



**HAL**  
open science

## Développement d'un test pour évaluer la ségrégabilité des mélanges pulvérulents

Henri Berthiaux, Servando Muerza, Sandra Massol-Chaudeur, Jacques Fages

► **To cite this version:**

Henri Berthiaux, Servando Muerza, Sandra Massol-Chaudeur, Jacques Fages. Développement d'un test pour évaluer la ségrégabilité des mélanges pulvérulents. Matériaux divisés et poudres en industries alimentaires, Joseph Boudrant et Pierre Guigon, Jun 1999, Compiègne, France. pp.153-158. hal-01686171

**HAL Id: hal-01686171**

**<https://imt-mines-albi.hal.science/hal-01686171>**

Submitted on 17 Jan 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# DÉVELOPPEMENT D'UN TEST POUR ÉVALUER LA SÉGRÉGABILITÉ DES MÉLANGES PULVÉRULENTS

---

H. BERTHIAUX, S. MUERZA, S. MASSOL-CHAUDEUR, J. FAGES

◇ CENTRE POUDRES ET PROCÉDES  
Ecole des Mines d'Albi  
Campus Jarlard,- Route de Teillet  
81013 ALBI, France

---

## Résumé

Une cellule statique a été développée pour juger de l'aptitude à la ségrégation de poudres. La prise d'échantillons dans ce dispositif permet de définir un état de mélange par un critère statistique classique qui dépend de l'état de mélange antérieur. Des essais menés avec un système complexe (aliments pour animaux de grande hétérogénéité / arôme incorporé à un très faible taux) ont permis de mettre en lumière la sensibilité de ce test au « passé » du mélange, et notamment à la présence préalable d'une étape de prémélange. Ainsi, cette cellule devrait-elle permettre, non seulement de classer les mélanges selon leur potentiel de ségrégation (à état de mélange initial identique), mais aussi de mesurer de manière relative cet état de mélange à la fin d'une opération d'homogénéisation.

## Introduction

L'évaluation et la maîtrise de l'homogénéité des mélanges pulvérulents apparaît de plus en plus comme étant un sujet de préoccupation constant, tant pour le monde scientifique que pour les divers secteurs du monde industriel concernés par les solides divisés : pharmacie, fertilisants, détergents, alimentations humaine et animale.

En revanche, la stabilité des mélanges durant les nombreuses opérations de manutention (vidanges, remplissages, transports, stockages intermédiaires) que peut subir un « lot » préparé par une opération de mélange (en discontinu ou en continu) n'est que très rarement prise en considération lors de la conception et du contrôle d'une unité comprenant un atelier de mélange. Dans certains cas -extrêmes, certes, mais bien réels- il semble parfois plus adapté de maîtriser les diverses manutentions des poudres que l'opération de mélange des poudres elle-même. Cette problématique se retrouve également dans la littérature scientifique (1, 2), où la compréhension des mécanismes par lesquels naissent ces effets de ségrégation n'en est qu'à ses premiers balbutiements (malgré tous les progrès réalisés lors de cette décennie). Dans ce contexte particulier, la mise au point de protocoles visant à caractériser la propension à la ségrégation des mélanges pulvérulents ou granulaire revêt une grande importance.

## I. SEGREGATION ET TESTS DE SEGREGABILITE

### I.1. Mécanismes de ségrégation (3, 4)

La ségrégation peut être définie comme étant une congrégation locale de particules semblables entre elles dans une région de l'espace bien définie. Son apparition est due à des différences de propriétés entre les individus qui composent le milieu (taille, forme, densité, ...). On identifie classiquement trois mécanismes de ségrégation distincts :

- La ségrégation par diffusion, qui se traduit par un déplacement individuel de grains ou d'agglomérats. Il ne faut cependant pas tenter de faire la moindre analogie entre ce terme de diffusion « particulaire » et celui de diffusion moléculaire, puisque le premier ne peut avoir lieu sans apport d'énergie au système.
- La ségrégation par cisaillement, qui correspond à un échange d'entités entre couches d'un mélange. Il s'agit d'un phénomène de surface collectif que l'on observe très fréquemment (par exemple : avalanches).
- La ségrégation par convection qui se traduit par un mouvement d'ensemble du milieu granulaire. Il s'agit par conséquent d'un phénomène de volume que l'on observe en général sous l'effet d'une sollicitation extérieure appliquée de manière constante (c'est le cas des vibrations).

Ces mécanismes ont presque toujours lieu, soit en même temps, soit successivement, l'un entraînant souvent l'apparition d'un autre.

Par ailleurs, on remarquera que ces mêmes mécanismes sont également identifiés comme étant ceux responsables du mélange. Ce point pourra laisser perplexe plus d'un, qu'il soit chercheur ou industriel : comment lutter contre un phénomène « parasite » dont les sources sont elles-mêmes à la base de la propriété recherchée ? Il ne semble pas y avoir, pour l'instant, de réponse satisfaisante à cette question.

### II.2. Comment mesurer la ségrégation ?

S'il n'est toujours pas aussi évident d'identifier clairement ce qui est la cause de la ségrégation, il est extrêmement aisé de s'apercevoir de ses effets sur un plan purement expérimental. C'est la raison pour laquelle la littérature fait état de plusieurs tests visant à jauger la potentialité de ségrégation des mélanges.

Un certain nombre de dispositifs, de « cellules » de ségrégation, ont ainsi été mises au point, parmi lesquelles on peut citer (figure 1) :

- La cellule de Harris et Hildon (5) composée d'un assemblage de trois différentes parties (deux petits silos et une boîte de faible épaisseur) au travers desquelles le milieu granulaire ou pulvérulent peut s'écouler. La prise d'échantillons s'effectue dans quatre ouvertures pratiquées dans la partie inférieure du dispositif (échantillonnage peu représentatif) et le dépouillement des résultats sous la forme d'un critère très adapté à la problématique alors étudiée (détergent et agent blanchissant).

- La cellule de Staniforth (6) constituée de vingt petits cylindres imbriqués les uns dans les autres, l'ensemble étant soumis à des vibrations de fréquences variables. La mesure de la quantité de particules fines dans chaque cylindre (pas d'échantillonnage puisque tout le lot est analysé) permet de définir une variance en tant que critère de ségrégation. Ce test a été utilisé pour des produits pharmaceutiques (principe actif et excipient).

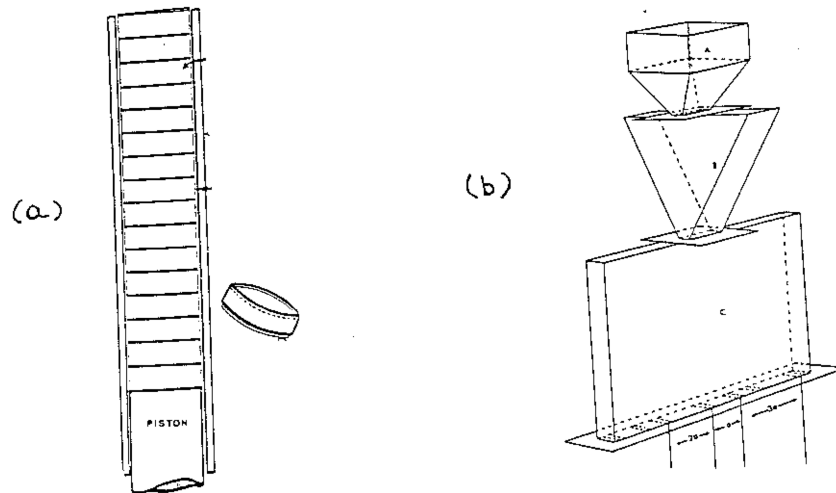


Figure 1 : Cellules de Staniforth (a) et de Harris et Hildon (b).

On peut avoir une préférence pour les tests de versement de poudre dans un dispositif ségrégant, même si le contrôle de cette opération peut s'avérer difficile. En effet, le fait de « livrer le milieu granulaire à lui-même » rend probablement mieux compte de sa propension à ségréger lors d'une opération de mélange ou lors d'un transport, alors que le fait de le soumettre à des vibrations le forcera d'une manière « artificielle » à se mettre dans une position critique.

Ajoutons que d'autres protocoles relatifs à des tests de déversements sont utilisés (7, 8), mais aucun ne semble permettre un échantillonnage représentatif du lot de poudre obtenu. Ceci est un inconvénient d'autant plus important qu'un mauvais état de mélange (que l'on s'attend à obtenir dans un test de ségrégation) n'est correctement défini et connu que lorsque qualité et quantité des échantillons à prélever sont grandes.

## II. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

### II.1. Cellule de ségrégation

Sur la base des notions précédentes, nous avons développé une cellule de ségrégation constituée par une boîte de faible épaisseur en Plexiglas dans laquelle un mélange pulvérulent peut être déversé (figure 2) au travers d'un entonnoir fixe. Une cinquantaine d'orifices ont été percés à intervalles réguliers de part et d'autre de ce dispositif, ce qui permet d'extraire un grand nombre d'échantillons d'une manière qui soit la plus représentative possible. De cette manière, on obtient une véritable « cartographie » du tas de poudres ou de grains formé, ce qui permet d'apprécier l'hétérogénéité (ou plus exactement l'état de mélange) de distribution de la poudre dans le test.

## II.2. Critère de ségrégation

Lors de cette étape de déversement dans la cellule, la poudre va passer d'un certain niveau d'homogénéité à un autre, a priori plus faible que le précédent puisque le processus utilisé est ségrégant. C'est ainsi, fondamentalement, l'état de mélange qui est modifié au travers de cette procédure expérimentale. C'est la raison pour laquelle le critère pertinent permettant de rendre compte de l'état de ségrégation (supposé) dans le tas est le même que celui que l'on utiliserait pour rendre compte de l'état de mélange avant déversement, c'est-à-dire un critère purement statistique basé sur la composition des échantillons.

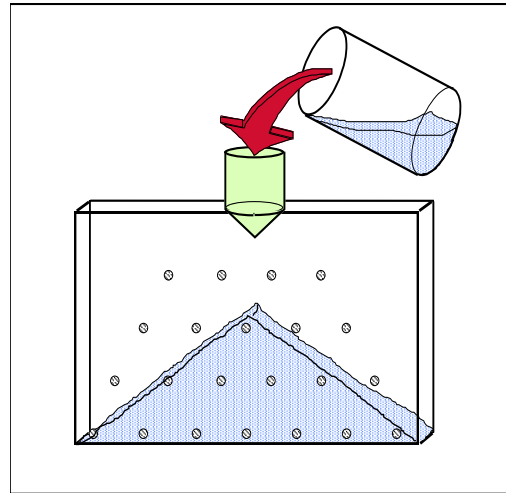


Figure 2 : Dispositif expérimental utilisé

En effet, soit  $n$  le nombre d'échantillons pris dans la cellule, puis analysés, soit  $\bar{C}$  la composition moyenne observée dans ces échantillons, et soit  $C_i$  la composition en un constituant spécifique, appelé constituant « clé », dans l'échantillon  $n^{\text{o}}$ . L'homogénéité est alors repérée par l'écart-type  $s$  qui relie l'ensemble de ces notions :

$$s = \sqrt{\frac{[C_i - \bar{C}]^2}{n}} \quad (1)$$

Lorsque l'état de mélange dans la cellule est faible, les compositions dans les échantillons sont très éloignées de la valeur moyenne et l'écart-type est grand. Inversement, un mélange peu modifié par ce protocole sera repéré par un écart-type bien moindre. D'autre part, il faut garder à l'esprit que l'état de mélange ainsi mesuré est fonction de celui du mélange initial. Ce test permet donc -à degré de mélange initial identique- de classer les poudres selon leur propension à ségréger, mais aussi d'obtenir une mesure relative de cet état de mélange initial. En effet, si le caractère ségrégant n'est pas trop « destructeur » de la structure initiale, s'il n'est pas trop « masquant », les écart-types ainsi mesurés sont indicateurs de l'homogénéité antérieure.

## II.3. Mélanges étudiés - protocole opératoire

Les mélanges que nous avons étudiés sont des mélanges de deux types d'aliments pour animaux, composés de farines et de grains, soit concassés (mélange A), soit plus finement broyés (mélange B), avec une poudre aromatique utilisée en tant que stimulateur d'appétit. Cette dernière a été réalisée par adsorption d'un arôme liquide sur un support, et se trouve dans le mélange à un taux moyen massique de 1/1000. Dans ces conditions, l'arôme est présent effectivement dans l'assemblage final à un taux très faible, de l'ordre de 100 g/t.

Avant son déversement, le mélange a été préparé dans un mélangeur de laboratoire ERWEKA rotocube de quelques litres selon deux procédures distinctes : soit en une étape de 5 minutes ; soit en deux étapes de durées relatives variables, mais dont la durée globale reste de 5 minutes, en réalisant un prémélange à un taux plus important, puis en « diluant » celui-ci par l'aliment restant. Après déversement, les échantillons sont récoltés à l'aide d'une canne de prélèvement. L'arôme est ensuite extrait de la phase solide par un solvant approprié, sous agitation, et pendant une durée contrôlée, avant son analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG).

### III. RESULTATS ET DISCUSSION

#### III.1. Cartographie des tas obtenus

Sur la figure 3 (a et b), on peut observer de manière qualitative le degré d'hétérogénéité des tas formés sans étape préalable de prémélange pour les deux types de mélanges qui sont objet de cette étude. Si on se base sur le critère statistique précédemment introduit, on trouve que le plus fort écart-type correspond au mélange réalisé avec l'aliment dont la distribution de taille est la plus étalée (mélange A), car constitué de grains grossièrement concassés. Puisqu'il est impossible de connaître l'état de mélange dans le mélangeur, on ne peut observer celui-ci qu'au travers de la double opération « mélanges + versement », c'est-à-dire depuis un état de mélange en ségrégation totale. On peut être arrivé (pour A comme pour B) à un même degré de mélange dans la cuve et à une séparation plus importante par le test, tout comme à un niveau de mélange insuffisant dans la cuve que le déversement n'aura vraisemblablement fait qu'accroître : il n'est donc pas possible de conclure avec assurance sur ce qui est retranscrit ici. Ainsi, dans ce cas précis, le test ne peut pas réellement servir pour l'évaluation de la ségrégabilité, sinon pour celle indirecte de la qualité de mélange des procédés de « prémélange + mélange », à condition que le milieu granulaire en ait gardé l'empreinte.

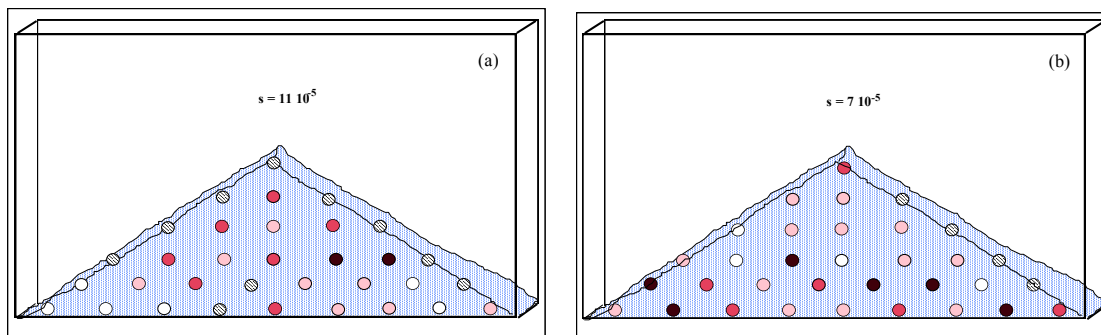
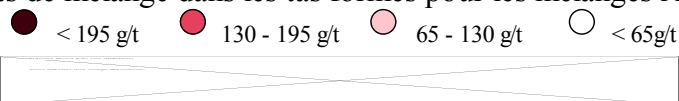


Figure 3 : Etats de mélange dans les tas formés pour les mélanges A et B (a et b resp.).

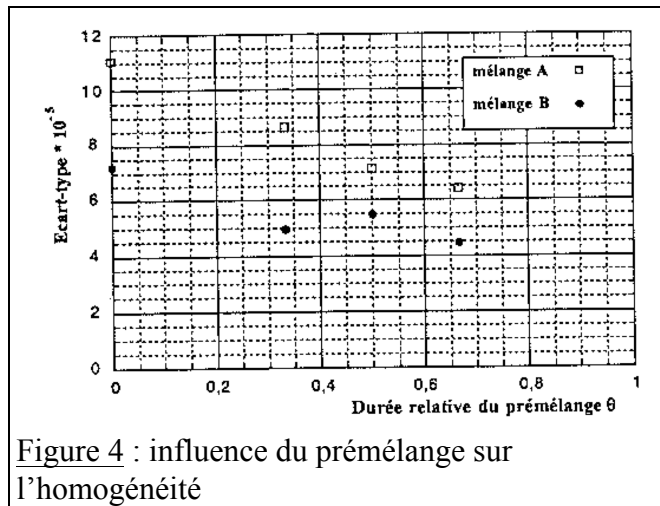


#### III.2. Importance de la phase de prémélange

La figure 4 représente les variations des écarts-types mesurés pour les deux types d'aliments en fonction de la durée relative de l'étape de prémélange  $\theta$  (rappelons que la durée totale de l'homogénéisation reste de cinq minutes). On y constate tout d'abord que l'état de mélange relatif au constituant clé dans la cellule est toujours meilleur lorsque

l'aliment « porteur » est l'aliment B. Celui-ci étant constitué de grains plus finement broyé que l'aliment A, ceci indique clairement le rôle joué par la variable « taille de particules » au cours de ce processus.

Par ailleurs, au vu de la cohérence des résultats que l'on obtient ici, on peut affirmer que le test employé est sensible à l'état de mélange avant déversement, que -d'une certaine manière- le milieu complexe que nous étudions a gardé la trace des opérations antérieures à son déversement, et que cette opération -*a priori* très ségrégente- n'en a pas masqué l'histoire. Ainsi, à temps global de mélange constant (ou encore :



l'état de ségrégation d'un facteur voisin de deux. Ensuite, on remarque toute l'importance de la phase de prémélange avant dilution qui permet d'obtenir un produit mieux mélangé, tout du moins dans l'intervalle de temps relatif balayé ici. En effet, puisqu'il y a nécessairement complémentarité au niveau de l'efficacité des deux phases de prémélange et de dilution, les courbes présentées ici doivent avoir un comportement asymptotique lorsque  $\theta$  tend vers 1, ce qui impose à celles-ci la présence d'un minimum correspondant à un état de mélange maximal dans les conditions opératoires auxquelles on s'est placé. Des travaux futurs incluront la recherche effective de cet optimum de prémélange, mais aussi la définition d'un critère de stabilité des mélanges pulvérulents lors de ce test, sous la forme d'un indice indépendant de leur « historique ».

## Références

- (1) Muzzio F.J., Robinson P., Whightman C., Brone D. Sampling practices in powder blending, *Int. J. Pharm.*, 155 (1997), 153.
- (2) Ennis B.J. Unto dust shalt thou return, *Powders and Grains 97*, Behringer & Jenkins eds, 13.
- (3) Bideau D. Ségrégation dans les écoulements granulaires, Journée SFGP « Etat de l'art en mélange des solides », Toulouse, Décembre 1998.
- (4) Williams J.C. The segregation of particulate materials. A review, *Powd. Technol.*, 15 (1976), 245.
- (5) Harris J.F.G., Hildon A.M. Reducing segregation in binary powder mixture with particular reference to oxygenated washing powders, *Ind. Eng. Chem. Process. Des. Develop.*, 9, 3 (1970), 363.
- (6) Staniforth J.N. Determination and handling of total mixes in pharmaceutical systems, *Powd. Technol.*, 33 (1982), 147.
- (7) Schneider, Betz. Tests for the animal nutrition laboratory, BASF internal report, mai 1991.
- (8) Mosby J., Segregation, the Postec newsletter, 13 (mars 94), 18.