séchage



Séchoir à lit fluidisé.

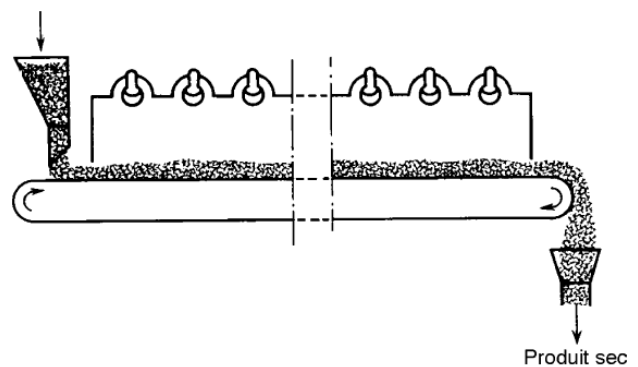
1. entrée d'air ;
2. premier filtre ;
3. réchauffeur d'air ;
4. récipient à matière ;
5. toile filtrante ;
6. dispositif d'agitation ;
7. ventilateur ;
8. sortie d'air.

**2.2.2. Séchoirs continus** (ou séchoirs à contre-courant ou séchoirs-tunnels) : la substance humide arrive de façon continue à une extrémité du séchoir et en sort sèche à l'autre extrémité. L'air chaud circule en sens inverse.



### 2.3. Séchage par infrarouge

Les longueurs d'onde les plus efficaces sont de 10 000 et 12 000 Å. Ici, ce sont les effets calorifiques du rayonnement infrarouge qui sont utilisés. Ces rayons ont l'avantage de chauffer la masse en profondeur, l'énergie calorifique se produisant au sein de la matière. Le séchage peut se faire sur des plateaux ou dans un tunnel sur une bande sans fin.



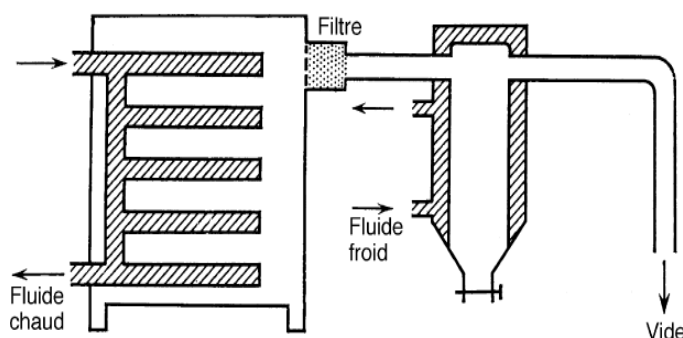
### 2.4. Séchage sous vide

La dessiccation des produits pouvant s'altérer à la chaleur et au contact de l'air se fait en général sous vide. L'abaissement de la pression permet d'opérer à plus basse température.

Les appareils de séchage sous vide fonctionnent en discontinu mais ils peuvent être statiques ou rotatifs.

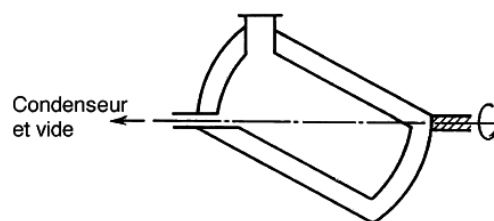
## Les opérations pharmaceutiques : Procédés de séchage

L'appareil statique le plus courant est l'**armoire à vide** dans laquelle sont placés des plateaux superposés contenant le produit à sécher sous faible épaisseur. Le chauffage se fait par les étagères qui supportent les plateaux. Ces étagères sont constituées par des tubes ou des plaques dans lesquels circulent un fluide chaud ou des résistances électriques. Les armoires sont en relation d'une part avec une pompe à vide, d'autre part avec un condenseur qui élimine la vapeur d'eau du circuit.



**Les appareils de séchage rotatif** sont constitués soit par des cylindres fixes munis de pales rotatives qui soulèvent le produit pulvérulent pendant la dessiccation, soit par des cylindres rotatifs, l'axe de rotation n'étant pas forcément l'axe du cylindre.

Dans les deux cas, le chauffage se fait par circulation d'un fluide chaud dans les doubles parois de l'enceinte de séchage. Celle-ci est en relation avec un condenseur et une pompe à vide.



### 2.5. Séchage en présence de déshydratants

Le séchage en présence de déshydratants est effectué en général sous vide et à température ordinaire. La différence essentielle avec le procédé sous vide est que la vapeur d'eau est captée non pas par un condenseur mais par un produit chimique avide d'eau : un déshydratant. De nombreux produits sont utilisables comme déshydratants sont mentionnés dans le tableau suivant :

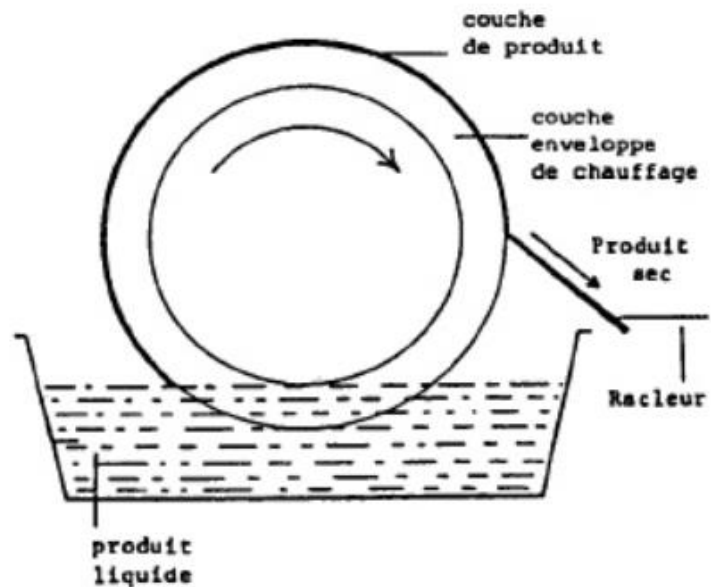
	Eau résiduelle en mg par litre d'eau
CaCl <sub>2</sub>	1,5
Soude caustique	0,8
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> à 95 %	0,3
Silicagel	0,03
Potasse caustique	0,014
CaSO <sub>4</sub>	0,005
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pur	0,003
Baryte anhydre	0,000 7
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,000 02

## Les opérations pharmaceutiques : Procédés de séchage

### 2.6. Séchage en couche mince sur cylindres

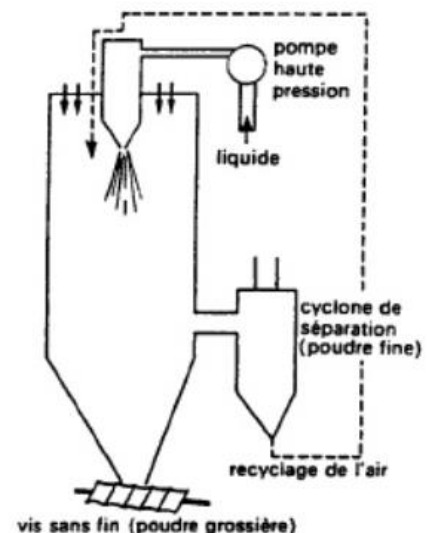
Ce procédé permet le séchage direct des liquides, c'est-à-dire leur concentration à sec.

Les séchoirs à cylindres sont constitués par un ou plusieurs cylindres chauffés intérieurement. Le liquide à dessécher est répandu sur la surface cylindrique en rotation. L'eau s'évapore et il reste une pellicule de matière sèche qui est détachée à l'aide d'un couteau ou racloir puis pulvérisée.



### 2.7. Séchage par nébulisation

La nébulisation ou atomisation est utilisée pour les produits sous forme liquide. Dans ce procédé le liquide est desséché dans un courant d'air très chaud à 150°C. On obtient un brouillard de très fines gouttelettes qui va se transformer en poudre desséchée appelée nébulisât. L'appareil utilisé est un nébulisateur qui se compose d'un système de dispersion du liquide, d'une chambre de séchage et d'un cyclone de séparation. La taille des gouttelettes est de l'ordre de 1 à 10 µm.



### 2.8. Séchage par lyophilisation

La lyophilisation ou cryodessiccation c'est une méthode consiste à congeler l'eau que contient une substance puis à sublimer la glace formée. La sublimation correspond à la transformation de la glace en vapeur d'eau sans passer par l'état liquide. Ce procédé comporte deux étapes : la première étape est la **congélation** brutale à très basse température afin d'obtenir des cristaux fins et réguliers (utilisation de l'azote liquide le plus souvent). La seconde étape est la **sublimation** qui s'effectue dans une enceinte formée de deux chambres A et B reliées entre elles. Dans la chambre A, où la température est comprise entre -20°C et -40°C, on place le produit congelé. Dans la chambre B il y a le condensateur et la température est plus basse. Il va donc avoir un courant de convection et la vapeur va venir se condenser

## Les opérations pharmaceutiques : Procédés de séchage

en glace sur les parois du condensateur. On travaille en général sous vide pour accélérer l'évaporation. Enfin quand l'eau est passée de A à B on casse le vide en faisant entrer du gaz inerte puis on bouche les flacons qui contiennent le produit sec : lyophilisation.

Cette méthode est utilisée pour des substances médicamenteuses fragiles ( plasma et sérum ), ou pour la conservation des substances vivantes ( levures et vaccins ). Enfin le produit obtenu possède un caractère lyophile

c'est à dire une avidité pour l'eau qui permettra une reconstitution rapide et intégrale de la solution initiale.

### 3. Contrôle de la dessiccation

Comme toute opération pharmaceutique, la dessiccation, ou séchage, doit être contrôlée. On doit vérifier d'une part que les principes actifs n'ont pas été altérés et d'autre part le taux d'humidité résiduelle dont dépend la bonne conservation du produit desséché.

