

Caractérisation de l'homogénéité de mélange de poudres et de l'agitation en mélangeur Triaxe®

Jean-François Demeyre

▶ **To cite this version:**

Jean-François Demeyre. Caractérisation de l'homogénéité de mélange de poudres et de l'agitation en mélangeur Triaxe®. Génie des procédés. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2007. Français. NNT : . tel-00207959

HAL Id: tel-00207959

https://theses.hal.science/tel-00207959

Submitted on 18 Jan 2008

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.

N° d'ordre : 2490 2007

Thèse

présentée

pour obtenir le titre de

Docteur de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

École doctorale : Sciences des Procédés

Spécialité : Génie des procédés et de l'environnement

par

M. Jean-François DEMEYRE

CARACTÉRISATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ DE MÉLANGE DE POUDRES ET DE L'AGITATION EN MÉLANGEUR TRIAXE®

Soutenue le 22 juin 2007, devant le jury composé de :

Jamal CHAOUKI	Rapporteur
Pierre GUIGON	Rapporteur
Henri BERTHIAUX	Examinateur
Guillaume DELAPLACE	Examinateur
Cendrine GATUMEL	Examinateur
Michel GRANDJEAN	Examinateur
Catherine XUEREB	Examinateur

Thèse préparée au Centre de Recherche d'Albi en Génie des Procédés des Solides Divisés, de l'Énergie et de l'Environnement, UMR CNRS 2392, École des Mines d'Albi-Carmaux

« On croit qu'on emmène son chien pisser matin et soir. Grave erreur : ce sont les chiens qui nous invitent deux fois par jour à la méditation. »

Daniel Pennac, *La fée carabine*

Remerciements

Un laboratoire, une équipe scientifique, une famille, des copains, plein de VTT, des *runnings*... voilà comment décrire grossièrement cette thèse !

Merci pour ton soutien pendant ces *trois* années, Anne-C, malgré une rédaction « intensive ». Tes sourires, ta bonne humeur m'ont souvent encouragés ! Merci aussi à mes parents pour leur soutien pendant vingt sept ans, et oui, déjà...

J'ai travaillé au sein d'une équipe super, tant sur le plan humain que scientifique : merci à Cendrine et Henri mais aussi Séverine, Sylvie, Laurent, Olivier et Philippe ainsi qu'à tous les thésards... Merci particulier à Jennifer pour m'avoir aidé à obtenir une partie des résultats expérimentaux dans la chaleur de la cabine !

Je sais ! Si je continue en disant que le laboratoire était super, vous allez pensez que c'était la thèse idéale : *c'est pas faux !* J'ai apprécié d'être entouré de personnes prêtes à donner un coup de main. Merci donc *au sevrice info & al.*, j'ai nommé Cathy, Emmanuel, les Jean-Jacques, Olivier, Paul, Thomas, notamment pour m'avoir fait découvrir LaTeX. Merci aussi aux secrétaires Anne-Marie, Elisabeth, Eve, Maryse et à l'ensemble du personnel de l'école... Merci à Yann pour les quelques conseils et les nombreuses bonnes bouffes, j'ai failli ne pas rentré dans mon costume de marié !

Les *petits footing* sur les splendides parcours proposés par les *aficionados* me resteront longtemps en tête ainsi que la splendide victoire de l'équipe 2 lors d'un magnifique relais en 2005 ! Désolé JJ, tu n'auras plus beaucoup l'occasion de courir plus vite que moi, mais il ne fallait pas me donner l'envie ! Révérence, Maître Jacques, tes temps restent infranchissables ! Mais bon, comme toujours, la loi du thésard s'est encore vérifiée : l'endurance est inversement proportionnelle au temps passé à écrire sa thèse... Il faudra que je revienne faire un Ekiden !

Oh là, j'ai failli oublier Guillaume, qui m'a permis de découvrir les aspects positifs de la *recherche* et Michel, sans qui je ne serai pas là aujourd'hui pour parler du Triaxe® ...

Merci à tous.

Juin 2007
Jean-François Demeyre

Table des matières

Remerciements **v**

Table des matières **vii**

Table des figures **xi**

Liste des tableaux **xv**

Liste des symboles **xvii**

Introduction générale **1**

1 État de l'art **5**
1.1 Introduction 5
1.2 L'état de mélange : un concept à plusieurs échelles 6
1.3 Échantillonnage : estimation de la qualité du mélange 9
1.3.1 Estimation et statistiques 9
1.3.2 Méthodes d'échantillonnage 12
1.4 Les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange 16
1.4.1 Les méthodes capacitives 16
1.4.2 Les méthodes optiques 18
1.4.3 Les méthodes proche infrarouge 19
1.4.4 Les méthodes par analyse d'images 23
1.5 Propriétés des poudres et du milieu influençant l'écoulement 27
1.6 Mécanismes de mélange et de ségrégation 29
1.6.1 Mécanismes de mélange 29
1.6.2 Mécanismes de ségrégation 30
1.6.3 Comment éviter la ségrégation 33
1.7 Les différents types de mélangeurs 34
1.7.1 Les cuves tournantes 34
1.7.2 Les mélangeurs convectifs 35
1.7.3 Les mélangeurs à haut cisaillement 37
1.7.4 Les mélangeurs statiques 38
1.7.5 Les mélangeurs à lits fluidisés 38

1.7.6 Les combinaisons de mélangeurs . . . 39
1.7.7 Quelques pistes pour le dimensionnement des mélangeurs . . . 39
1.8 Conclusion . . . 43

2 Développements méthodologiques et expérimentaux 45
2.1 Systèmes particulaires . . . 45
2.1.1 Caractéristiques des poudres . . . 45
2.1.2 Caractéristiques de l'écoulement . . . 47
2.1.3 Ségrégabilité des mélanges . . . 47
2.2 Le Triaxe®, un nouveau type de mélangeur . . . 49
2.2.1 Les caractéristiques mécaniques du Triaxe® . . . 50
2.2.2 Le Triaxe® et l'attrition . . . 53
2.3 La plate-forme expérimentale . . . 53
2.4 Méthode de pilotage du Triaxe® . . . 55
2.5 Mesure de la qualité du mélange . . . 57
2.5.1 Acquisition de l'image . . . 57
2.5.2 Traitement de l'image . . . 60
2.5.3 Analyse de la qualité du mélange . . . 61
2.5.4 Protocole expérimental pour la mesure de la qualité du mélange . . . 67

3 Étude de l'agitation 69
3.1 Mesure des couples . . . 69
3.1.1 Préchauffage des moteurs . . . 69
3.1.2 Couple développé par les moteurs . . . 70
3.1.3 Couple et puissance reçus par les produits . . . 70
3.2 Les trajectoires et les vitesses du Triaxe® . . . 71
3.2.1 Les trajectoires des pales . . . 71
3.2.2 La vitesse linéaire de bout de pale . . . 71
3.2.3 L'angle de pénétration des pales dans le produit . . . 74
3.3 Analyse des résultats bruts . . . 78
3.3.1 Poudres à écoulement libre . . . 78
3.3.2 Poudres cohésives . . . 80
3.3.3 Mélanges . . . 82
3.3.4 Le Triaxe® . . . un outil de rhéologie ? . . . 84
3.4 Essai d'adimensionnalisation . . . 86
3.5 Conclusion sur les régimes d'écoulement . . . 91

4 Étude des temps de mélange : lien avec l'homogénéité des mélanges 93
4.1 Conditions étudiées . . . 93
4.2 Cinétiques de mélange . . . 94
4.2.1 Qualité du mélange . . . 95
4.2.2 Répétabilité des essais . . . 99
4.2.3 Stabilité des mélanges . . . 99
4.2.4 Conclusion . . . 100
4.3 Analyse des résultats des mélanges couscous/semoule . . . 100
4.3.1 Influence des différents paramètres sur le temps de mélange . . . 100
4.3.2 Puissance dissipée et travail . . . 103

4.4 Analyse des résultats des mélanges couscous/lactose 104
4.4.1 Influence des différents paramètres sur le temps de mélange 104
4.4.2 Puissance dissipée et travail 106
4.5 Conclusion sur l'homogénéité des mélanges 110

Conclusion générale **111**

Bibliographie **115**

A Tableau de synthèse des caractéristiques de différents types de mélangeurs **119**

B Distributions granulométriques des différents produits testés **121**

C Dispostif de mesure de la masse volumique tassée **123**

D Les vitesses et les trajectoires mises en jeu dans le Triaxe® **125**
D.1 Les trajectoires 127
D.2 Les vitesses 129

E Les cinétiques de mélange **133**
E.1 Les mélanges couscous/semoule 133
E.2 Les mélanges couscous/lactose 140

Table des figures

1 Illustration des différentes échelles définissant l'homogénéité des mélanges 1
2 Un exemple de trajectoire du Triaxe® 3

1.1 Différents états d'un mélange binaire 6
1.2 Notion d'intensité de ségrégation 7
1.3 Mélanges de même intensité de ségrégation et de structures différentes . . . 8
1.4 Notion d'échelle de ségrégation 8
1.5 Allure typique d'un autocorrélogramme 9
1.6 Évolution des valeurs des bornes d'un intervalle de confiance 11
1.7 Exemple de mélange en accord avec les standards industriels 11
1.8 Différentes étapes d'un prélèvement dans un mélange 12
1.9 Schéma d'une loi d'intégration au hasard 13
1.10 Schéma d'une loi d'intégration systématique avec implantation au hasard . 13
1.11 Schéma d'une loi d'intégration stratifiée au hasard 13
1.12 Différents types de sondes utilisées pour l'échantillonnage des mélanges . . 14
1.13 Perturbation induite par une sonde de prélèvement 14
1.14 Schéma de systèmes industriels de prélèvement 15
1.15 Croquis de l'installation expérimentale de la mesure de capacité électrique 17
1.16 Schéma du principe de mesure de la capacité électrique 17
1.17 Schéma de conception du capteur optique 18
1.18 Signaux de réflexion relative 19
1.19 Courbes de calibration d'une méthode par fibre optique 19
1.20 Schéma du mélangeur Nauta muni de l'interface PIR 20
1.21 Comparaison des performances de mélanges pour différents *batches* 21
1.22 Schéma du montage expérimental utilisant un spectrophotomètre PIR . . . 22
1.23 Comparaison de résultats obtenus par tamisage et par proche infrarouge . . 22
1.24 Dispositif expérimental de KEHLENBECK (2007) 23
1.25 Comparaison du modèle et des expériences de KEHLENBECK (2007) 23
1.26 Schéma d'un système de vision 24
1.27 Comparaison des concentrations prédites par le système de vision et le PIR 25
1.28 Dispositif expérimental et méthodologie de traitement du film 26
1.29 Évolution de l'échelle de ségrégation lors d'une perturbation 26
1.30 Relation entre la tension superficielle et la taille des particules 27
1.31 Simulation du mélange par convection et/ou diffusion 30

1.32 Ségrégation due aux trajectoires 31
1.33 Ségrégation par percolation des fines 32
1.34 Ségrégation par élutriation 32
1.35 Courbe caractéristique d'un procédé de mélange 33
1.36 Mise en évidence des étapes ségrégeantes 34
1.37 Quelques exemples de mélangeurs à cuve tournante en « V » 35
1.38 Mélangeur à rubans hélicoïdaux 36
1.39 Mélangeur à socs 36
1.40 Mélangeur orbital à vis 36
1.41 Mélangeur à turbine à cuve biconique 37
1.42 Turbosphère Moritz 37
1.43 Mélangeurs à haut cisaillement 37
1.44 Broyeur à marteaux 38
1.45 Silo-mélangeur 38
1.46 Installation de mélange en lit fluidisé 39
1.47 Éléments de dimensionnement d'un mélangeur à tambour horizontal . . . 40
1.48 Éléments de dimensionnement d'un mélangeur à double cuve en V 41
1.49 Corrélation entre puissance et vitesse d'un mélangeur orbital à vis 43
1.50 Temps de mélange en fonction des dimensions du mélangeur 43

2.1 Dispositif du test de ségrégation 48
2.2 Résultats des tests de ségrégabilité des mélanges 48
2.3 Le Triaxe® utilisé 50
2.4 Schéma du Triaxe® 51
2.5 Un exemple de trajectoire du Triaxe® 52
2.6 Différents types de pales disponibles pour le Triaxe® 52
2.7 Distributions granulométriques des tests d'attrition du Triaxe® 53
2.8 Schéma général de la plate-forme expérimentale 54
2.9 Distributions granulométriques des tests d'attrition du tamisage 54
2.10 Schéma du dispositif de tamisage par vibration à 3 niveaux 54
2.11 Relation entre la tension du variateur et la vitesse du moteur 55
2.12 Face avant du logiciel développé pour piloter le Triaxe® 56
2.13 La caméra linéaire 58
2.14 Comportement de la caméra linéaire en fonction de sa vitesse d'acquisition 59
2.15 Définition de la notion d'image et d'échantillon 60
2.16 Face avant du logiciel développé pour l'analyse d'image en ligne 62
2.17 Étalonnage liant la proportion de pixels noirs à la composition massique . . 62
2.18 Échantillonnages complets de tailles différentes 63
2.19 Échantillonnages de même taille complet ou incomplet 64
2.20 Échantillonnage successif de même taille incomplet ordonné ou aléatoire . 64
2.21 Échantillonnage suivant une implantation stratifiée au hasard 65
2.22 Schéma des différents plans d'échantillonnage 65
2.23 Moyennes et intervalles de confiance pour différents échantillonnages . . . 66
2.24 Variances et intervalles de confiance pour différents échantillonnages . . . 66
2.25 Protocole suivi pour obtenir un point d'une cinétique de mélange 67
2.26 Illustration d'une cinétique et du temps de mélange associé 68

3.1 Couples mesurés sur les deux moteurs sans préchauffage 69
3.2 Couples mesurés sur les deux moteurs lors d'un essai à vide 70
3.3 Exemple de trajectoire de deux pales du Triaxe® 71
3.4 Exemple de vitesse linéaire de bout de pale 72
3.5 Vitesse linéaire maximale en fonction de la vitesse de l'axe de rotation . . . 72
3.6 Coefficient de variation de la vitesse linéaire 74
3.7 Schéma de la pénétration de la pale dans le lit de poudre 74
3.8 Angle de pénétration de la pale dans le produit 75
3.9 Angle maximal de pénétration en fonction de la vitesse de giration 76
3.10 Angle maximal de pénétration en fonction du rapport des vitesses 76
3.11 Coefficient de variation de l'angle de pénétration de la pale dans le produit 77
3.12 CV_θ en fonction de $\theta_{\max}$ 77
3.13 Couple effectif mesuré pour les poudres à écoulement libre 78
3.14 Puissance effective pour les poudres à écoulement libre 79
3.15 Couple effectif mesuré pour les poudres cohésives 80
3.16 Puissance effective absorbée par les poudres cohésives 81
3.17 Couple effectif pour les mélanges 82
3.18 Puissance effective pour les mélanges 83
3.19 Couple effectif en fonction de $\theta_{\max}$ 83
3.20 Puissance effective en fonction de $\theta_{\max}$ 83
3.21 Comparaison des puissances consommées par les quatre produits 84
3.22 Puissance effective développée par les moteurs en fonction de leur vitesse . 85
3.23 Puissance spécifique maximale en fonction d'indices d'écoulement 86
3.24 Ne en fonction de $Fr_{\max}$ pour les différents produits « bruts » 87
3.25 Ne en fonction $Fr_{\max}$ pour les différents mélanges 88
3.26 Ne en fonction $Fr_{\max}$ pour les différents produits « bruts » 89
3.27 Influence de l'angle de pénétration sur le nombre de Newton Ne 90
3.28 $Np_{\max}$ en fonction de $v_{\max}$ pour les différents mélanges 90
3.29 $Np_{\max}$ en fonction de $v_{\max}$ pour les différents produits 91

4.1 Exemples de cinétiques pour les mélanges couscous/semoule 94
4.2 Exemples de cinétiques pour les mélanges couscous/lactose 95
4.3 Variance minimale pour l'ensemble des cinétiques couscous/semoule . . . 96
4.4 Variance minimale pour l'ensemble des cinétiques couscous/lactose 96
4.5 Influence de divers paramètres sur la variance minimale 97
4.6 Variance minimale pour l'ensemble des cinétiques 98
4.7 Les mélanges obtenus face aux standards industriels 98
4.8 Répétabilité du protocole opératoire 99
4.9 Absence de démélange dans le Triaxe® 100
4.10 Temps de mélange t_m pour l'ensemble des cinétiques couscous/semoule . 100
4.11 t_m et vitesses d'agitation pour les mélanges couscous/semoule 101
4.12 t_m en fonction de $v_{\max}$ et de $\theta_{\max}$ pour les mélanges couscous/semoule . . 102
4.13 t_m en fonction de la puissance effective P_{eff} 103
4.14 t_m en fonction de la puissance effective W_{eff} 103
4.15 Temps de mélange t_m pour l'ensemble des cinétiques couscous/lactose . . 105
4.16 t_m et vitesses d'agitation pour les mélanges couscous/lactose 105

4.17 t_m en fonction de v_{max} et de θ_{max} pour les mélanges couscous/lactose . . . 106
4.18 t_m en fonction de la puissance effective P_{eff} . . . 107
4.19 t_m en fonction de la puissance effective W_{eff} . . . 107
4.20 P_{eff} et W_{eff} en fonction du temps de mélange t_m . . . 108
4.21 Utilisation de la corrélation d'ENTROP dans le cas du Triaxe® . . . 109
4.22 Temps de mélange en fonction du produit des vitesses des axes $N_{A_R} \times N_{A_G}$. 109

B.1 Distribution granulométrique des systèmes particulaires utilisés . . . 121
B.2 Distribution granulométrique des mélanges . . . 122

C.1 Dispositif de mesure de la masse volumique tassée . . . 123

D.1 Schéma introduisant les variables utilisées dans les trajectoires du Triaxe® . 125
D.2 Exemple de vitesse normale de bout de pale . . . 130
D.3 Exemple de vitesse tangentielle de bout de pale . . . 131

Liste des tableaux

1.1 Caractéristiques des mélanges de REALPE & VELAZQUEZ (2003) 24
1.2 Coefficients utilisés pour dimensionner des mélangeurs à ruban ou à pales 42

2.1 Différents diamètres caractéristiques des produits 46
2.2 Différentes masses volumiques des produits 46
2.3 Différents indices caractérisant l'écoulement des produits 47
2.4 Résultats des tests de ségrégabilité des mélanges 49
2.5 Caractéristiques de la caméra linéaire Lord DVL 5000 T 57
2.6 Caractéristiques de l'échantillonnage utilisé pour les mélanges 68

3.1 Vitesse linéaire maximale en fonction des vitesses des moteurs 73
3.2 Coefficient de variation de la vitesse linéaire de bout de pale 73
3.3 Influence de $\theta_{\max}$ et de $v_{\max}$ sur le couple effectif 92
3.4 Les différentes relations intégrant les nombres sans dimension définis . . . 92

4.1 Récapitulatif des données pour les 14 expériences choisies 94
4.2 Récapitulatif des temps de mélange pour les mélanges couscous/semoule . 101
4.3 Récapitulatif des temps de mélange observés dans le Triaxe® 104
4.4 Conditions qui permettent le temps de mélange le plus court 108
4.5 Comment mélanger vite et bien en fonction des produits mélangés 110

A.1 Tableau de synthèse des différents types de mélangeurs 120

Liste des symboles

Lettres latines

A_{λ_i}	absorbance d'une substance i qui absorbe à la longueur d'onde λ	–
C_{eff}	couple effectif reçu par le produit	$\text{N}\cdot\text{m}$
c	concentration des molécules de l'espèce i qui absorbent à la longueur d'onde λ	$\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$
C	couple	$\text{N}\cdot\text{m}$
CV	coefficient de variation	–
d_p	diamètre de la particule	m
Fr_{max}	nombre de Froude calculé avec v_{max}	–
g	accélération de la pesanteur	$\text{m}\cdot\text{s}^{-2}$
I_λ^0	intensité du rayon incident	–
I_t	intensité du rayon réfléchi ou transmis	–
j	valeur de niveaux de gris	–
l	trajet optique de la cellule	m
L_{pale}	longueur des pales	m
M	masse de produit	kg
MGV_i	valeur moyenne de niveaux de gris du composant i	–
N	vitesse de rotation de la cuve	$\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$
Z	nombre total d'échantillons	–
z	nombre d'échantillons prélevés	–
N	vitesse de révolution	$\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$
Ne	nombre de Newton	–
N_i	vitesse de révolution dont l'axe est défini en indice	$\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$
Np	nombre de Puissance	–
Np_{max}	nombre de Puissance calculé avec v_{max}	–
P_{eff}	puissance effective reçue par le produit	W
p_i	proportion volumique de produit i	–
P	puissance effective absorbée par le produit	W
r	« intervalle » entre deux échantillons	–

R	rayon de la cuve	m
Re	nombre de Reynolds	–
$Re_{\max}$	nombre de Reynolds calculé avec $v_{\max}$ et C_{eff}	–
s	écart-type observé	–
s^2	variance estimée	–
U_f	tension aux bornes du variateur de fréquence	V
$v_{\max}$	vitesse linéaire maximale de bout de pale	$\mathrm{m \cdot s^{-1}}$
v_0	vitesse initiale horizontale	$\mathrm{m \cdot s^{-1}}$
x_i	composition des échantillons en constituant clé	–
x_m	teneur moyenne estimée	–

Lettres grecques

α	risque lié à l'estimation	–
χ^2_{inf}	valeur inférieure de la fonction discriminante	–
χ^2_{sup}	valeur supérieure de la fonction discriminante	–
ε_{λ_i}	coefficient spécifique d'absorbance molaire de l'espèce i	$\mathrm{mol^{-1} \cdot m^2}$
ε_i	permittivité diélectrique à l'état dense du matériau i	–
ε_m	permittivité diélectrique du mélange des n constituants de proportion p_i	–
μ	teneur moyenne	–
η	viscosité dynamique du fluide	$\mathrm{Pa \cdot s}$
ϕ_j	nombre de pixels dans une image avec un niveau de gris égal à j (fréquence de chaque niveau de gris)	–
ρ	masse volumique aérée du produit	$\mathrm{kg \cdot m^{-3}}$
ρ_s	masse volumique du solide	$\mathrm{kg \cdot m^{-3}}$
σ	écart-type vrai	–
σ^2	variance vraie	–

Indices

0	se rapporte à un essai sans produit	–
A	se rapporte à un axe de révolution	–
à vide	se rapporte à un essai sans produit	–
en charge	se rapporte à un essai avec 48 L de produit	–
G	se rapporte au mouvement de giration	–
M	se rapporte à un moteur	–
R	se rapporte au mouvement de rotation	–

Introduction générale

Le mélange des solides divisés, de poudres ou de milieux granulaires, est une opération clé pour de nombreux domaines industriels — aussi variés que la pharmacie, l'agroalimentaire, l'industrie des ciments, des matières plastiques. Cette opération permet d'atteindre les spécifications et propriétés d'usage des produits formulés car elle est responsable en grande partie de l'homogénéité du produit à l'échelle requise — souvent celle du conditionnement. C'est donc une étape incontournable au cours de laquelle de nombreuses difficultés peuvent survenir. La notion d'homogénéité d'un mélange de solides, indissociable de celles d'échelles d'observation et de ségrégation, est difficile à atteindre par la mesure. La figure 1 illustre ces notions d'échelles de ségrégation et d'observation. En effet, suivant la région de l'image analysée — l'échelle d'observation — la taille minimale de l'échantillon à prélever pour avoir une répartition homogène en « nombre de poisson » — l'échelle de ségrégation, la taille maximale des régions ségrégées — est différente.

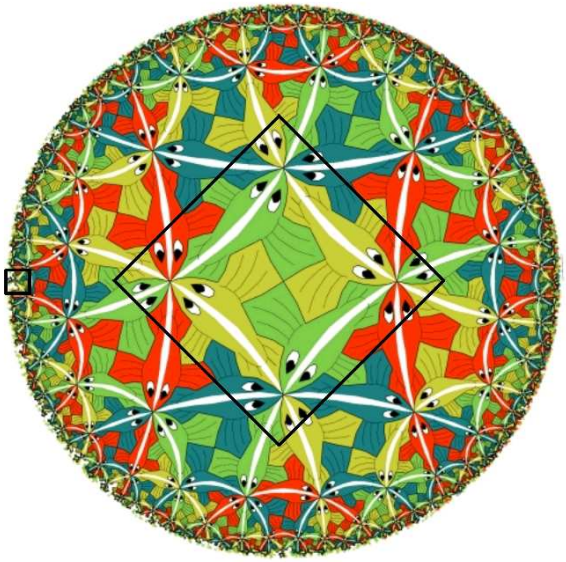


FIG. 1: Oeuvre de Maurits Cornelis ESCHER — 17 juin 1898 – 27 mars 1972 — pouvant illustrer les différentes échelles qui définissent l'homogénéité des mélanges de poudres, les carrés noirs représentent les échelles de ségrégation de deux régions différentes, l'échelle de ségrégation de la figure est la plus grande.

Dans la plupart des cas, on effectue une estimation de l'homogénéité par le biais de

prélèvement d'échantillons, ce qui pose des problèmes techniques et statistiques. Le développement actuel de méthodes de mesure en ligne, non intrusives, devrait toutefois contribuer à une meilleure définition, et par la suite à un meilleur contrôle, de l'homogénéité dans un avenir plus ou moins proche.

A l'inverse du mélange des fluides, les phénomènes réglant le mélange des pulvérulents sont encore mal connus. Ceci étant probablement le fait de la nature mésoscopique de ces milieux et du manque de modèles les décrivant à cette échelle. Il est cependant possible d'utiliser certaines méthodologies classiques en « génie des procédés », comme l'étude de cinétique des mélanges, pour modéliser globalement l'opération. Enfin, s'il est clair que l'opération de mélange a une grande importance dans l'atteinte de l'homogénéité, il est indispensable de considérer l'ensemble du procédé pour atteindre la qualité du mélange. En effet, il existe un grand nombre d'étapes du procédé où la ségrégation peut faire évoluer l'homogénéité comme les étapes de vidange, de transport, de stockage, etc.

Pour qu'un mélange soit homogène, il faut que les différents constituants soient en mouvement. Cette mobilité du mélange est essentiellement due aux mécanismes de convection, de cisaillement et de diffusion, qui sont le résultat des propriétés des particules, du milieu, mais aussi des possibilités technologiques des appareils de mélange. L'opération de mélange peut être réalisée aussi bien par des procédés en continu qu'en discontinu, ce dernier choix étant souvent le résultat de diverses contraintes de production ou d'habitude des différents secteurs d'activité. Il existe un grand nombre de mélangeurs dont les trois principaux types utilisés dans l'industrie sont classés selon que l'agitation est le résultat d'un mobile interne — mélangeurs convectifs — par la mise en rotation de la cuve — mélangeurs à tambour — ou bien encore par le propre écoulement du matériau — mélangeurs statiques. Les mélangeurs actuels sont souvent basés sur un mouvement d'agitation très systématique et ne balayant pas tout le volume à mélanger. Ceci génère des zones mortes et des surfaces libres importantes qui sont propices aux phénomènes de ségrégation. De plus, ils ont en général été développés pour convenir à un cas particulier de mélange. Nous sommes loin du mélangeur universel dont la polyvalence permettrait de mélanger la plupart des produits. Par exemple un industriel de l'agro-alimentaire peut souhaiter mélanger différentes formulation de céréales ayant des caractéristiques d'écoulement très différentes dans un même mélangeur.

Cette thèse s'inscrit dans la lignée de divers travaux réalisés au laboratoire, qui visaient à caractériser la qualité de mélange, certainement l'aspect le plus abordé dans la littérature, ou à étudier les mécanismes de mélange dans différents types de mélangeurs. Ici nous avons voulu étudier l'agitation et l'homogénéité produites par un nouveau type de mélangeur encore peu répandu dans l'industrie.

Le Triaxe® est un mélangeur *batch* dont le mouvement — illustré sur la figure 2 — est basé sur la combinaison de deux axes de révolution pour lesquels les vitesses sont quasiment indépendantes. La combinaison des vitesses permettent au mobile d'agitation de balayer l'intégralité du volume d'une cuve sphérique.

Dans un premier chapitre, nous ferons un point sur les aspects étudiés dans la littérature sur le mélange de poudres. Nous aborderons notamment les différentes échelles qui qualifient l'état de mélange, les points clés de l'échantillonnage, les différents méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange. Nous étudierons les différentes propriétés des poudres et de leur milieu qui influent sur l'écoulement, les mécanismes de mélange et de ségrégation et enfin les différents types de mélangeurs.

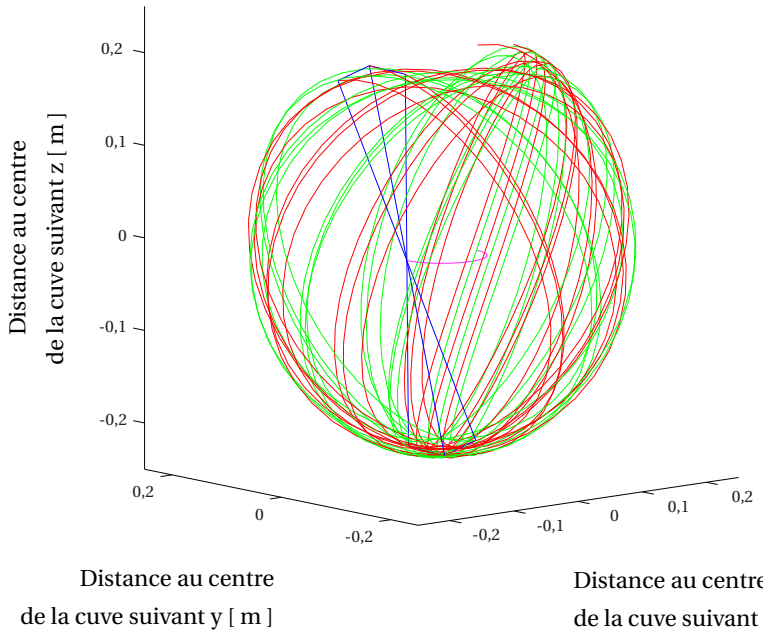


FIG. 2: Un exemple de trajectoire du Triaxe® au bout de 10 secondes de mélange à des vitesses d'agitation relativement faibles (14% de la vitesse maximale de giration et 32% de la vitesse maximale de rotation)

Le deuxième chapitre nous permettra de présenter les dispositifs mis au point et les méthodes expérimentales développées. Après avoir détaillé les systèmes particulaires utilisés, nous présenterons le mélangeur Triaxe® et l'unité pilote complète — intégrant un dispositif de vidange, de transport et d'analyse de la qualité du mélange — mise en place pour cette étude avec notamment l'élaboration d'un logiciel de pilotage du mélangeur et d'analyse d'image en temps réel permettant de mesurer la qualité du mélange.

Dans le troisième chapitre, nous discuterons des résultats obtenus sur l'agitation de différents milieux à écoulement libre ou cohésifs grâce aux mesures de couples en temps réel qui permettent de connaître la puissance consommée par le mélangeur en fonction des différents paramètres opératoires. Ensuite, nous proposerons une représentation adimensionnelle des résultats.

Le quatrième chapitre détaillera enfin l'étude des temps de mélange et de l'homogénéité de différents mélanges binaires réalisés. Nous essaierons de mettre en évidence les mécanismes mis en jeu dans l'appareil étudié et de relier ces résultats à l'étude sur l'agitation afin de déterminer les paramètres opératoires qui permettent un mélange efficace en termes de temps de mélange et de puissance consommée.

CHAPITRE 1

État de l'art

Dans ce premier chapitre, nous ferons un point sur les aspects étudiés dans la littérature sur le mélange de poudres. Nous aborderons notamment les différents mécanismes de mélanges, les propriétés des poudres qui influent sur le mélange, les différents types de mélangeurs et enfin les différentes façons de mesurer l'état de mélange.

1.1 Introduction

D'après MASSOL-CHAUDEUR (2000), le mélange des poudres diffère du mélange des liquides par trois aspects :

– Il n'y a pas de mouvement relatif des particules solides sans apport d'énergie comme pour les liquides ou les gaz. La vitesse d'homogénéisation des poudres ne dépend que des propriétés d'écoulement des particules, des conditions opératoires et des contraintes mécaniques imposées par le dispositif d'agitation.

– Bien que les molécules d'un système liquide monophasé puissent être différentes et diffuser à des vitesses différentes, elles atteindront toujours un état de mélange parfait dans un temps plus ou moins long. L'homogénéisation de solides est, en revanche, souvent accompagnée d'un processus de démélange, qui ne permet souvent pas l'obtention d'un mélange parfait. L'état final d'un mélange est un équilibre entre un processus d'homogénéisation et un processus de démélange.

– Enfin, la taille d'une particule solide est toujours largement plus élevée que celle de n'importe quelle molécule de liquide ou de gaz. Ceci ajoute un ensemble de phénomènes au niveau mésoscopique que l'on ne sait actuellement pas encore bien décrire.

Une fois les particules mises en mouvement, elles peuvent aussi bien se mélanger que ségréger selon le mouvement imposé au système et les caractéristiques des constituants. Ce dernier point est primordial dans toute manutention de mélange de poudre. Ainsi, pour des solides, l'attention ne doit pas seulement porter sur le dimensionnement du mélangeur mais aussi sur la chaîne de production entière, les étapes de transport, de chargement, de vidange et de stockage comprises, afin de minimiser les risques de ségrégation du mélange.

Ainsi, le phénomène de ségrégation est extrêmement lié aux propriétés d'écoulement des particules : une poudre qui ne s'écoule pas bien ne ségrège pas. Par contre, un mélange

de solides différents qui s'écoulent très bien aura tendance à ségréger. Ces considérations sont essentielles dans le choix et le dimensionnement des mélangeurs.

Si le nombre de particules de chaque composant est identique, l'objectif de l'opération de mélange est l'obtention d'une distribution dans laquelle chaque particule d'un constituant est adjacente d'une particule de l'autre composant. Cette configuration du mélange est appelé mélange parfait. Ceci semble peu réalisable dans un contexte industriel et la qualité du mélange que nous cherchons souvent à atteindre est le mélange aléatoire. Les particules qui constituent le mélange sont distribuées de façon aléatoire, si la probabilité de trouver une particule de l'un des constituants est la même en tout point du mélange, et ceci pour une taille d'échantillon donnée. Pour obtenir cet état de mélange, il faut que les propriétés des poudres soient relativement proches afin d'éviter tout démélange.

Lorsqu'il existe des forces d'attraction interparticulaires pour des particules de nature différentes, on peut obtenir un état de mélange ordonné. Par exemple, dans le cas où les particules seraient de tailles très différentes, grâce aux forces de Van der Waals, les fines particules peuvent venir adhérer sur les plus grandes particules formant un certain ordre lors du mélange.

Si les composants sont complètement séparés on parle de mélange ségrégé. Au cours d'une action de mélange, on tend à s'éloigner de ce type de mélange pour se rapprocher d'un mélange aléatoire considéré comme étant un état où l'on obtient la meilleure distribution des composants dans le mélange.

La figure 1.1 montre les différents états de mélange de solides divisés théoriques.

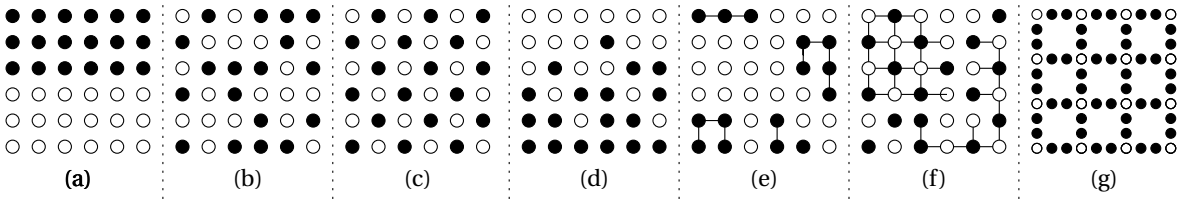


FIG. 1.1: Différents états d'un mélange binaire : (a) complètement ségrégé ; (b) aléatoire ; (c) parfait ; (d) partiellement ségrégé ; (e) cohésif ségrégé ; (f) partiellement ordonné ; (g) parfaitement ordonné d'après HERSEY (1975)

1.2 L'état de mélange : un concept à plusieurs échelles

D'après BERTHIAUX (2002), la qualité d'un mélange se définit par l'usage vers lequel le produit est destiné. Cette notion d'usage est intimement liée à l'échelle d'observation qui fixe la taille de l'échantillon que l'on doit prélever et qui sert à étudier la qualité du mélange. En effet, la qualité du mélange exigée pour un comprimé pharmaceutique peut être la même que pour un sac d'engrais mais pour des échelles d'observation différentes. Il est donc inutile de réaliser un mélange intime à l'échelle des particules mais plutôt à l'échelle liée aux conditions d'utilisation que l'on appelle « échelle d'observation ».

En première approche, cette échelle peut correspondre à la quantité de matière présente dans le volume du conditionnement élémentaire d'un mélange (comprimé, gélule, sachet, sac). Mais si l'atteinte d'une propriété d'usage est spécifiée pour une fraction de ce conditionnement, comme c'est le cas des comprimés sécables en pharmacie, l'échelle d'observation devra être définie plus finement.

La notion d'intensité de ségrégation (cf. figure 1.2) introduite par DANCKWERTS (1952) définit un aspect de la qualité du mélange : l'homogénéité du mélange à l'échelle de l'échantillon. Plus l'intensité de ségrégation diminue, plus la composition de chaque échantillon est proche de la composition moyenne du mélange.

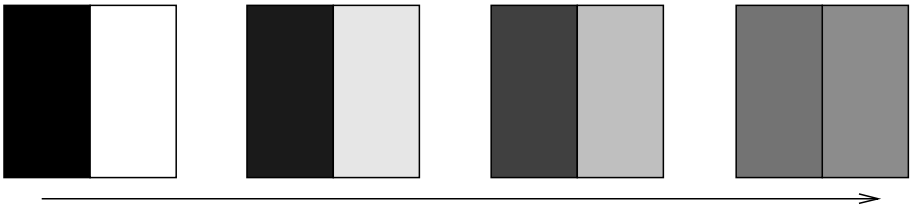


FIG. 1.2: Notion d'intensité de ségrégation d'après SCHOFIELD (1970)

Cette notion est quantifiée par la variance : si l'ensemble du mélange peut être divisé en Z échantillons de composition en un constituant x_i, on définit la variance σ^2 de ces teneurs par :

$$\sigma^2 = \frac{1}{Z}\sum_{i=1}^{Z}\left(x_i - \mu\right)^2 \tag{1.1}$$

Avec :	Z	nombre total d'échantillons	[−]
	x_i	composition des échantillons en constituant clé	[−]
	μ	teneur moyenne	[−]

On peut noter que dans l'industrie pharmaceutique on utilise, en lieu et place de la variance, le coefficient de variation (cf. équation (1.2)). Ce dernier étant l'écart type ramené à la moyenne, il permet de comparer la qualité de mélanges ayant des compositions différentes. Pour caractériser un bon mélange il doit donc être le plus petit possible et inférieur au standard industriel de 6%.

$$CV = \frac{\sigma}{\mu} \tag{1.2}$$

La variance est une caractéristique macroscopique de l'homogénéité du mélange. Plus cette valeur est grande, plus les valeurs des compositions sont éloignées les unes des autres, et plus le mélange est hétérogène. Une diminution de la variance correspond donc à une diminution de l'intensité de ségrégation du mélange.

Mais deux mélanges de mêmes variances peuvent avoir des structures totalement différentes, celles-ci pouvant avoir une répercussion sur l'usage recherché du produit. Imaginons par exemple que la figure 1.3 représente la teneur en principe actif de différents comprimés pharmaceutiques. Les variances sont identiques dans les deux cas. Pourtant, dans le cas (a), le patient subira un surdosage en principe actif au début du traitement et un sous dosage à la fin. En revanche, dans le cas (b) la répartition du principe actif semble plus acceptable.

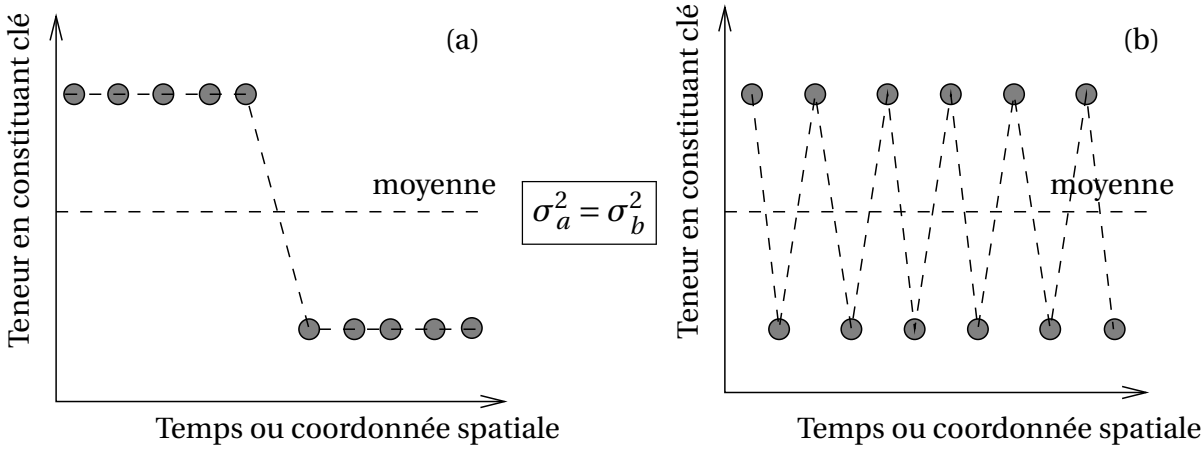


FIG. 1.3: Deux mélanges ayant la même intensité de ségrégation globale peuvent avoir des structures radicalement différentes BERTHIAUX (2002)

La notion d'homogénéité de mélange est donc intimement liée à la définition et à la manipulation de deux échelles :

1. celle d'observation, à laquelle on désirerait que des propriétés d'usage soient garanties, et
2. celle de ségrégation, qui correspond à ce qu'un procédé de mélange peut effectivement produire.

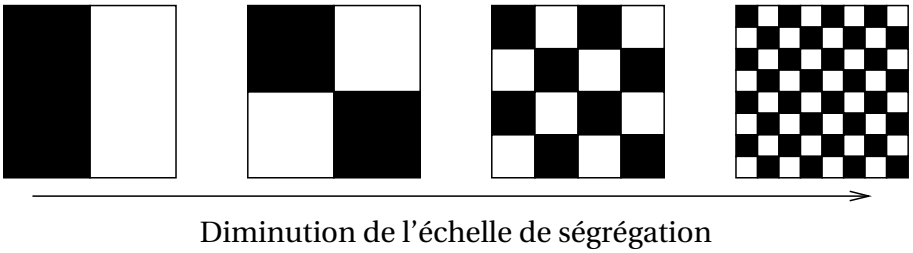


FIG. 1.4: Notion d'échelle de ségrégation d'après SCHOFIELD (1970)

Sur la figure 1.4 est représenté un mélange ayant une intensité de ségrégation — une variance — constante mais dont l'échelle de ségrégation — la taille maximale des régions ségrégées — diminue. Plus cette échelle de ségrégation diminue, plus la taille des régions de ségrégation du mélange diminue.

Il est donc bien nécessaire de définir un autre critère macroscopique, retranscrivant cette fois la structure d'un mélange. Considérons en effet deux échantillons séparés par un intervalle r (qui peut représenter un temps ou bien une distance) et pris parmi une série de Z données consécutives. Selon la structure du mélange et la distance entre les prélèvements, les compositions de ces échantillons peuvent être plus ou moins dépendantes les unes des autres. DANCKWERTS (1952) et SCHOFIELD (1970) ont proposé de quantifier cet effet par l'étude de la fonction d'autocorrélation normalisée par la variance (ou de sa représentation graphique, un autocorrélogramme), définie par :

$$R(r) = \frac{\sum_{i=1}^{Z-r} \left(x_i - \mu\right)\left(x_{i+r} - \mu\right)}{\sum_{i=1}^{Z} \left(x_i - \mu\right)^2} \tag{1.3}$$

Avec : r « intervalle » entre deux échantillons [−]

Lorsque cette fonction s'annule, les compositions des échantillons situés au delà de la « distance » r_0 correspondante se compensent et peuvent être considérées indépendantes : un écart à la valeur moyenne sur un échantillon n'a pas de répercussion pour tout échantillon situé à une distance plus grande que r_0. On peut donc estimer que r_0 correspond à une longueur de mélange caractéristique de la structure, mais aussi qu'il définit une échelle au-delà de laquelle on peut considérer que les propriétés macroscopiques sont atteintes. Cette échelle, que l'on peut définir mathématiquement comme l'aire sous la courbe avant annulation de la fonction d'autocorrélation (cf. figure 1.5), est appelée « échelle de ségrégation ».

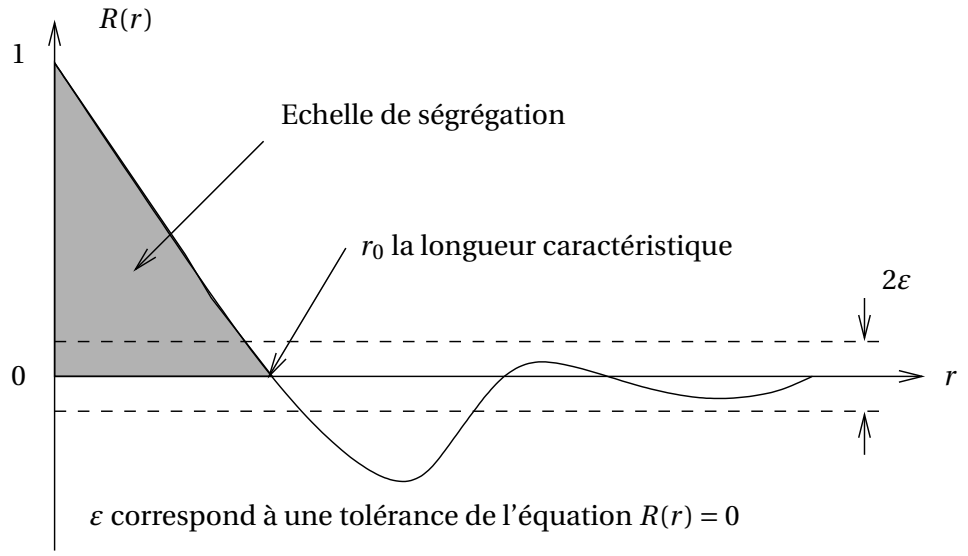


FIG. 1.5: Allure typique d'un autocorrélogramme montrant les différentes notions associées BERTHIAUX (2002)

Optimiser une opération de mélange de solides divisés sur la base de l'homogénéité reviendra donc à faire coïncider ces deux échelles en agissant sur les actionneurs (conditions opératoires) du mélangeur.

1.3 Échantillonnage : estimation de la qualité du mélange

1.3.1 Estimation et statistiques

Bien souvent, on ne peut pas avoir accès à tout le mélange pour mesurer sa qualité. On a donc recourt à un prélèvement d'échantillons dont l'analyse doit permettre d'estimer la qualité du mélange. Estimer, c'est au fond, considérer comme acceptable des valeurs dont

on sait qu'elles sont entâchées d'erreurs. Tout le problème est donc de limiter ces erreurs, voire de les estimer elles-mêmes !

Tout d'abord, il faut utiliser une technique de prélèvement adaptée et s'assurer de la validité statistique de la mesure. Mais ceci comporte deux points clés que sont la taille des prélèvements et, surtout, le nombre d'échantillons prélevés et la localisation des échantillons.

Le contrôle de l'homogénéité est un poste coûteux en temps et en argent. Mais il ne faut surtout pas le négliger et diminuer le nombre de prélèvements et/ou augmenter la taille de chaque prélèvement. En effet, on obtiendrait une estimation de l'homogénéité à une échelle plus grande que celle d'observation et on prendrait le risque de ne pas atteindre les propriétés recherchées à cette échelle.

La seule alternative possible est donc de prélever un nombre suffisant d'échantillons. Dans ce cas, pour z échantillons considérés à la « taille » de l'échelle d'observation, nous pouvons à nouveau définir la teneur moyenne x_m et la variance s^2

$$x_m = \frac{1}{z}\sum_{i=1}^{z} x_i \tag{1.4}$$

$$s^2 = \frac{1}{z-1}\sum_{i=1}^{z} (x_i - x_m)^2 \tag{1.5}$$

Avec :	z	nombre d'échantillons prélevés	[−]
	s	écart-type observé	[−]

En ne prélevant que z échantillons parmi Z, on commet une certaine erreur que l'on peut estimer par le biais de la notion d'inférence statistique. Ceci permet de calculer l'erreur faite pour un certain niveau de confiance à atteindre sur la variance, et selon le nombre de prélèvements effectués. Dans le domaine du mélange et de l'échantillonnage, on utilise habituellement la fonction discriminante χ^2, ce qui définit un intervalle de confiance non centré sur la variance

$$I_\alpha^\chi = \left[s^2 \frac{z-1}{\chi^2_{\text{inf}}(\alpha)}; s^2 \frac{z-1}{\chi^2_{\text{sup}}(\alpha)} \right] \tag{1.6}$$

Avec :	α	risque lié à l'estimation	[−]
	χ^2_{inf}	valeur inférieure de la fonction discriminante	[−]
	χ^2_{sup}	valeur supérieure de la fonction discriminante	[−]

Dans ce cas, il faut avoir recours à des tables comme celle répertoriées par MOTHES (1969) pour avoir accès aux valeurs des paramètres χ^2_{inf} et χ^2_{sup} selon le risque fixé. Il faut noter que, non seulement l'erreur dans l'estimation de la qualité du mélange peut être très importante, mais aussi qu'on ne peut la réduire significativement qu'en augmentant z d'une manière drastique. Ainsi comme le montre la figure 1.6, le gain de réduction d'un intervalle de confiance à 95% défini par la loi du χ^2 devient minime pour $z \geq 100$.

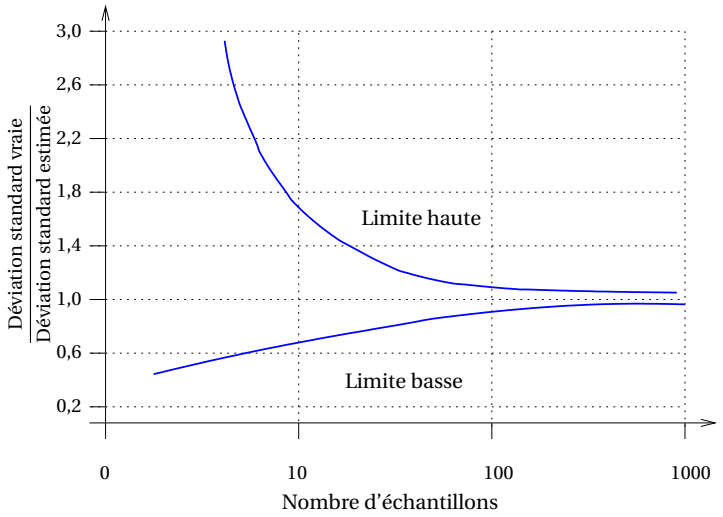


FIG. 1.6: Évolution selon la loi du χ^2 et avec le nombre d'échantillons, des valeurs des bornes d'un intervalle de confiance (normé par la variance vraie) à 95% d'après SCHOFIELD (1976)

On peut noter qu'il existe des standards donnés par la pharmacopée européenne portant sur le coefficient de variation CV basé sur l'échantillonnage, x_i et x_m.

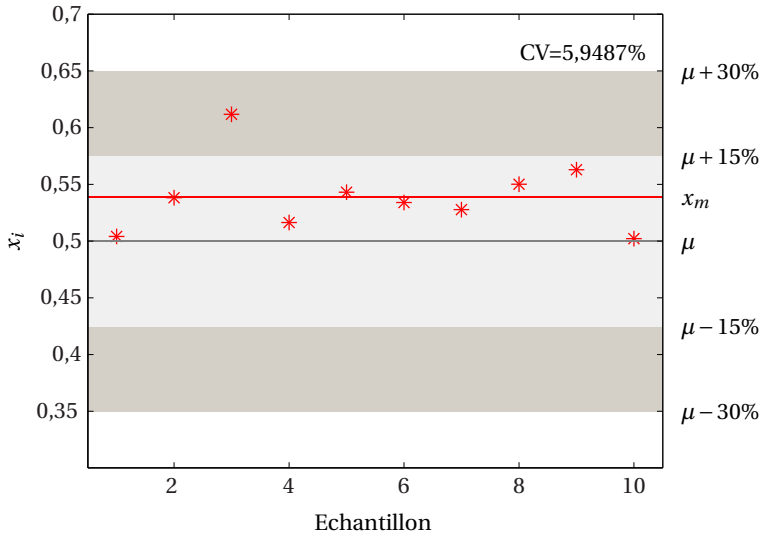


FIG. 1.7: Un exemple de mélange en accord avec les standards industriels de la pharmacopée européenne ; $\mu = 0{,}50$, $x_m = 0{,}5391$, $CV = 5{,}9478\,\%$

Un exemple de mélange qui satisfait ces standards est représenté figure 1.7 : pour un mélange donné, le CV estimé doit être inférieur à 6% afin de s'assurer que l'ensemble des échantillons ne diverge pas trop de la composition souhaitée. Chaque échantillon doit avoir une composition x_i appartenant à l'intervalle $[\mu-30\%, \mu+30\%]$ afin de vérifier qu'il n'y ait pas d'échantillon ayant une composition trop éloignée de celle voulue. Enfin la composition moyenne x_m doit appartenir à l'intervalle $[\mu-15\%, \mu+15\%]$, ce qui d'une certaine manière « valide » l'échantillonnage. Si ce n'est pas le cas, deux solutions sont possible : soit le régime permanent n'est pas atteint dans un mélangeur continu, soit le

plan d'échantillonnage n'est pas convenable, par exemple parce qu'il existe une zone morte non échantillonnée.

1.3.2 Méthodes d'échantillonnage

Pour échantillonner un mélange de solides divisés, il existe typiquement deux possibilités :

– De manière statique, en effectuant des prélèvements à l'intérieur de la chambre de mélange, ce qui n'a de sens que dans le cas d'un procédé discontinu.

– De manière dynamique, en prélevant au sein d'un écoulement survenant au moment de la vidange d'un mélangeur discontinu, ou encore en sortie d'un mélangeur (ou d'une ligne) en continu.

Le prélèvement

Quel que soit l'outil de prélèvement, celui-ci se décompose en trois étapes (cf. figure 1.8) :

– l'intégration qui consiste à sélectionner les points de prélèvement,

– la découpe qui est la matérialisation géométrique de ces points (définissant un prélèvement modèle),

– la prise qui est la matérialisation physique de ces points (définissant le prélèvement réel).

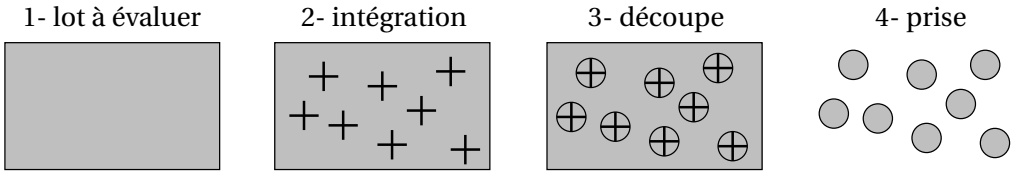


FIG. 1.8: Différentes étapes d'un prélèvement dans un mélange

La nature discrète des solides divisés fait que ces trois phases engendrent des erreurs. En effet, lors de la découpe, il existe une incertitude quant aux particules qui se trouvent sur le tranchant de l'outil de prélèvement.

Les différentes lois d'intégration

Il existe des échantillons de lots à zéro, une, deux ou trois dimensions.

Lot à trois dimensions : Il correspond au type d'échantillon que l'on prélève directement dans un mélangeur. L'échantillonnage n'est pas représentatif de la qualité du mélange.

Lot à deux dimensions : Il correspond aux mélanges qui ont une dimension peu variable comme les mélangeurs à cuve tournante dont on peut prélever une colonne de section constante qui recoupe toute l'épaisseur du mélange. On choisit, on échantillonne, un point de coordonnées (x, y) sur une coupe du mélangeur et on prélèvre sur l'ensemble de l'axe des z. L'échantillonnage n'est toujours pas représentatif de la qualité du mélange et dans ces lots comme dans ceux à trois dimensions, certains éléments ont peu, voire aucune probabilité d'être prélevés.

Lot à une dimension : La section du lot, perpendiculairement à une direction donnée, est peu variable. C'est ce type de lot que l'on retrouve dans les veines obtenues en sortie de mélangeur ou sur une bande transporteuse. L'épaisseur et la largeur de la veine sont constantes. On choisit un point de coordonnée x le long d'une veine et on prélève l'ensemble de la coupe suivant y et z. Ce type d'échantillonnage est simple à réaliser, il est représentatif si l'on prend bien en compte toute la section de la veine.

Lot à zéro dimension : Par convention, ce sont des lots divisés en un grand nombre d'unités de masse peu variables. C'est le cas par exemple des comprimés pharmaceutiques et ce cas ne pose en général pas de problème de prélèvement d'échantillonnage

Pour optimiser l'étape d'intégration, il est recommandé de mettre le mélange sous forme de lot à zéro ou une dimension. Cela peut se faire en vidangeant le contenu à échantillonner sur une bande transporteuse par exemple.

D'après MUZZIO *et al.* (1997), les deux règles d'or de l'échantillonnage des poudres sont :

– une poudre ne doit être échantillonnée qu'en mouvement,

– un échantillon doit être pris sur l'intégralité d'une ligne du procédé pendant un laps de temps.

Sachant cela, on peut ensuite utiliser une des lois d'intégration suivantes :

– l'intégration au hasard (cf. figure 1.9) : on réalise n prélèvements sélectionnés au hasard le long de la veine ;

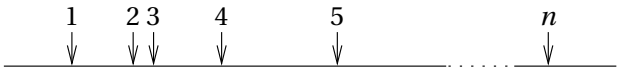


FIG. 1.9: Schéma d'une loi d'intégration au hasard d'après MASSOL-CHAUDEUR (2000)

– l'intégration systématique avec implantation au hasard (cf. figure 1.10) : on choisit au hasard un point M comme origine et on réalise n prélèvements espacés d'une distance régulière du point M ;

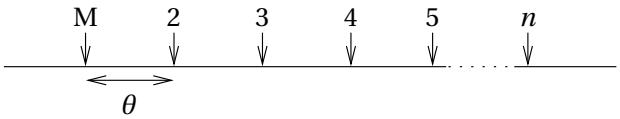


FIG. 1.10: Schéma d'une loi d'intégration systématique avec implantation au hasard d'après MASSOL-CHAUDEUR (2000)

– l'intégration stratifiés au hasard (cf. figure 1.11) : on segmente la veine en n segments égaux et on réalise un prélèvement au hasard par segment.

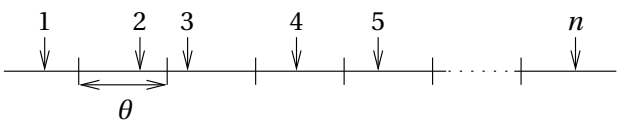


FIG. 1.11: Schéma d'une loi d'intégration stratifiée au hasard d'après MASSOL-CHAUDEUR (2000)

Échantillonnage statique

Lors d'un échantillonnage statique, on a souvent recours à des sondes voleuses (cf. figure 1.12) qui sont introduites dans la masse considérée, et dans lesquelles viennent s'infiltrer (souvent par gravité) les particules. Dans cette famille, on distingue :

- des sondes à prélèvement latéral (ou encore « à logettes »)
- des sondes à prélèvement en tête de canne dont il existe plusieurs types.

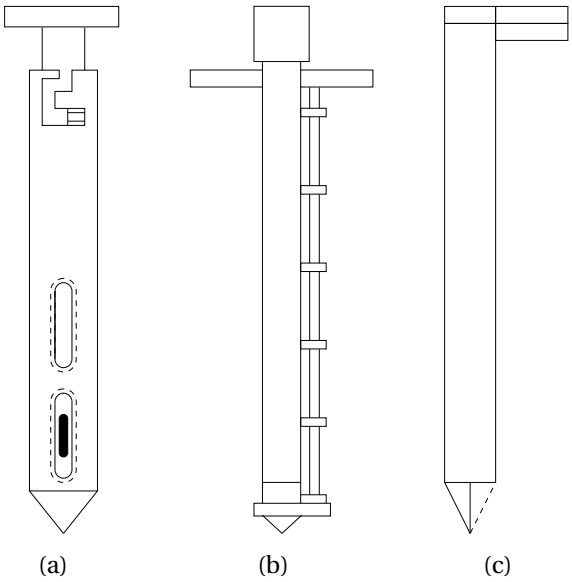


FIG. 1.12: Différents types de sondes utilisées pour l'échantillonnage des mélanges d'après MUZZIO *et al.* (1997) : (a) Sonde Globe Pharma à prélèvement latéral ; (b) Sonde Slug à prélèvement en tête ; (c) Sonde Rutgers à prélèvement en tête

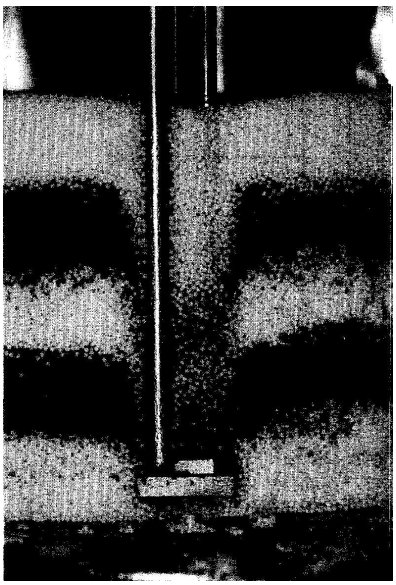


FIG. 1.13: Perturbation induite par une sonde de prélèvement d'après MUZZIO *et al.* (1997)

La prise d'un échantillon par une sonde provoque un entraînement des particules se situant sur le trajet de celles-ci (cf. figure 1.13).

Les grosses particules peuvent être éliminées du prélèvement au moment de la prise si elles se trouvent à la limite de l'ouvertue de la sonde, et les sondes ayant des cavités latérales ont souvent un problème supplémentaire : les poudres cohésives ne pénètrent pas facilement dans les cavités, ce qui fausse grandement les résultats de l'échantillonnage. D'après MUZZIO *et al.* (1997) l'erreur d'échantillonnage peut aller jusqu'à 300 %.

L'utilisation des sondes voleuses reste une technique laborieuse décriée notamment par BERMAN *et al.* (1996). Ils montrent qu'une même sonde voleuse utilisée dans différentes conditions, ou que deux sondes voleuses utilisées dans des conditions semblables, peuvent extraire des échantillons différents à partir de la même population et donc conduire à des résultats d'analyses complètement différents.

Comme on peut le lire dans l'article de STANIFORTH (1982), lors d'un échantillonnage classique, la variance expérimentale, σ_e^2, est la somme de la variance vraie résultante du procédé de mélange, σ_m^2, de la variance introduite par l'erreur d'échantillonnage, σ_s^2, et de la variance liée à l'analyse de l'échantillon, σ_a^2.

$$\sigma_e^2 = \sigma_m^2 + \sigma_s^2 + \sigma_a^2 \tag{1.7}$$

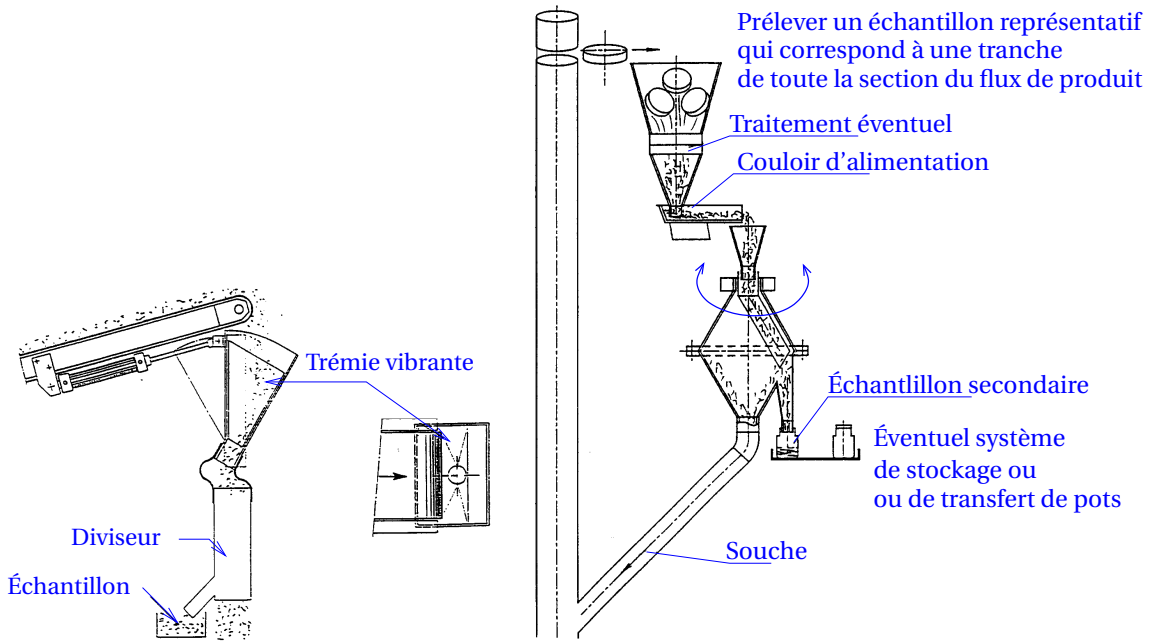
Dans un cas idéal, σ_s^2 et σ_a^2 sont négligeables devant σ_m^2 et σ_e^2 est environ égale à σ_m^2. Malheureusement, une sonde voleuse peut biaiser très fortement la mesure. σ_s^2 n'est plus négligeable et on ne peut alors pas estimer correctement la qualité du mélange analysé.

De plus, du fait de contraintes industrielles, il est rarement pratique de prendre plus de 10 ou 20 échantillons avec des sondes voleuses dans un équipement industriel, ce qui rend impossible toute caractérisation représentative de l'ensemble des régions du mélangeur.

Par exemple, dans le secteur de la pharmacie, la validation industrielle se fait à l'échelle $1/10^{ème}$. Ensuite on ne fait que du contrôle de routine sur le mélangeur et du contrôle libératoire sur les comprimés.

Échantillonnage dynamique

Pour éviter l'utilisation de ces sondes, on peut avoir recours à un échantillonnage dynamique. Il existe par exemple des systèmes de prélèvements en sortie de bande transporteuse (cf. sous-figure 1.14 (a)) ou par diviseur rotatif (cf. sous-figure 1.14 (b)).



(a) prélèvement par bande transporteuse (b) prélèvement par diviseur rotatif

FIG. 1.14: Schéma de systèmes industriels de prélèvement d'après FORRATECHNIC (France)

Ces échantillonneurs ne permettent en général pas d'obtenir des échantillons de faibles masses et sont mal adaptés aux lots pulvérulents et cohésifs (MASSOL-CHAUDEUR (2000)).

Pour éviter de perturber le mélange en prenant les échantillons, des méthodes de mesure non intrusives ont été mises au point et feront l'objet de la section suivante qui détaille les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange. Ces méthodes non intrusives combinent la « prise » des échantillons et leur analyse sans les retirer du reste du mélange.

1.4 Les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange

Les méthodes de mesures « en ligne » effectuent des échantillonnages directement sur la chaîne de production.

D'après WEINEKOTTER & REH (1994), les méthodes « en ligne » incluent les méthodes *in-situ* et les méthodes *in-line* — « dans la ligne » en français. Une mesure *in-situ* définit une mesure intégrale des propriétés du matériau au niveau d'une coupe d'un réacteur, d'une conduite etc. Les méthodes *in-line* représentent une mesure locale et rapide où le matériau analysé passe devant une sonde. Ces deux types de méthodes appartiennent aux groupes des méthodes « en ligne » — *on-line* en anglais — mais évitent l'échantillonnage et la préparation des échantillons nécessaires pour les autres techniques de mesure « en ligne ».

Comme démontré dans la section 1.3 la meilleure façon d'échantillonner est de prélever dans l'écoulement et de prendre le maximum d'échantillons possible. Si l'on prend un grand nombre d'échantillons et que l'on utilise une analyse chimique, on perd une grande quantité de produit. D'autre part, si l'on utilise une technique d'analyse intrusive, on perturbe le mélange. Il est donc préférable d'utiliser une méthode non intrusive et non destructive.

Quelques unes de ces différentes méthodes sont décrites dans la suite de cette partie. Elles peuvent permettre, en outre, le calcul en temps réel des grandeurs qui caractérisent l'état de mélange, dans la mesure où la partie sensible de l'analyseur voit un échantillon réellement représentatif de la composition des mélanges étudiés... Il devient alors imaginable d'utiliser ces techniques pour contrôler et réguler les propriétés de mélange.

1.4.1 Les méthodes capacitives

Le concept de la mesure capacitive a été utilisé pour la première fois par Abel en 1826, pour un objet de géométrie axi-symétrique. Mais ce n'est que dans le milieu des années 1980 qu'un projet sur la tomographie capacitive électrique pour visualiser des écoulements multi-composants a débuté à l'UMIST — cf. UMIST (2007) — qui n'a de cesse d'améliorer ses méthodes et ses dispositifs d'imagerie depuis le début des années 1990.

Une nouvelle méthode de suivi de mélange par mesure de la capacitance électrique a été mise au point au Laboratoire de Physique des Systèmes Désordonnés de Marseille par DALLOZ-DUBRUJEAUD *et al.* (2000). Cette méthode ne permet pas de reconstruire une image du milieu mais a l'avantage de réduire la phase du traitement des données. EHRHARDT *et al.* (2003) poursuivent le développement de cette méthode à la décharge d'un mélangeur statique (cf. figure 1.15). Cette méthode, en cours de développement, permet de remonter aux propriétés globales (composition) d'un mélange en écoulement. Le principe consiste à mesurer la capacité électrique du mélange qui passe entre deux électrodes d'un condensateur (cf. figure 1.16).

La mesure ne dépend que de la géométrie du capteur et de la permittivité du milieu entre les deux électrodes et il est possible de connaître la permittivité diélectrique de mélange après étalonnage du capacimètre. L'idée est ensuite d'en déduire la composition du milieu, si toutefois le contraste de permittivité des produits est suffisant.

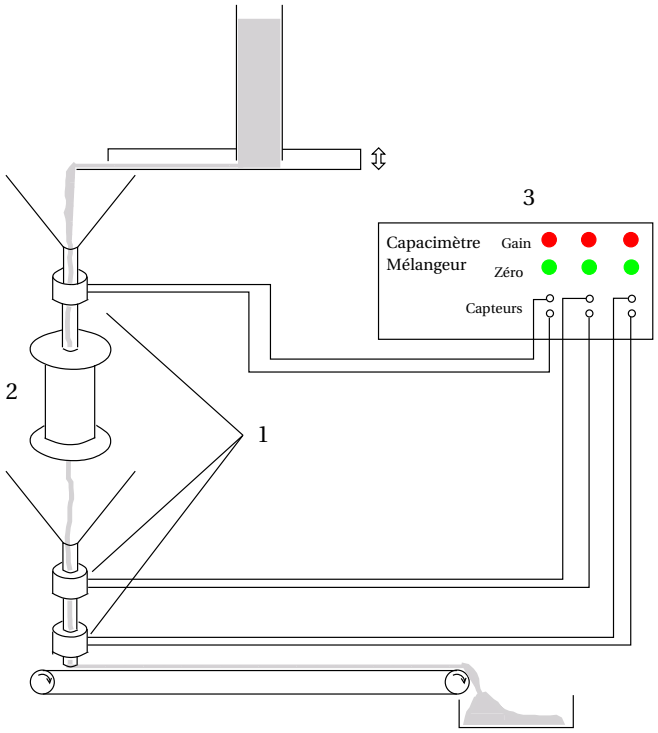


FIG. 1.15: Croquis de l'installation expérimentale montrant les sondes (1), le mélangeur statique (2) et le capacimètre (3) d'après EHRHARDT *et al.* (2005)

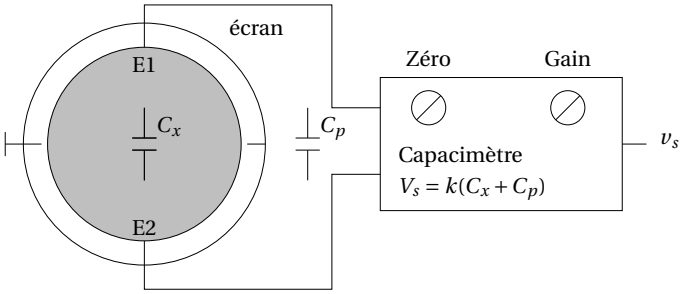


FIG. 1.16: Schéma du principe de mesure de la capacité électrique d'après EHRHARDT *et al.* (2003)

Il faut noter que cette mesure globale fait une moyenne des caractéristiques diélectriques du mélange qui s'écoule entre les deux électrodes. Le milieu à échantillonner est considéré comme une structure unidimensionnelle et la proportion de chacun des constituants est identique en tout point d'une section donnée. En d'autres termes, la mesure capacitive considère le milieu comme un milieu homogène de propriétés égales aux propriétés moyennes mesurées. De ce fait, l'analyse des résultats se fait en général grâce à la théorie du milieu effectif. Ce milieu possède les même propriétés que le milieu réel, ce qui permet d'utiliser les grandeurs correspondant aux propriétés globales du milieu en s'affranchissant de la complexité réelle du milieu.

En général, on utilise la formule de BRUGGEMAN (1935), symétrisée par Landauer et citée parmi les modèles les donnant les meilleurs résultats par GUILLOT (1992)

$$\sum_{i=1}^{n} \frac{\varepsilon_m - \varepsilon_i}{\varepsilon_i + 2\varepsilon_m} \times p_i = 0 \tag{1.8}$$

Avec :	p_i	proportion volumique de produit i	[–]
	ε_i	permittivité diélectrique à l'état dense du matériau i	[–]
	ε_m	permittivité diélectrique du mélange des n constituants de proportion p_i	[–]

Ces méthodes présentent des résultats très encourageants, moyennant quelques restrictions. En effet, il est impossible d'analyser les mélanges dont les constituants ont des permittivités proches.

1.4.2 Les méthodes optiques

Récemment, de nombreux auteurs, dont STEINMETZ *et al.* (1996); POUX *et al.* (1995, 1991); WEINEKOTTER & REH (1994) ont utilisé ces méthodes pour mesurer les concentrations en constituant clé des échantillons analysés.

Le principe est relativement simple : un laser émet de la lumière qui transite par une fibre émettrice et une fibre réceptrice conduit vers un détecteur la lumière réfléchie par les particules (cf. figure 1.17).

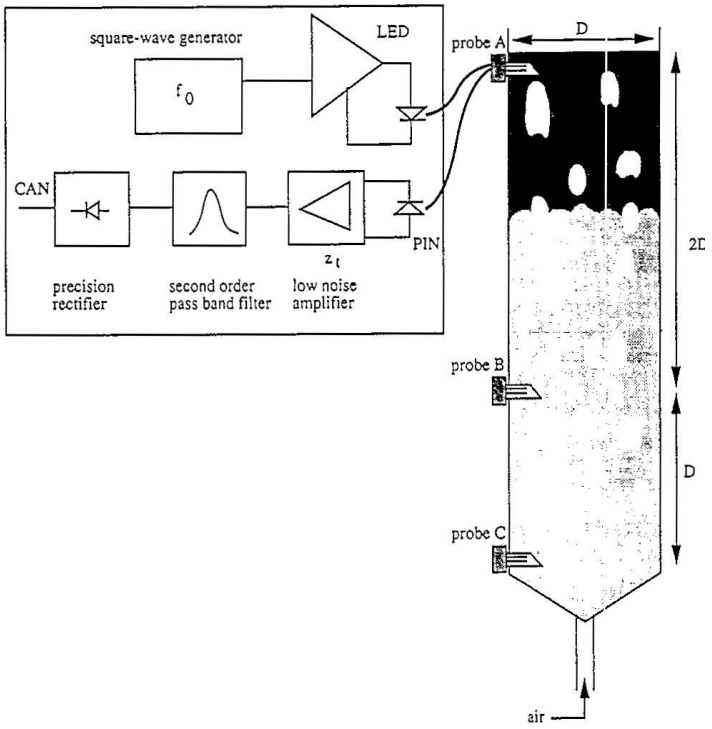


FIG. 1.17: Schéma de conception du capteur optique de POUX *et al.* (1995)

Sur la figure 1.18 on note que les signaux normalisés sont fortement dépendant de la taille des particules. Seuls des particules ayant des distributions de tailles rapprochées peuvent être analysées avec ce type de méthode.

Par ailleurs, POUX *et al.* (1995) ont montré que la tension de sortie du détecteur peut facilement être reliée à la concentration, mais que la sensibilité du détecteur diminue

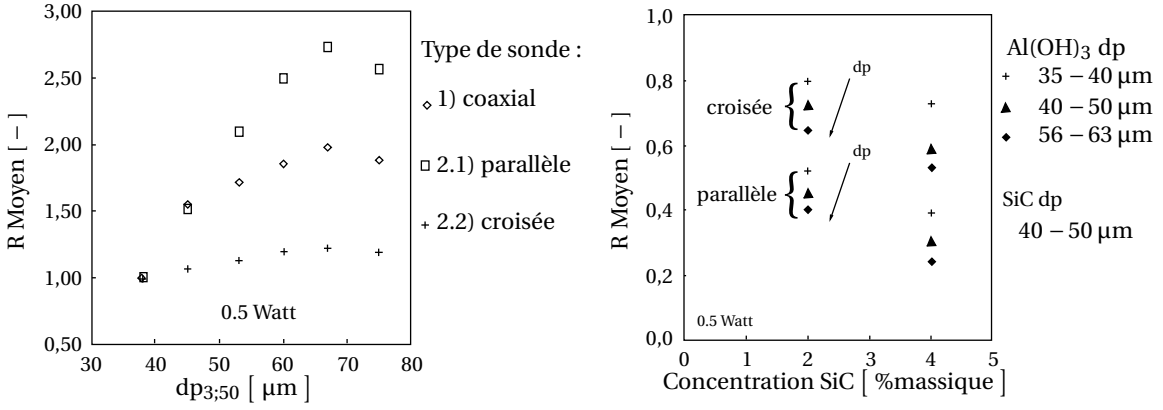


FIG. 1.18: (a) Signaux de réflexion relative en fonction de la taille des particules d'$Al(OH)_3$ mesurés avec 3 types de sondes d'après WEINEKOTTER & REH (1994) ; (b) Signaux de réflection relative mesurés avec des sondes croisées et parallèles en fonction de la concentration en SiC pour différentes tailles de particules de $Al(OH)_3$

fortement quand la concentration du mélange dépasse 40 % (cf. figure 1.19).

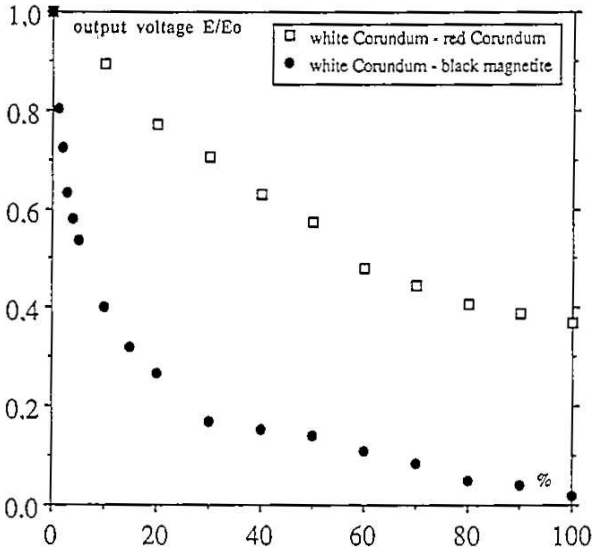


FIG. 1.19: Courbes de calibration obtenues par POUX *et al.* (1995)

Ces méthodes ont de bons résultats, mais ne permettent pas une vision globale du mélange et l'étape du traitement du signal semble assez lourd.

1.4.3 Les méthodes proche infrarouge

La spectroscopie proche infrarouge (PIR) est une technique d'analyse qui permet de remonter à la composition chimique beaucoup plus rapidement que les dosages chimiques classiques. L'analyse proche infrarouge permet des analyses multicomposants simultanées avec une grande rapidité, une faible quantité de produit qui peut être récupéré si nécessaire, un coût d'analyse faible (généralement pas de solvant et cellule d'analyse robuste, possibilité d'utiliser le verre comme fenêtre). La grande souplesse d'adaptation du matériel

pour le contrôle en ligne permet l'utilisation de cette technique dans de nombreux sites avec l'aide des fibres optiques par exemple.

La bande spectrale dite du proche infrarouge s'étend de 1100 à 2500 nm, on y trouve les harmoniques d'élongation et de vibration des liaisons d'un grand nombre de groupements fonctionnels de molécules organiques. Un spectromètre est constitué d'une source lumineuse couvrant cette bande spectrale, d'un système optique de focalisation,d'un monochromateur, et d'un capteur. Il génère donc un faisceau monochromatique qui vient frapper l'échantillon, dont une partie de l'énergie est absorbée. Cette « absorbance » est mesurée soit dans le faisceau réfléchi « réflectance », soit dans le faisceau ayant traversé l'échantillon. Cette absorbance est proportionnelle à la quantité de liaisons qui absorbent, elle suit une loi de Beer-Lambert

$$A_\lambda = \log \frac{I_\lambda^0}{I_\lambda^t} = \sum_i \varepsilon_{\lambda_i} l c_i \tag{1.9}$$

Avec :	A_{λ_i}	absorbance d'une substance i qui absorbe à la longueur d'onde λ	[–]
	I_λ^0	intensité du rayon incident	[–]
	I_t	intensité du rayon réfléchi ou transmis	[–]
	ε_{λ_i}	coefficient spécifique d'absorbance molaire de l'espèce i	$[\,\mathrm{mol}^{-1}\cdot\mathrm{m}^2\,]$
	l	trajet optique de la cellule	[m]
	c	concentration des molécules de l'espèce i qui absorbent à la longueur d'onde λ	$[\,\mathrm{mol}\cdot\mathrm{m}^{-3}\,]$

BAKEEV (2003) présente les applications en proche infra rouge pour les industries pharmaceutiques. Quelques exemples d'utilisation de la spectroscopie en PIR sont donnés : mesure de l'humidité, suivi de réactions et détermination de polymorphes.

BERNTSSON *et al.* (2002) ont réalisé un suivi de mélange de poudres dans un mélangeur Nauta® grâce à la spectroscopie PIR (cf. figure 1.20).

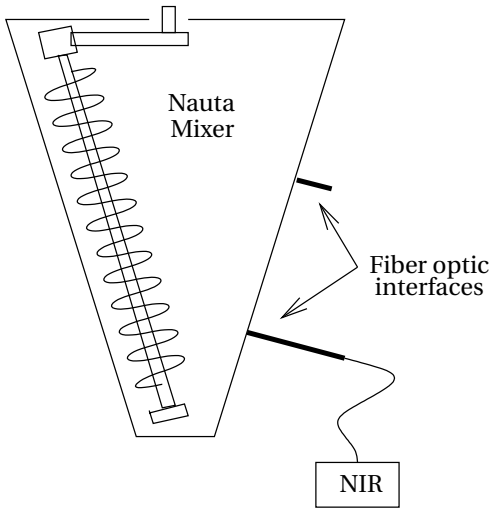
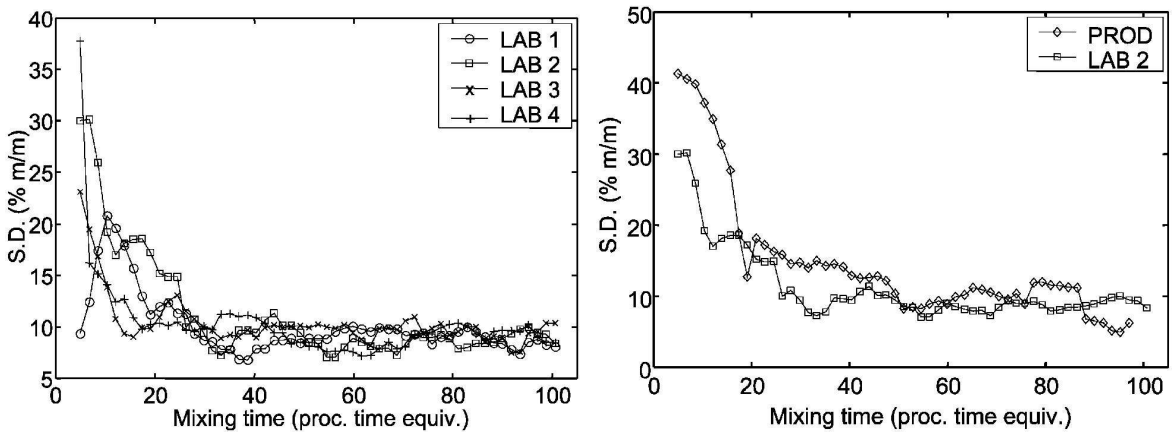


FIG. 1.20: Schéma du mélangeur Nauta muni de l'interface PIR, avec la sonde dans la position la plus basse des deux possibles (d'après BERNTSSON *et al.* (2002))

Le mélange était constitué d'une poudre fine (taille des particules inférieure à 200 µm)

et d'une poudre brute (taille des particules supérieure à 300 µm). La différence des tailles de particules rend ce mélange susceptible de ségréger et le suivi du mélange est particulièrement intéressant. Après un lourd travail de calibration par la méthode des « spectres moyens » décrite par BERNTSSON *et al.* (2000), un bon suivi du mélange est possible dans ce procédé ayant une lente évolution. BERNTSSON *et al.* (2001) ont montré que les performances du spectromètre FT-NIR utilisé pour cette étude permettaient l'analyse de poudres se déplaçant à une vitesse modérée — inférieure à $1\,\mathrm{m}\cdot\mathrm{s}^{-1}$. Malgré cette évolution peu rapide de la composition du mélange, un taux d'échantillonnage élevé est nécessaire à l'obtention de résultats cohérents. De plus, cette méthode ne donne qu'un aperçu du procédé de mélange : la surface d'analyse est fixe et ne mesure que $0{,}12\,\mathrm{cm}^2$.

La figure 1.21 montre un exemple de résultats obtenus par BERNTSSON *et al.* (2002). On peut noter que l'écart-type se stabilise après environ 30 temps caractéristiques pour un mélangeur à l'échelle du laboratoire et après environ 50 temps caractéristiques pour un mélangeur à l'échelle pilote.



(a) (b)

FIG. 1.21: Comparaison des performances de mélanges pour différents *batches* : Écart-type en fonction du temps de mélange (d'après BERNTSSON *et al.* (2002)).(a) Expériences avec un mélangeur de laboratoire. (b) Comparaison d'expériences similaires à l'échelle pilote et à l'échelle laboratoire

FRAKE *et al.* (1997) ont développé une application en ligne de spectroscopie PIR afin de mesurer l'évolution de la taille des particules dans un procédé de granulation en lit fluidisé dans un *batch* de 40 kg Glatt GPCG 30/50.

L'analyse *in-line* à été réalisée grâce à un spectrophotomètre NIR Systems 6500 équipé d'une sonde à fibre optique de 2,54 cm de diamètre externe (NIRSystems, Silver Springs MD), d'un paquet de fibre optique de 210 fibres de la source vers le détecteur et de l'échantillon vers le détecteur et du logiciel NSAS (NIR Systems, Silver Springs MD) version 3.30. La sonde était positionnée à une distance définie à l'intérieur du lit au sein du flux descendant dans une zone de forte densité de produit (cf. figure 1.22).

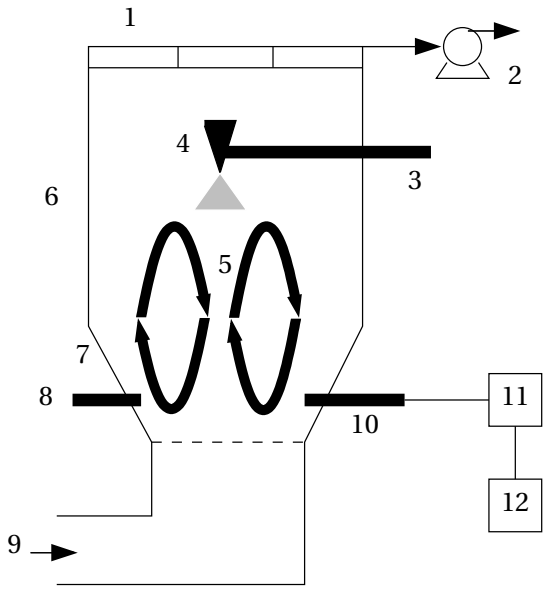
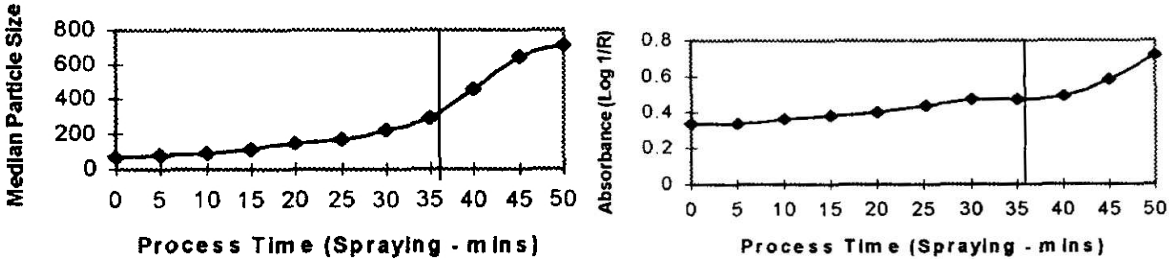


FIG. 1.22: Schéma du montage expérimental de FRAKE *et al.* (1997) : 1- filtres, 2- ventilateur, 3- bras de pulvérisation, 4- buse, 5- direction du mouvement du lit, 6- Chambre d'expansion, 7- bol de production, 8- sonde d'échantillonnage, 9- flux d'air chaud et sec, 10- sonde PIR, 11- monochromato PIR, 12- PC

En choisissant une longueur d'onde unique (2282 nm) et en traçant l'absorbance en fonction du temps (cf. sous-figure 1.23 (b)) un profil comparable à celui produit par analyse par tamisage est obtenu (cf. sous-figure 1.23 (a)), il y a augmentation progressive pendant la pulvérisation de solution puis augmentation plus rapide pendant l'addition de l'eau.



(a) (b)

FIG. 1.23: Comparaison de résultats obtenus par tamisage et par proche infrarouge (d'après FRAKE *et al.* (1997)).(a) Croissance des granules déterminée par tamisage ;(b) Profil d'absorbance PIR d'ordre zéro à 2282 nm

KEHLENBECK (2007) a utilisé une méthode de mesure en ligne en plaçant une sonde PIR en sortie d'un mélangeur continu — cf. figure 1.24 — pour valider et améliorer le modèle de mélange développé par SOMMER (1994) qui calcule la réduction des fluctuations de la concentration des constituants d'un mélange binaire. Les produits mélangés étaient du carbonate de calcium dont le diamètre moyen est de l'ordre de 2 µm et de l'amidon de maïs dont le diamètre moyen est de l'ordre de 15 µm. Pendant les expériences, la vitesse de rotation de l'agitateur, la fréquence de fluctuation de l'alimentation et le taux de remplissage étaient variables. Les résultats obtenus expérimentalement correspondaient très bien avec les résultats calculés à partir du modèle comme le montre la figure 1.25.

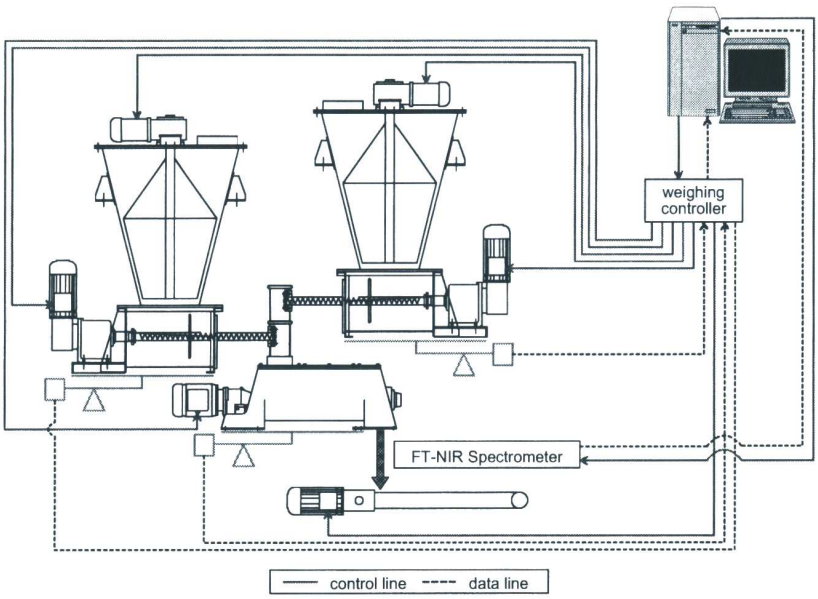


FIG. 1.24: Dispositif expérimental de KEHLENBECK (2007)

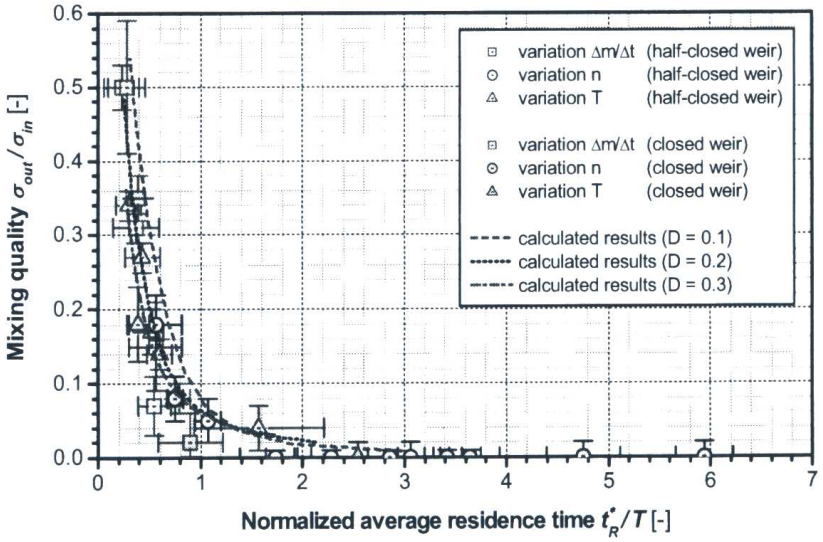


FIG. 1.25: Comparaison des résultats entre le modèle et les expériences de KEHLENBECK (2007)

Cette technique permet un suivi du procédé en temps réel et donc la détermination des meilleures conditions opératoires à fixer pour atteindre le niveau d'homogénéité désiré.

1.4.4 Les méthodes par analyse d'images

Le système développé par REALPE & VELAZQUEZ (2003) consiste en une caméra, un système d'éclairage, une carte d'acquisition d'images, un objectif, un ordinateur et un logiciel de traitement d'images (cf. figure 1.26).

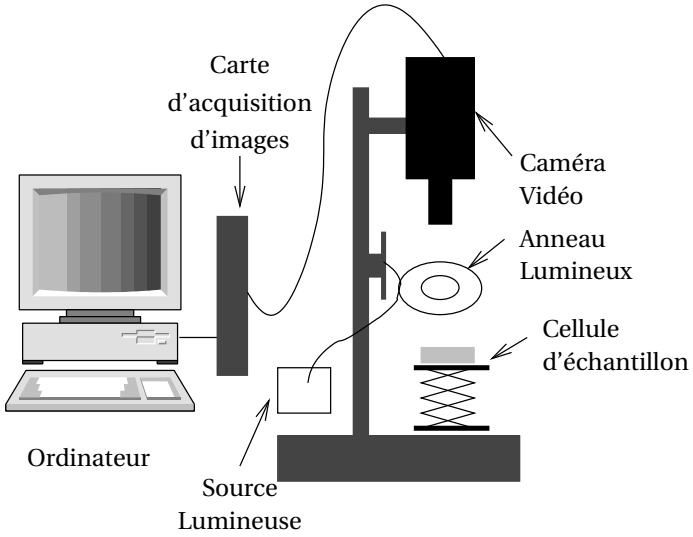


FIG. 1.26: Schéma du système de vision (REALPE & VELAZQUEZ (2003))

La base de ce travail est la numérisation d'images des mélanges dont les caractéristiques sont indiquées dans le tableau 1.1.

TAB. 1.1: Composition et caractéristiques de chaque mélange de poudres analysé par REALPE & VELAZQUEZ (2003) ; ^{a,b} ces valeurs correspondent au chocolat et au lactose bleu à des conditions d'éclairage différentes

Mélange	Ingrédients	Différence entre les niveaux de gris moyen des différents ingrédients
1 (% lactose)	lactose et chocolat	$\|208,7 - 83,4^a\| = 125,3$
2 (% lactose)	lactose bleu et chocolat	$\|179,8^b - 90,5^a\| = 89,3$
3 (% lactose)	lactose bleu et cellulose	$\|166,0^b - 235,4\| = 69,4$

L'image numérisée en niveaux de gris est représentée par une matrice, dans laquelle chaque élément est la valeur de niveau de gris (de 0 à 255) d'un pixel de l'image. Cette valeur contient les informations sur la quantité de lumière réfléchie par le composant du mélange. L'ensemble des valeurs de niveaux de gris est analysé et organisé dans un histogramme afin de déterminer la concentration de chaque composé du mélange dont les valeurs moyennes de niveaux de gris ont été mesurées initialement (cf. équation (1.10) et équation (1.11)). Le mélange est considéré achevé lorsque la moyenne des valeurs de niveaux de gris de l'histogramme ne change plus significativement.

$$DMGV = |MGV_1 - MGV_2| \tag{1.10}$$

$$MGV_i = \frac{\sum_{j=0}^{255} \phi_j \cdot j}{\sum_{j=0}^{255} \phi_j} \tag{1.11}$$

Avec :	MGV_i	valeur moyenne de niveaux de gris du composant i	[−]
	ϕ_j	nombre de pixels dans une image avec un niveau de gris égal à j (fréquence de chaque niveau de gris)	[−]
	j	valeur de niveaux de gris	[−]

Les résultats obtenus avec le système sont comparés à ceux obtenus par la spectroscopie proche infrarouge afin d'identifier les avantages et inconvénients de chaque système. L'application produit d'excellents résultats. Le système d'imagerie prédit des variations de concentrations en suivant les variations de niveaux de gris.

Les modèles de calibration pour le système de vision ont été développés en utilisant l'analyse « univariable » et « multivariable » des histogrammes de probabilité des valeurs de niveau de gris. L'analyse « univariable » a été réalisée en utilisant le niveau de gris moyen comme variable indépendante. La régression polynomiale a été exécutée sur la concentration observée et le niveau de gris moyen pour obtenir le polynôme prévisionnel.

L'analyse multivariable a été exécutée en utilisant la fréquence de chaque valeur de niveau de gris comme variables indépendantes. L'algorithme utilisé pour l'analyse « multivariable » était une analyse en composante principale suivie de la méthode des moindres carrés.

Les modèles de calibration obtenus en utilisant l'analyse « multivariable » ont obtenu les meilleurs résultats en terme de prédiction.

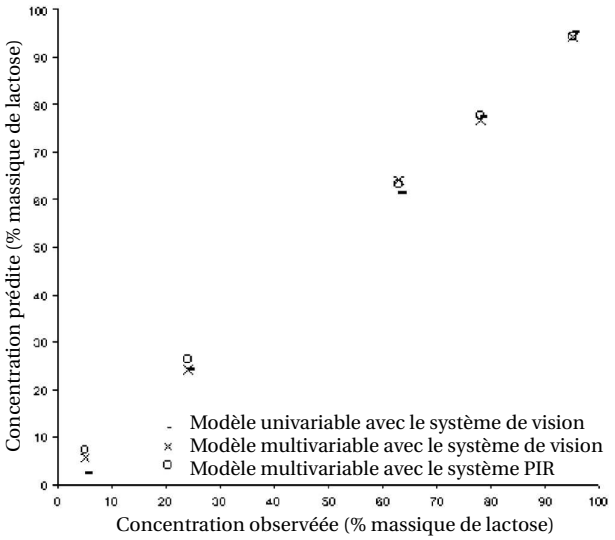


FIG. 1.27: Comparaison entre les concentrations prédites par le système de vision et PIR en fonction de celles observées par une méthode gravimétrique (REALPE & VELAZQUEZ (2003))

Les valeurs renvoyées par le système d'imagerie et par la spectroscopie proche infra rouge sont du même ordre de grandeur (cf. figure 1.27). La répétabilité des résultats du système d'imagerie confirme le bien fondé de la méthode pour prédire la concentration d'un mélange ayant des composés de différentes couleurs.

MUERZA *et al.* (2002) ont mis au point une méthodologie basée sur l'auto-corrélation des échantillons pour caractériser l'homogénéité en sortie d'un mélangeur statique Sulzer. Un dispositif d'analyse d'images en sortie de ce dernier permet de connaître en continu et en temps quasi réel l'échelle de ségrégation. Le dispositif expérimental et la méthodologie de traitement du film sont représentés figure 1.28.

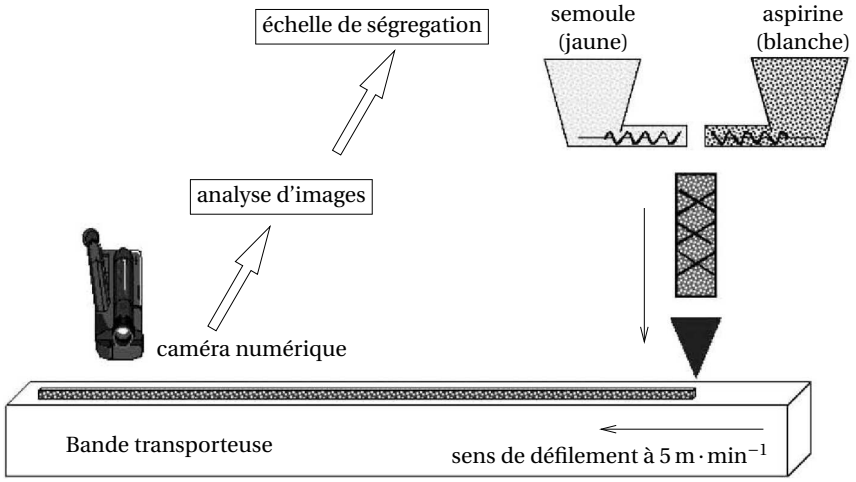


FIG. 1.28: Schéma du dispositif expérimental et méthodologie de traitement du film d'après MUERZA *et al.* (2002)

La figure 1.29 montre les variations de l'échelle de ségrégation lors du « passage » de la perturbation de débit étudiée par MUERZA *et al.* (2002).

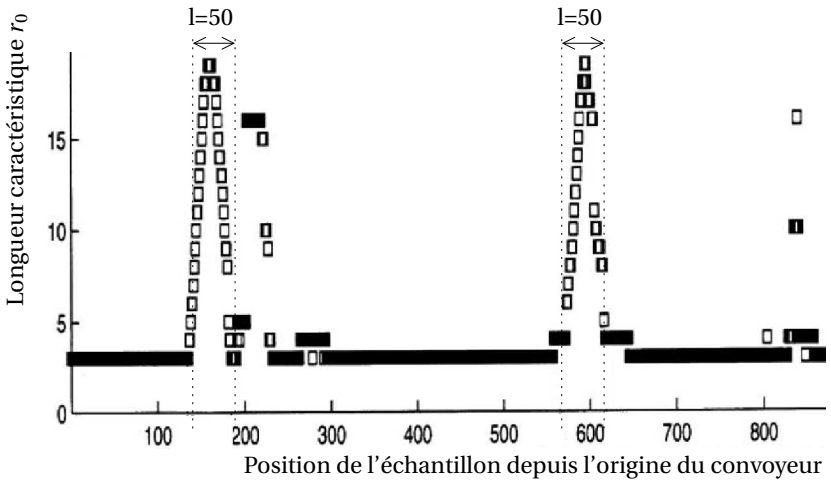


FIG. 1.29: Évolution de l'échelle de ségrégation lors d'une perturbation d'après MUERZA *et al.* (2002)

On y observe les deux pics correspondant aux portions transitoires durant lesquelles il existe une hétérogénéité importante. Le premier correspond à l'augmentation du débit d'un des deux constituants — l'aspirine — par un facteur deux et le deuxième correspond au retour à un débit « nominal ». On observe également trois plateaux qui reflètent le régime permanent. On peut noter que le changement de composition du mélange n'a pas eu de répercussion sur l'échelle de ségrégation en régime permanent.

Nous avons décidé de développer une méthode de mesure en ligne de l'homogénéité des mélanges par analyse d'image. En effet, il parait intéressant d'intégrer ce type de méthode au sein d'une ligne d'un procédé de mélange afin de poursuivre les travaux réalisés jusqu'à présent hors ligne dans notre laboratoire. Mais pour que l'homogénéité puisse être atteinte, il faut qu'il y ait écoulement des particules. Il est donc important de faire le point sur les propriétés des poudres et du milieu qui influencent cet écoulement.

1.5 Propriétés des poudres et du milieu influençant l'écoulement

Quand on parle de « mélange » de poudres on parle évidemment de « mobilité » des particules. Cette « mobilité » plus ou moins grande des particules dépend de leurs très nombreuses propriétés. Il est donc important, avant de chercher à mettre au point un procédé de mélange, de quantifier les propriétés d'écoulement des solides divisés utilisés.

Les systèmes particulaires sont classés selon leurs propriétés de taille, forme, masses volumiques... Deux grandes catégories sont distinguées :

Les poudres à écoulement libre : Ces poudres s'écoulent très facilement et ne posent aucun problème de mottage. Par contre, chaque particule d'une telle poudre a une forte mobilité individuelle. Les mélanges composés avec ces poudres ont donc une forte tendance à ségréger.

Les poudres cohésives : Ces poudres possèdent de fortes liaisons interparticulaires devant leur poids tels que les forces de van der Waals, les forces électrostatiques... Ces liaisons peuvent entraîner la formation d'agglomérats. Si de telles poudres posent des problèmes d'écoulement ou de stockage, les mélanges qu'elles composent n'ont pas de fortes tendances à ségréger.

Ces deux comportements types sont influencés par les caractéristiques des produits et par les conditions opératoires :

Taille et distribution granulométrique : Plus les particules sont petites (en général moins de 10 µm de diamètre équivalent), plus les forces interparticulaires et notamment les forces de Van der Waals sont importantes.

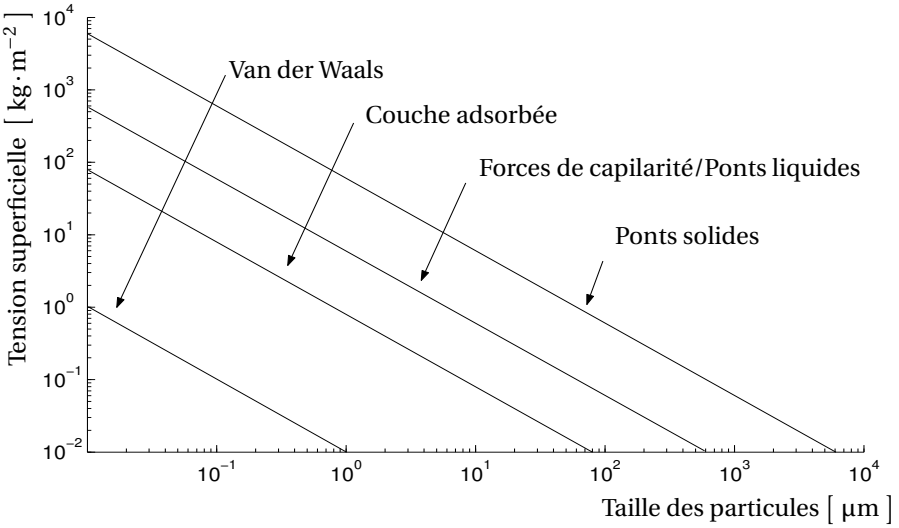


FIG. 1.30: Relation entre la tension superficielle théorique des agglomérats en fonction de la taille des particules d'après RUMPF (1962)

La figure 1.30 donne une idée des forces interparticulaires prépondérantes en fonction de la taille des particules et on peut y voir que pour des particules de moins d'1 µm, les forces de Van der Waals ne sont pas négligeables. Un bon mélange peut

être obtenu avec ce type de poudres, mais le mélangeur doit forcer l'écoulement des particules.

D'autre part, WILLIAMS (1976) a montré que le mélange tend vers une meilleure homogénéité lorsque les distributions granulométriques des différents constituants du mélange sont proches. En effet, les particules dont la taille est importante présentent des vitesses d'écoulement supérieures à celles de petites tailles et ont tendance à ségréger.

Densité vraie : plus les poudres ont des masses volumiques importantes, plus la gravité a un effet prononcé sur l'écoulement. Si les poudres ont des densités différentes, la gravité n'aura pas le même effet sur toutes les particules et l'écoulement sera perturbé.

Forme et propriétés de surface des particules : les particules quasiment sphériques, qui sont par exemple produites par enrobage ou atomisation, ont une plus forte tendance au « roulement » que des particules de formes irrégulières. De même des particules rugueuses ont une mobilité moins importante que des particules plus lisses.

Friabilité : la formation de poussière peut fortement influencer la cohésion d'un système particulaire. Les fines peuvent avoir deux comportements différents. Elles peuvent soir augmenter la cohésion du système ou au contraire avoir un effet lubrifiant.

Des facteurs ambiants comme l'humidité et la température s'ajoutent aux facteurs propres aux solides divises pour limiter la mobilité du système. Ces différents facteurs influent sur les liaisons interparticulaires et interviennent sur l'équilibre des forces appliquées aux particules. Les forces interparticulaires peuvent devenir prépondérantes, par rapport à la gravité, sous l'effet de :

La présence d'humidité : aux conditions d'équilibre, la forme d'eau retenue par une poudre est fonction de la nature des solides, de l'humidité ambiante, de la température et de la pression. D'après HARNBY *et al.* (1985), si l'humidité relative est inférieure à une valeur critique, H_c, l'eau est présente sous forme de vapeur adsorbée à la surface entre les particules. Dans le cas contraire, on est en présence de couche d'eau voire de ponts liquides entre des particules. La liaison interparticulaire est causée par l'enveloppement des particules voisines par une couche d'eau adsorbée. L'intensité de cette liaison est proportionnelle à la tension superficielle du film adsorbé et à la surface de contact. Elle est influencée par la densité de l'arrangement des particules, la forme, la taille, la porosité et la rugosité des particules.

COELHO & HARNBY (1978) ont essayé d'estimer l'humidité critique de transition, H_c, à partir de l'humidité de surface des particules. Quand l'humidité relative est supérieure à l'humidité critique, des ponts liquides se forment entre les particules et accroissent fortement les interactions particulaires. Ce phénomène favorise la restructuration de l'arrangement du lit de poudre pouvant produire le mottage ou la formation de croûtes lors du stockage des poudres. Les paramètres déterminant pour ce type de liaisons sont non seulement l'humidité relative mais aussi la taille des particules.

Si une des particules est très grande, la force de liaison s'accroît. Ainsi, d'après HARNBY *et al.* (1985) la force entre une particule et une surface plane est deux fois

plus importante qu'entre deux sphères de même taille. La distribution de taille des particules favorisera donc une hétérogénéité des interactions conduisant à des phénomènes de ségrégation. La forme et la rugosité des particules seront également des facteurs essentiels. En effet, dans le cas de particules « réelles », la surface n'est pas parfaitement lisse et la rugosité réduit d'une part l'aire de contact et en conséquence la force de liaison.

La présence de charges électrostatiques : Des phénomènes électrostatiques peuvent apparaître à la suite de frictions interparticulaires ou de frictions avec la paroi de l'équipement. Pour qu'il y ait accumulation d'électricité statique, il faut qu'il y ait contact et séparation — ou frottement — de matériaux de nature différente, échange de particules chargées. De ce fait, selon le signe des charges, certaines particules peuvent, pendant le mélange, se lier préférentiellement à la paroi du mélangeur ou aux autres particules, favorisant ainsi un mouvement non aléatoire pouvant impliquer une ségrégation ou au contraire une certaine stabilité du mélange. Par exemple, STANIFORTH & RESS (1982) ont remarqué que le mélange de deux poudres chargées de manières opposées a moins tendance à ségréger et est plus stable que si les poudres ont des charges du même signe.

On note que ces forces électrostatiques sont d'autant plus importantes devant les forces de gravité que les particules mises en jeu sont de petite taille. Il a cependant été observé par GATUMEL *et al.* (2004) que dans certains procédés les particules les plus fines se chargent moins que les grosses car leurs mouvements sont plus limités. Quoiqu'il en soit, la taille des particules reste un paramètre prépondérant du point de vue des charges électrostatiques.

Ainsi, les propriétés des poudres et les conditions opératoires influent sur l'écoulement. Pour conférer à un mélange une certaine homogénéité il faut donc s'assurer que le mélangeur choisi travaille dans des conditions qui permettent d'agiter correctement les produits en fonction de leurs propriétés. Si l'on a pas le choix du mélangeur, on peut revoir la formulation du produit pour l'adapter aux conditions d'agitation du mélangeur.

1.6 Mécanismes de mélange et de ségrégation

1.6.1 Mécanismes de mélange

LACEY (1954) a distingué trois catégories de mécanismes de mélange :

Mélange par diffusion : il s'agit d'un déplacement individuel des particules qui peut par exemple être initié par des chocs ou un état non stable du milieu et aboutissant à une redistribution individuelle des particules. Le réarrangement est à petite échelle, et ce mécanisme est donc assez lent. Le terme « diffusion », par analogie avec le terme de diffusion moléculaire, est un peu impropre car dans le cas des poudres un apport d'énergie est indispensable.

Mélange par convection : dans ce cas, c'est un ensemble de particules qui est mis en mouvement au sein du mélangeur. Ceci nécessite le plus souvent l'intervention d'une force extérieure telle qu'une pale d'agitation qui exerce une contrainte mécanique sur les particules.

Mélange par cisaillement : dans ce cas, apparaissent des plans de glissement de couches de particules dans le mélange sous une action mécanique. Il peut aussi s'agir du cisaillement par le mobile. Le mouvement relatif des ces plans implique un brassage des particules avec une efficacité intermédiaire entre les deux mécanismes précédents.

Il est souvent difficile de dissocier ces trois mécanismes. La prépondérance de l'un ou l'autre est imposée par le type de mélangeur utilisé mais aussi par la « nature » des particules. Par exemple, le mécanisme de diffusion sera plus souvent mis en jeu avec des particules qui s'écoulent facilement qu'avec des particules qui sont maintenues entre elles par des forces de cohésion. Le mélangeur privilégie lui aussi un mécanisme plutôt qu'un autre selon son action mécanique : un mélangeur avec des pales déplacera facilement des blocs de particules et favorisera ainsi le mélange par convection à l'inverse d'un mélangeur à retournement (cf. section 1.7.1 page 34) qui favorisera la diffusion. Seules des notions qualitatives peuvent aujourd'hui être avancées pour évaluer l'impact des caractéristiques des poudres sur le type de mécanisme mis en jeu. La figure 1.31 représente l'évolution d'un lot soumis à un mécanisme de diffusion et/ou de convection. La synergie des deux mécanismes, qui peut être figurée en diagonale, accélère fortement le processus de mélange.

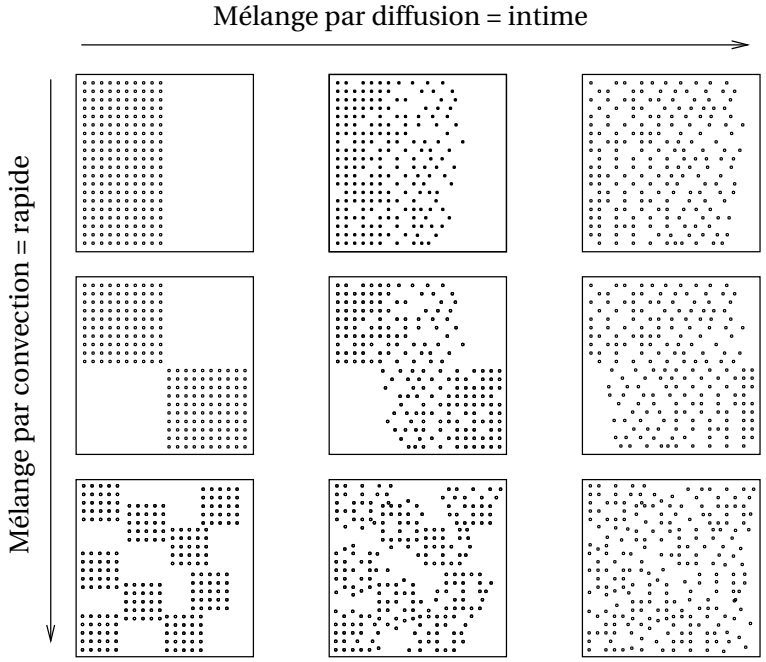


FIG. 1.31: Simulation du mélange d'un lot de particules par convection et/ou diffusion d'après SCHOFIELD (1970)

1.6.2 Mécanismes de ségrégation

La ségrégation, aussi appelée démélange, est le processus inverse du mélange. Les phénomènes de ségrégation apparaissent dans un mélangeur quand des différences de propriétés entre les particules imposent un mouvement préférentiel de certaines d'entre elles dans une certaine partie du mélangeur. MASSOL-CHAUDEUR (2000) a répertorié les

propriétés suivantes par ordre décroissant suivant leur sensibilité au phénomène de ségrégation :

- différence de taille des particules,
- différence de forme,
- différence de densité.

De nombreux auteurs dont WILLIAMS (1965) se sont penchés le facteur prépondérant sur la ségrégation : la différence de tailles des particules. Récemment, VALLANCE & ROSATO (2000) ont montré que l'effet de la densité est très faible devant l'effet de la différence de taille. MATSEN (1983) a lui démontré que la forme est aussi un critère important qui a un effet non négligeable sur la ségrégation.

WILLIAMS (1976) et WEINEKOTTER & GERICKE (2000) ont identifié différents mécanismes de ségrégation : ségrégation due aux trajectoires, ségrégation par percolation, par flottation et ségrégation par élutriation.

Ségrégation due aux trajectoires (cf. figure 1.32) : d'après HARNBY *et al.* (1985), si un jet contenant des particules de taille différente tombe verticalement, les particules tendront à voyager à différentes vitesses. Si le jet de particules est continu, il n'y aura pas ou peu de ségrégation car, à chaque instant et en n'importe quelle section du jet, il y aura des particules de toutes les tailles. Cependant, si les particules sont projetées avec une vitesse horizontale non nulle, il peut se produire de la ségrégation car la composante horizontale de la vitesse chute beaucoup plus rapidement pour les petites que pour les grosses particules.

On peut montrer qu'une particule sphérique de diamètre d_p et de densité ρ_s, projetée horizontalement à une vitesse initiale v_0, depuis une hauteur infinie parcourt donc au maximum une distance D (cf. équation (1.12)).

$$D = \frac{v_0 \, \rho_s \, d_p^2}{18 \, \eta} \tag{1.12}$$

Avec :	v_0	vitesse initiale horizontale	$[\,\mathrm{m \cdot s^{-1}}\,]$
	η	viscosité dynamique du fluide	$[\,\mathrm{Pa \cdot s}\,]$
	ρ_s	masse volumique du solide	$[\,\mathrm{kg \cdot m^{-3}}\,]$
	d_p	diamètre de la particule	$[\,\mathrm{m}\,]$

La distance parcourue augmente avec le carré du diamètre. On retrouve ce phénomène de ségrégation important en bout d'un convoyeur pneumatique par exemple : les particules les plus grosses vont plus loin dans le bac de stockage que les fines.

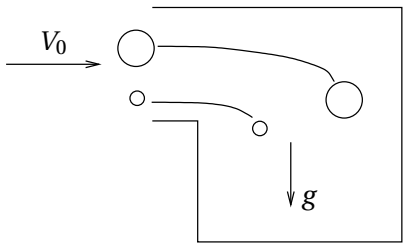
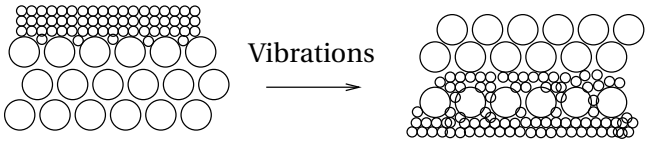


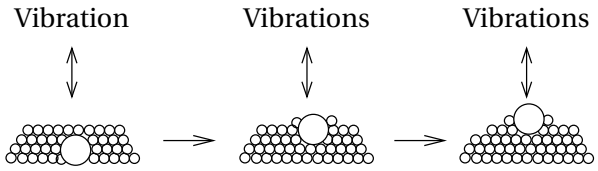
FIG. 1.32: Ségrégation due aux trajectoires d'après HARNBY *et al.* (1985)

Ségrégation par percolation des fines (cf. sous-figure 1.33 (a)) : au cours du mélange ou de tout mouvement de particules, des lacunes interparticulaires peuvent apparaître

et favoriser l'écoulement d'une certaine partie de la population, principalement les fines, ce qui entraîne une ségrégation par la taille. Ce phénomène s'accroît lorsqu'un mélange est soumis à des vibrations. En effet, dans ce cas précis, les grosses particules se retrouvent toujours à la surface même si elles sont les plus lourdes ou les plus encombrantes car les fines percolent dans les espaces libres créés par les vibrations. La pression exercée par les grosses a ensuite pour conséquence de consolider l'arrangement des particules fines. Lorsque la fraction volumique de fines particules est importante, on parle de flottaison (cf. sous-figure 1.33 (b)). Dans ce cas les particules les plus grosses flottent jusqu'à la surface du lit de particules. Les fines pénètrent dans les espaces laissés par les grosses et les repoussent jusqu'à un état d'équilibre.



(a) percolation des fines CAMPBELL & BRIDGWATER (1973)



(b) flottaison d'après AKIYAMA *et al.* (1998)

FIG. 1.33: Ségrégation par percolation des fines

Ségrégation par élutriation (cf. figure 1.34) : en présence d'une distribution de taille étalée, la chute des fines est ralentie par l'air chassé par les particules plus grosses. Ainsi, un entraînement de poussière peut s'effectuer par un déplacement d'air et provoquer une ségrégation par la taille. Cet effet s'accentue dans une enceinte fermée sans circulation d'air. On peut citer l'exemple du remplissage d'un sac ou d'un container dépourvu de système d'évacuation d'air.

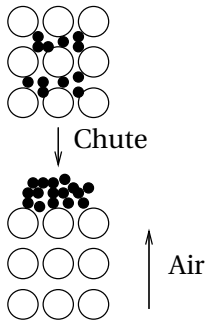


FIG. 1.34: Ségrégation par élutriation d'après MASSOL-CHAUDEUR (2000)

MIYANAMI (1991) représente la courbe caractéristique d'un mélange opérant en discontinu par la variation de l'écart-type, ou d'un indice de mélange en fonction du temps de mélange sur une échelle log-linéaire. Cette configuration permet de visualiser les prin-

cipaux mécanismes de mélange dans le mélangeur au cours du temps. La figure 1.35 représente la courbe couramment obtenue : les mécanismes convectifs sont prépondérants pour les premiers temps de mélange — étape I, dans l'étape II, on trouve les mécanismes de convection et de cisaillement et enfin dans l'étape III, le mélange par diffusion devient le plus efficace pour abaisser la variance. L'équilibre dynamique entre mélange et ségrégation intervient. Le coefficient k_1 qui quantifie la pente de la droite obtenue à l'étape initiale, est appelé constante de vitesse du procédé.

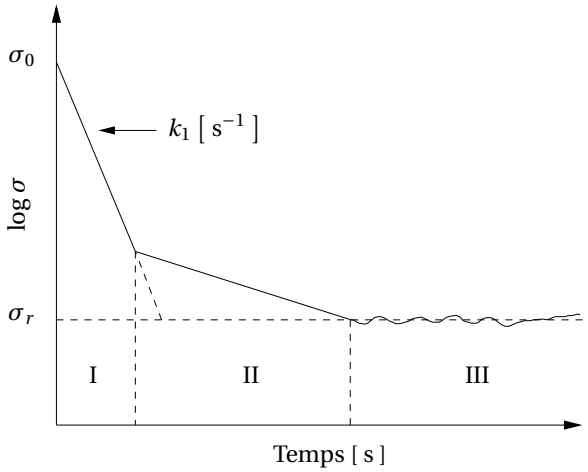


FIG. 1.35: Courbe caractéristique d'un procédé de mélange d'après MIYANAMI (1991)

1.6.3 Comment éviter la ségrégation

Les poudres à écoulement libre présentent de nombreux avantages non seulement du point de vue technique mais également du point de vue commercial. En effet, leur taille souvent plus grossière facilite leur écoulement dans le mélangeur mais aussi tout au long de leur manutention telle que leur décharge dans des lots d'emballages, leur transport... De plus, ces poudres forment moins de poussières et contaminent moins le milieu extérieur. Cependant, le fait que ces particules puissent se déplacer librement et indépendamment les unes des autres facilite leur ségrégation. La conséquence est que le produit final ne correspond pas toujours à l'objectif souhaité. Pour lutter contre la ségrégation, il faut donc limiter le libre écoulement des particules. Pour ce faire, deux solutions apparaissent :

– Revoir la formulation du produit et éventuellement sa mise en forme,
– Concevoir à nouveau l'équipement de la chaîne de production.

En ce qui concerne le premier point, il faut réduire l'écart entre les caractéristiques des particules. Pour ce faire, soit on joue sur la formulation, en choisissant des particules n'ayant pas des distributions granulométriques trop différentes, soit on joue sur la mise en forme des particules en resserrant les distributions granulométriques à l'aide d'un procédé contrôlé de granulation ou de re-cristallisation. De même, on peut envisager de réduire la taille des particules pour rendre les poudres moins mobiles et donc plus cohésives. Cette dernière solution est risquée car on peut bloquer toute mobilité de la poudre. On peut envisager également de choisir une forme de particule qui ne favorise pas la mobilité, telle que des aiguilles, pour stabiliser le mélange. Chacun des constituants peut avoir une dispersion de taille importante mais il faut absolument éviter de mélanger deux constituants ayant des distributions granulométriques mono-disperse très différentes.

En ce qui concerne la nécessité de dimensionner correctement l'équipement, on peut distinguer le choix approprié du mélangeur mais aussi une maîtrise de l'ensemble du procédé. Ainsi, pour éviter la ségrégation de particules à écoulement libre, le mélangeur doit privilégier le déplacement de groupes de particules et limiter le mouvement individuel des particules, comme le font les mélangeurs convectifs (cf. section 1.7.2 page suivante). Dans l'ensemble du procédé, le mouvement libre des particules doit être aussi limité. On peut donc envisager de modifier la ligne de fabrication pour rapprocher le plus possible le traitement dans le mélangeur de son conditionnement final afin d'éviter le stockage ou le transport en vrac et limiter les risques de mise en mouvement de la poudre (cf. figure 1.36).

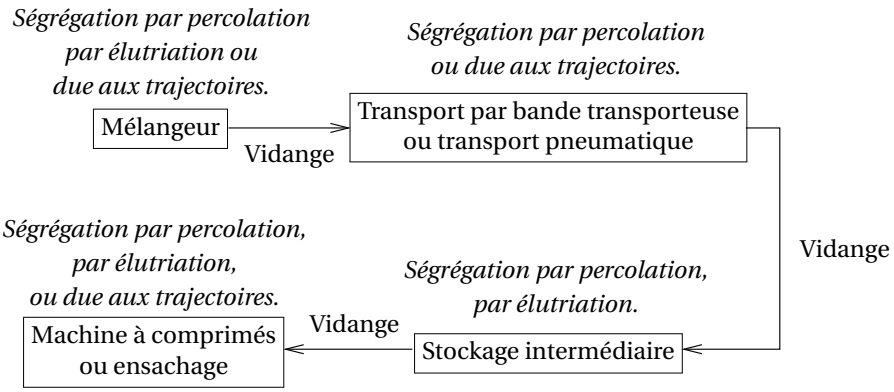


FIG. 1.36: Exemple type de production de médicament et mises en évidence des étapes ségrégeantes d'après MASSOL-CHAUDEUR (2000)

1.7 Les différents types de mélangeurs

Les mélangeurs étant souvent développés pour répondre à un besoin unique et précis sans une étude préalable sur les mécanismes mis en jeu, il en existe de nombreux types sur le marché. Ils peuvent tout de même être classés dans quelques groupes génériques :

- les cuves tournantes,
- les mélangeurs convectifs,
- les mélangeurs à fort cisaillement,
- les mélangeurs statiques,
- les mélangeurs à lit fluidisé,
- les combinaisons de mélangeurs.

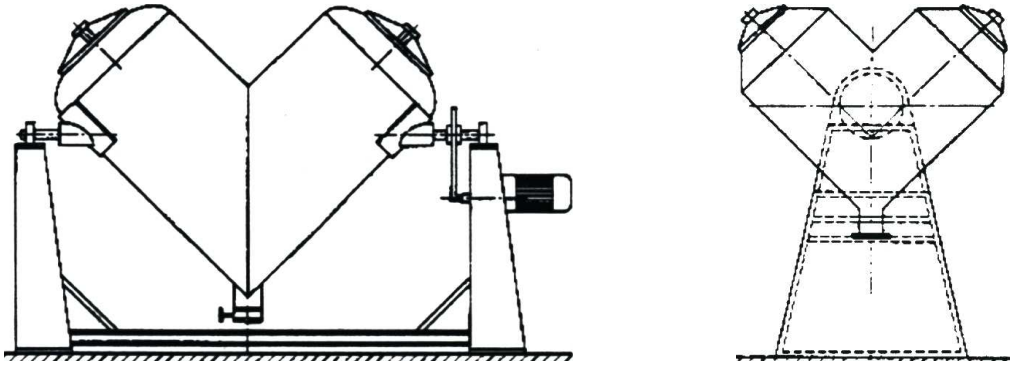
1.7.1 Les cuves tournantes

Le principe de fonctionnement des mélangeurs « par retournement » est simple : une enceinte fermée est mise en rotation autour d'un axe forçant les particules à rouler les unes par rapport aux autres à la surface du mélange.

La taille de la cuve est très variable. On trouve des modèles allant de quelques litres pour un mélangeur de laboratoire à plusieurs dizaines de mètres cubes pour les modèles les plus volumineux. Le taux de remplissage de la cuve est habituellement de 50% du volume total pour laisser les particules se déplacer librement au sein de la cuve.

La vitesse de rotation est variable (de 3 à 100 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$) et dépend de la capacité de la cuve mais doit normalement être de la moitié de la vitesse critique du mélangeur. HARNBY *et al.* (1985) ont défini cette vitesse critique comme la vitesse à laquelle l'action de la force centrifuge sur une particule compense la gravité. DING *et al.* (2001) ont mis en évidence deux types de régimes d'écoulement. Le régime quasi-statique pour lequel la déformation du matériel granulaire est lente, et la fluctuation de vitesse et donc de la température du milieu est négligeable. Le régime d'écoulement granulaire rapide dans lequel le matériel granulaire est entièrement en mouvement, et la contribution des frictions au travail total est négligeable.

Ces mélangeurs sont les plus simples car ils sont dépourvus de pièces internes ce qui facilite le nettoyage par exemple. De ce fait, ils sont couramment rencontrés dans l'industrie pharmaceutique. Les mélangeurs par retournement les plus utilisés sont les mélangeurs cubiques, cylindriques en V ou en Y (cf. figure 1.37).



(a) (b)

FIG. 1.37: Quelques exemples de mélangeurs à cuve tournante en « V » ; (a) axe de rotation dans le plan des cuves ; (b) axe de rotation perpendiculaire au plan des cuves

1.7.2 Les mélangeurs convectifs

Dans la majorité des mélangeurs convectifs, un système d'agitation est installé dans un appareil statique pour déplacer les particules par groupes d'un endroit à un autre dans la cuve de mélange. On peut noter que dans ce genre de mélangeurs, le mécanisme d'avalanche est rarement prépondérant.

Le mélangeur à ruban (cf. figure 1.38) est l'exemple le plus courant. Les vitesses de rotation varient de 20 à 60 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ pour une capacité de cuve allant de quelques litres à plusieurs dizaines de mètres cubes.

Les mélangeurs à pales ou à socs (cf. figure 1.39) opèrent à des vitesses proches de celles mises en jeu dans les mélangeurs à rubans. Mais les pales incorporant beaucoup d'air dans le mélange, ce système tend à fluidiser le lit de particules par une action mécanique importante. De la grande mobilité des poudres au sein du mélangeur, découle un temps de mélange de l'ordre de la minute qui est relativement court comparativement aux mélangeurs à ruban.

Dans les mélangeurs à vis comme le Nautamix® (cf. figure 1.40), la vis d'agitation peut se déplacer en périphérie de la cuve conique pour agrandir la zone de mélange. Il reste

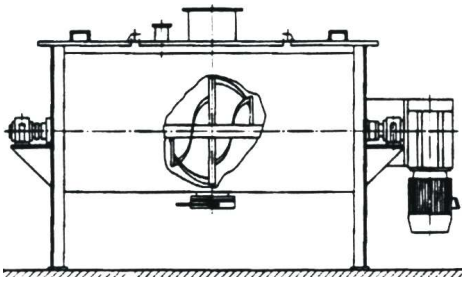


FIG. 1.38: Mélangeur à rubans hélicoïdaux d'après LE LAN (1983)

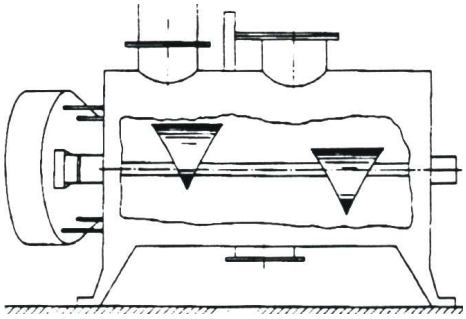


FIG. 1.39: Mélangeur à socs d'après LE LAN (1983)

cependant une large zone médiane dans laquelle le mouvement des particules est dû à leur mouvement naturel et le risque de zone morte est relativement important.

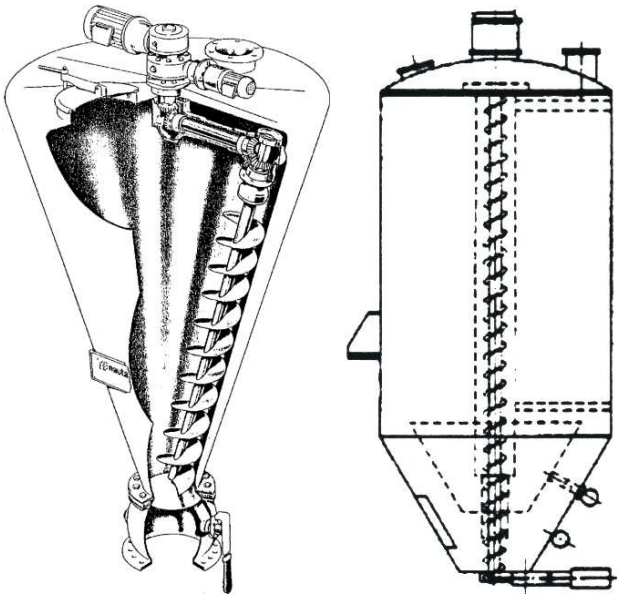


FIG. 1.40: Mélangeur orbital à vis d'après LE LAN (1983)

Certains des mélangeurs convectifs fonctionnent à des vitesses d'agitation beaucoup plus élevées, comme les mélangeurs dits à turbine (cf. figure 1.41). Ces vitesses de rotation très importantes peuvent entraîner de rapides montées en température, ce qui peut altérer le produit. Ce type d'appareil se rapproche ainsi des mélangeurs à haut cisaillement.

Pour les Turbosphères® Moritz de la figure 1.42 le mobile balaye le fond de la cuve. Le mélangeur de forme sphérique est surtout utilisé pour les pâtes non newtoniennes très visqueuses ayant une viscosité cinématique supérieure à 100 Pa · s. Celles-ci remontent le long de la paroi en hélicoïde puis redescendent suivant l'axe. Ce matériel destiné aux opérations difficiles assure un mélange rapide, mais au prix d'une consommation énergique très élevée : le rapport Puissance sur Volume P/V est compris entre 15 et 50 $kW \cdot m^{-3}$ d'après DESPLANCHES & CHEVALIER (1999).

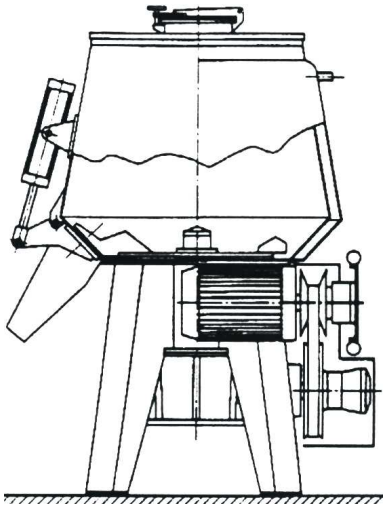


FIG. 1.41: Mélangeur à turbine à cuve biconique d'après LE LAN (1983)

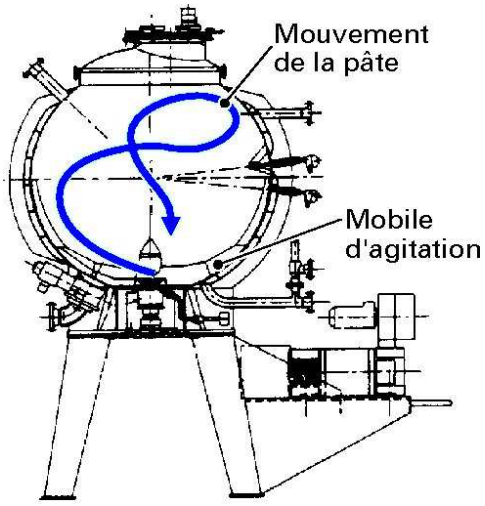


FIG. 1.42: Turbosphère Moritz (DELAPLACE & GUÉRIN, 2006)

1.7.3 Les mélangeurs à haut cisaillement

Les mélangeurs à haut cisaillement (cf. figure 1.43) sont typiquement constitués d'un container statique dans lequel une lame, ou une barre intensificatrice tourne à des vitesses élevées — de l'ordre de 1000 à 3000 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$. La capacité de ces mélangeurs est relativement faible : elle varie de 1 à 3 m^3 et en utilisation en continue, les débits peuvent aller jusqu'à 250 $\mathrm{t}\cdot\mathrm{h}^{-1}$.

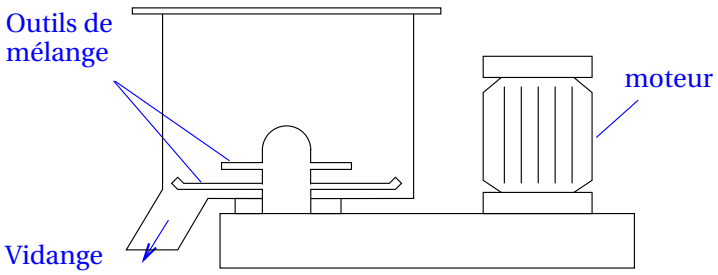


FIG. 1.43: Mélangeurs à haut cisaillement d'après HARNBY *et al.* (1985)

Les forts cisaillements rencontrés dans ce type d'appareil dégradent la plupart des produits. Cela peut être un avantage si l'on souhaite diminuer la taille de certains agrégats. On peut noter que ces appareils sont parfois utilisés pour granuler, bien que l'énergie mise en jeu brise la plupart des structures. En général il est déconseillé d'utiliser ce genre de mélangeur pour les poudres à écoulement libre et il faut s'assurer que les poudres cohésives ne stagnent pas dans des zones mortes.

On utilise parfois des appareils comparables aux broyeurs à broches ou à marteaux comme mélangeur à haut cisaillement. Ce type de mélangeur permet de briser certains agglomérats de poudres très cohésives et d'améliorer la qualité ou la texture de mélange (cf. figure 1.44). Cependant du fait du broyage, les propriétés d'usage sont certainement différentes.

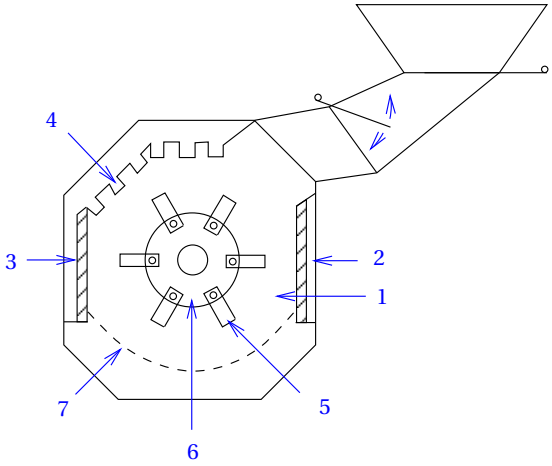


FIG. 1.44: Broyeur à marteaux d'après FRAISSE (1983), (1) chambre de broyage, (2) coque du broyeur, (3) plaques de chocs, (4) contre-marteaux, (5) marteaux, (6) rotor, (7) évacuation

1.7.4 Les mélangeurs statiques

Les mélangeurs statiques permettent de mélanger de grandes quantités de poudres, ou d'homogénéiser une poudre par rapport à elle même, par la circulation de celle-ci à travers des éléments fixes placés à l'intérieur d'enceintes à configuration simple (cf. figure 1.45).

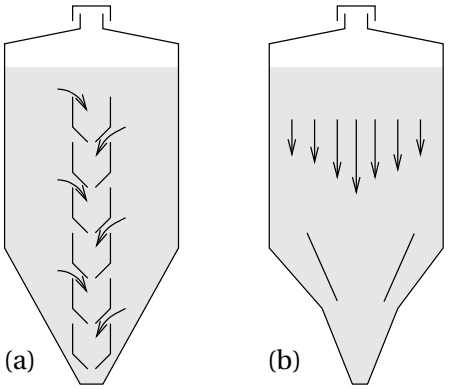


FIG. 1.45: Silo-mélangeur d'après FAN *et al.* (1990) : (a) plusieurs trémies internes, (b) une seule trémie interne

Les exemples les plus connus sont les silos-mélangeurs. Quand un silo est déchargé, il y a un important gradient de vitesse sur l'ensemble des sections horizontales. Si le débit sortant est recyclé, le mélange axial est prépondérant. Ce type de mélangeur est très attrayant pour le mélange de très grands volumes, mais ils ne peuvent être utilisés que pour des poudres à écoulement libre.

1.7.5 Les mélangeurs à lits fluidisés

Pour mettre en place la fluidisation, un gaz est mis en circulation au travers du lit de particules. Lorsque le débit de gaz est supérieur au débit minimal de fluidisation, il y a une forte turbulence qui vient s'ajouter à la mobilité des particules et qui peut entraîner un bon

mélange. Au contraire, s'il y a de grandes différences de distributions granulométriques ou de densités, la fluidisation peut entraîner une classification des poudres. La figure 1.46 représente une installation de mélange en lit fluidisé.

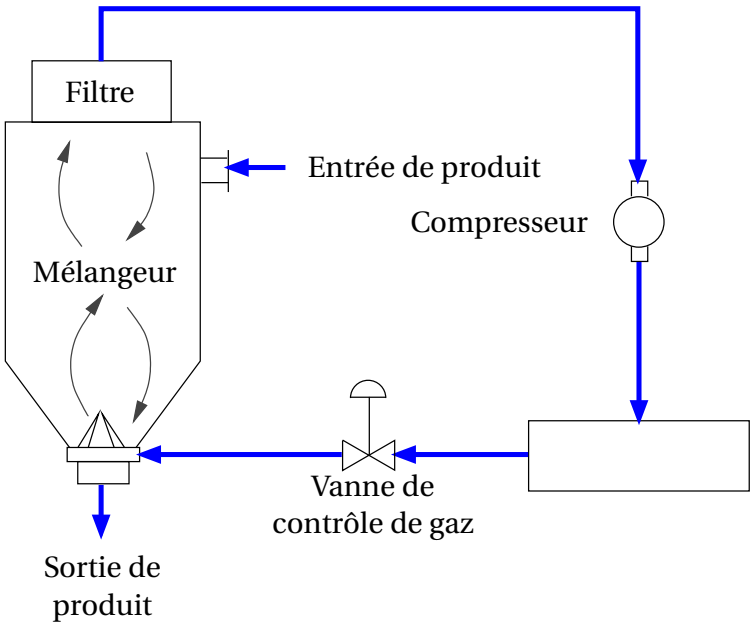


FIG. 1.46: Installation de mélange en lit fluidisé, d'après HARNBY *et al.* (1985)

1.7.6 Les combinaisons de mélangeurs

Les installations de mélange constituées d'une combinaison de plusieurs mélangeurs offrent une certaine flexibilité au niveau des mécanismes de mélange et peuvent être très pratiques pour des problèmes de mélange séquentiel. Cela permet de combiner les avantages et inconvénients de chacun des mélangeurs. Par contre, on obtient souvent des systèmes plus compliqués ce qui rend ces combinaisons particulièrement difficiles à nettoyer. HARNBY *et al.* (1985) cite par exemple les cuves tournantes intégrant des impacteurs à haut cisaillement des mélangeurs à ruban intégrant des racleurs, ou encore des lits fluidisés munis d'impacteurs.

1.7.7 Quelques pistes pour le dimensionnement des mélangeurs

D'après DELAPLACE *et al.* (2007), dans le cas des fluides, l'utilisation systématique de l'analyse dimensionnelle pour étudier les processus de mélange a permis de définir des groupes sans dimensions pour l'ensemble des technologies d'agitation classiques. Ainsi, pour la plupart des opérations de mélange, que ce soit pour le transfert thermique, l'homogénéisation, la suspension, l'émulsification, etc., la communauté scientifique a proposé de nombreuses corrélations impliquant les divers nombres sans dimensions (nombre de puissance, Reynolds, Weber, Archimède, Nusselt, Prandtl, etc.) selon le régime d'écoulement et les systèmes de mélange étudiés.

Ce n'est pas le cas pour l'agitation des poudres. En effet, d'après BERTHIAUX (2002) la complexité des solides divisés ne permet pas aujourd'hui une analyse dimensionnelle classique. Il n'existe pas de définition établie pour la viscosité d'un écoulement granulaire

et donc pas de nombre de Reynolds correspondant. On a ainsi souvent recours à des corrélations « tronquées » entre deux nombres adimensionnels par exemple le nombre de puissance Np et le nombre de Froude Fr dans lesquelles interviennent des coefficients qui dépendent des caractéristiques d'écoulement du solide dans le mélangeur étudié. Comme ces relations sont fortement dépendantes d'un système d'agitation particulier, d'après MÜLLER (1982), la source principale d'information reste les bases de données des équipementiers industriels. C'est pourquoi la littérature scientifique est si pauvre dans ce domaine — voir cependant MIYANAMI (1991).

Les exemples de calcul suivants sont donc intéressants du point de vue méthodologique mais restent propres à chaque mélangeur étudié.

Mélangeur à tambour horizontal

Plusieurs équipements de mélange à tambour horizontal ont été testé par SATO *et al.* (1979) et ont permis de déterminer une relation linéaire entre le nombre de Froude Fr et le nombre de Newton Ne

$$Ne = A + BFr \tag{1.13}$$

$$Ne = \frac{T}{\rho g R^3 L} \quad \text{et} \quad Fr = \frac{RN^2}{g} \tag{1.14}$$

Avec :	T	couple relatif au mobile	$[\,\mathrm{N\cdot m}\,]$
	N	vitesse de rotation de la cuve	$[\,\mathrm{tr\cdot min^{-1}}\,]$
	R	rayon de la cuve	$[\,\mathrm{m}\,]$
	L	longueur de la cuve	$[\,\mathrm{m}\,]$
	ρ	masse volumique apparente du mélange	$[\,\mathrm{kg\cdot m^{-3}}\,]$
	A, B	coefficients empiriques	$[\,-\,]$

Les coefficients A et B de l'équation (1.13) dépendent du taux de remplissage f du mélangeur, de l'angle de repos de la poudre et de son coefficient de frottement à la paroi μ_W et peuvent être déduits des courbes de la figure 1.47.

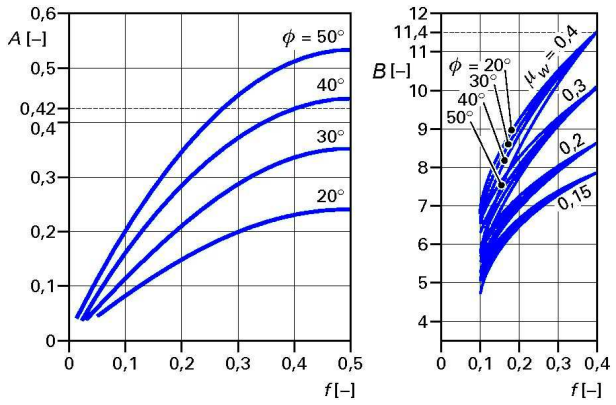


FIG. 1.47: Éléments de dimensionnement d'un mélangeur à tambour horizontal d'après SATO *et al.* (1979)

Mélangeur à double cuve en V, axe de rotation dans le plan des cuves

Par rapport à la méthode précédente, l'axe de rotation de la cuve ne passant pas par le centre de gravité, le moment d'inertie n'est pas constant. De ce fait, le couple et la puissance consommée oscillent au cours de l'expérimentation. Pour tenir compte de cet effet, SATO *et al.* (1979) considèrent les puissances minimales et maximales selon la valeur de la plus grande distance à cet axe

$$Ne_j = A_j + B_j Fr \tag{1.15}$$

$$Ne_j = \frac{T_j}{\rho g R_{max}^4} \quad \text{et} \quad Fr = \frac{R_{max} N^2}{g} \tag{1.16}$$

Avec :	j	min ou max	[−]
	R_{max}	distance maximale de la cuve à l'axe	[m]
	$A_j et N_j$	coefficients empiriques	[−]

En général, l'angle entre les deux cylindres qui constituent le « V » est un angle droit. Les abaques (cf. figure 1.48) sont alors établies selon le rapport entre le rayon d'un cylindre et R_{max} et permettent de trouver A_{min} , A_{max} , B_{min} , B_{max} .

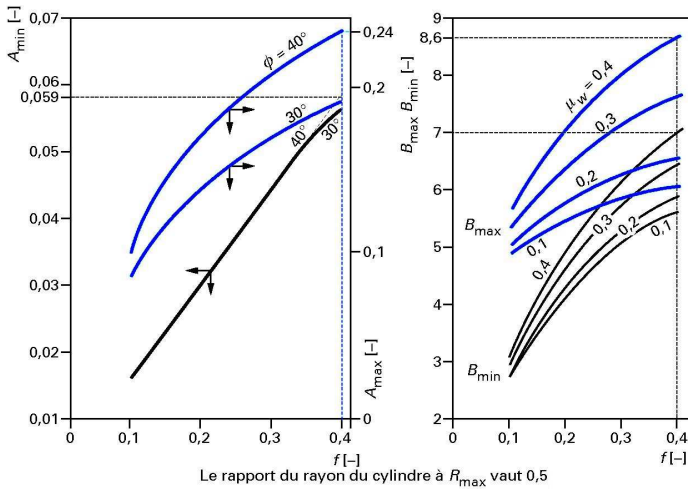


FIG. 1.48: Éléments de dimensionnement d'un mélangeur à double cuve en V à angle droit d'après SATO *et al.* (1979)

Mélangeur à ruban ou à pales

SATO *et al.* (1977) a proposé une relation empirique pour les poudres à écoulement libre. Elle relie la puissance consommée à diverses caractéristiques géométriques du mélangeur (tableau 1.2)

$$P = KND_p^{\alpha_1} \rho_a^{\alpha_2} \mu_s^{\alpha_3} Z^{\alpha_4} d^{\alpha_5} \left(\frac{S}{d}\right)^{\alpha_6} b^{\alpha_7} f^{\alpha_8} \tag{1.17}$$

Avec :	i	coefficients donnés par le tableau 1.2	[–]
	D_p	diamètre des particules	[m]
	a	masse volumique apparente du mélange	$[\ \mathrm{kg\cdot m^{-3}}\ ]$
	μ_s	coefficient de frottement	[–]
	Z	hauteur du lit	[m]
	d	diamètre du mobile	[m]
	S	pas du mobile	[m]
	b	épaisseur du mobile	[m]
	f	taux de remplissage	[–]
	K	coefficient dépendant de la poudre	[–]
	N	vitesse de rotation du mobile	$[\ \mathrm{tr\cdot min^{-1}}\ ]$

TAB. 1.2: Coefficients intervenant dans l'équation (1.17) pour différents types de mélangeurs d'après SATO *et al.* (1977)

Type	α_1	α_2	α_3	α_4	α_5	α_6	α_7	α_8
Ruban vertical	0	1	0,7	1,5	3	1,2	−0,8	0
Ruban horizontal	0	1	1,2	1	3,3	−0,3	0,7	1,2
Pales horizontales	0	1	1	1	2	0	1	0

Mélangeur convectif orbital à vis

ENTROP (1978) a corrélé le nombre de puissance au rapport des vitesses de rotation de la vis (sur elle-même et autour de la cuve) et à un facteur géométrique (cf. figure 1.49)

$$Np = \frac{P}{\rho g D_v^4 N_v} = K\left(\frac{N_v}{N_A}\right)^m \left(\frac{L}{D_v}\right)^{1,7} \tag{1.18}$$

Avec :	D_v	diamètre de la vis	[m]
	N_v	vitesse de rotation de la vis sur elle-même	$[\ \mathrm{s^{-1}}\ ]$
	N_A	vitesse orbitale de rotation de la vis	$[\ \mathrm{s^{-1}}\ ]$
	L	longueur de la vis	[m]
	m, k	coefficients dépendant de la poudre	[–]

Une autre relation mettant en jeu le nombre adimensionnel $N_v t_m$ permet de déterminer le temps de mélange t_m (cf. figure 1.50)

$$N_v t_m = 13\left(\frac{L}{D_v}\right)^{1,93} \tag{1.19}$$

En combinant les deux équations précédentes on peut relier le nombre de puissance et le temps de mélange adimensionnel

$$Np = K\left(\frac{N_v}{N_A}\right)^m \left(\frac{N_v t_m}{13}\right)^{0,86} \tag{1.20}$$

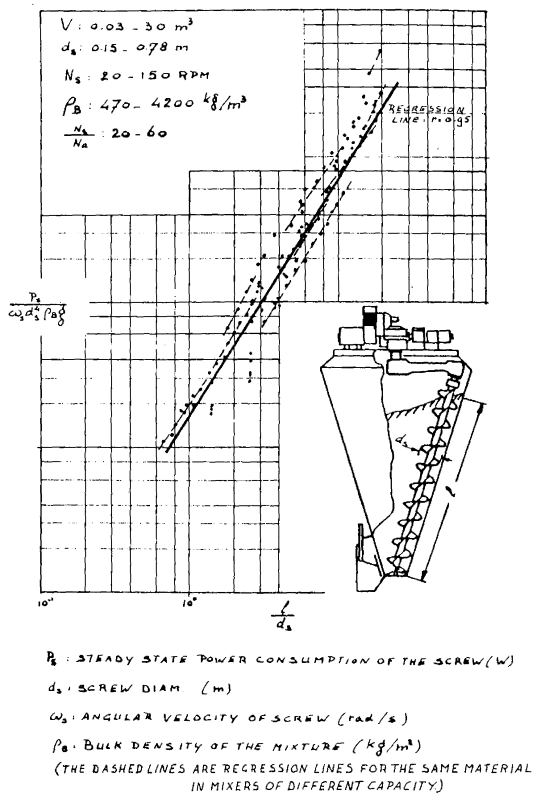


FIG. 1.49: Corrélation entre le nombre de puissance, les vitesses et les dimensions d'un mélangeur orbital à vis d'après ENTROP (1978)

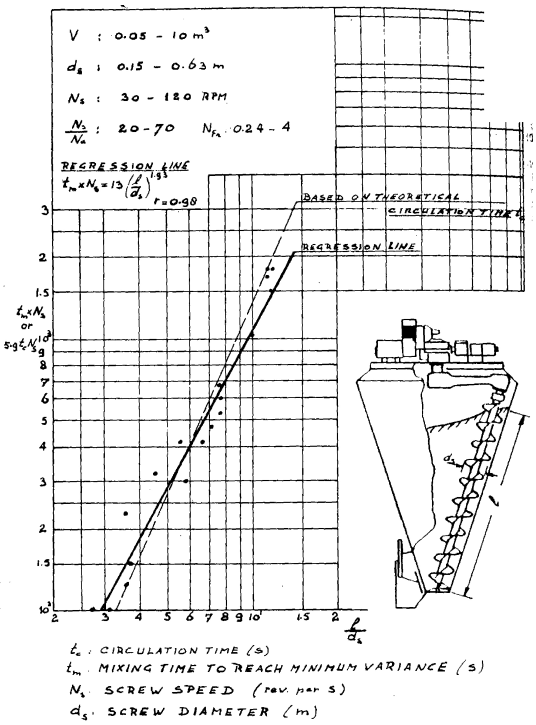


FIG. 1.50: Temps de mélange adimensionnel en fonction des dimensions du mélangeur d'après ENTROP (1978)

Mélangeur à lit fluidisé

WERTHER (1976) a corrélé le temps de mélange à la hauteur du lit au minimum de fluidisation dans l'équation suivante

$$t_m = \frac{Z_{mf}}{0{,}6\left(u-u_{mf}\right)\left[1-\frac{u-u_{mf}}{0{,}71\sqrt{g d_b}}\right]} \tag{1.21}$$

Avec :	Z_{mf}	hauteur du lit au minimum de fluidisation	[m]
	u	vitesse du gaz en fût vide	$[\,\mathrm{m\cdot s^{-1}}\,]$
	u_{mf}	vitesse du gaz au minimum de fluidisation	$[\,\mathrm{m\cdot s^{-1}}\,]$
	d_b	diamètre des bulles	[m]

On retrouve une synthèse des sections précédentes dans le tableau A.1 de l'annexe A qui résume les principales caractéristiques et applications des mélangeurs les plus courants.

1.8 Conclusion

Nous allons nous baser, tout au long de ce travail sur les principes et les différentes notions présentées dans ce chapitre pour développer notre étude sur l'agitation et sur l'homogénéité des mélanges de poudres. Nous allons mettre au point un dispositif expéri-

mental permettant de mesurer d'une part les couples développés pour l'agitation, afin de connaître les régimes d'écoulements présents et d'autre part l'homogénéité des mélanges en ligne et en temps réel grâce à une technique d'analyse d'images. Les mélangeurs présentés dans cette partie ont souvent un mouvement trop systématique, et des zones mortes importantes. C'est pourquoi il nous a paru intéressant de faire une étude sur un nouveau mélangeur, le Triaxe® dont le mouvement des pales parfaitement intégré au design de la cuve permet de réduire nettement la présence de zones mortes.

CHAPITRE 2

Développements méthodologiques et expérimentaux

L'objectif premier de la thèse est de caractériser les performances de mélange du Triaxe® sur différents types de solides divisés. Dans ce but, nous avons utilisé des poudres à écoulement libre et des poudres cohésives. Ensuite il nous a fallu déterminer le système d'analyse en ligne que nous voulions utiliser, et monter l'ensemble de la plate-forme expérimentale.

2.1 Systèmes particulaires

Une première étude d'agitation a été menée sur les poudres seules. L'étude sur l'homogénéité a été réalisée en utilisant des mélanges couscous/semoule et couscous/lactose contenant environ 25 % de couscous en masse.

2.1.1 Caractéristiques des poudres

Distribution granulométrique

La distribution granulométrique des particules de couscous a été obtenue par tamisage à l'aide d'une tamiseuse Retsch®. La séparation des particules s'effectue par vibration avec contrôle de l'amplitude et de la durée — amplitude moyenne et trois minutes de vibration. Le tamisage a été réalisé en utilisant une série normalisée de tamis. Les distributions granulométriques de la semoule, du lactose et du talc et des mélanges couscous/semoule et couscous/lactose ont été obtenues par diffraction laser à l'aide d'un granulomètre Mastersizer® en voie sèche. Les résultats sont donnés dans le tableau 2.1 et les courbes de distributions granulométriques sont représentées dans l'annexe B : figure B.1 page 121 et figure B.2 page 122.

Nous testons le mélangeur Triaxe® sur des produits ayant des caractéristiques très différentes afin de faire ressortir les différents types de mécanismes mis en jeu. On peut noter qu'il existe un facteur de taille important entre les différents constituants des mélanges. Le d_{50} du couscous est vingt fois plus important que celui du lactose et quatre fois plus

important que celui de la semoule. Il est donc attendu que ces mélanges aient une forte tendance à ségréger et qu'ils ne ne soient pas facilement réalisables.

TAB. 2.1: Différents diamètres caractéristiques de la distribution granulométrique des produits — $^{+}$établis au granulomètre laser — *établis par tamisage

Diamètre [µm]	d_{10}	d_{50}	d_{90}	$Span = \frac{d_{90}-d_{10}}{d_{50}}$
Talc^{+}	3,3	12,6	33,3	2,37
Lactose^{+}	20	70	140	1,71
Semoule^{+}	200	340	840	1,88
Couscous*	1100	1400	1800	0,5
couscous/semoule $^{+}$	266	412	1304	2,52
couscous/lactose $^{+}$	18	75	1217	15,99

Masses volumiques

Les masses volumiques vraies des produits ont été évaluées au pycnomètre à Hélium (Accu Pyc 1330, Micromeritics®). Cet appareil détermine le volume exact occupé par l'échantillon dans une cellule de volume connu, dans laquelle on introduit de l'hélium. Connaissant la masse de l'échantillon, on en déduit sa masse volumique vraie. Chaque volume est la moyenne de 25 mesures, les manipulations ont été réalisées dans une cellule de 10 cm^3 avec 25 purges.

Les masses volumiques apparentes aérées et tassées des différents produits ont été estimées avec le testeur de poudres Hosokawa® PT-N en pesant la masse de poudre contenue dans une cellule en inox de 100 ml.

Pour connaître la masse volumique aérée, on introduit la poudre, à l'aide d'un tamis vibrant de 700 µm d'ouverture, dans la cellule. Afin d'obtenir le volume le plus exact possible, nous arasons cette cellule puis nous relevons la masse. La masse volumique apparente est alors obtenue en divisant la masse de poudre par le volume.

Pour mesurer la masse volumique apparente tassée il faut installer une rehausse sur le réservoir de 100 ml. On verse la poudre à l'intérieur de la cellule et de sa rehausse. Un piston situé au-dessous du réservoir applique des chocs sur ce dernier, pour tasser la poudre. Après l'étape de tassement (180 coups), la rehausse est enlevée délicatement, la poudre arasée et la masse mesurée comme le montre la figure C.1 à l'annexe C page 123. La masse volumique apparente tassée est alors calculée.

TAB. 2.2: Différentes masses volumiques — $^{+}$établies avec le pycnomètre à Helium — *établies à l'Hosokawa® PT-N

Masses volumiques [$kg \cdot m^{-3}$]	Vraie^{+}	Aérée*	Tassée* (180 coups)
Talc	$2{,}81 \times 10^3$	$0{,}509 \times 10^3$	$1{,}083 \times 10^3$
Lactose	$1{,}54 \times 10^3$	$0{,}63 \times 10^3$	$0{,}90 \times 10^3$
Semoule	$1{,}45 \times 10^3$	$0{,}76 \times 10^3$	$0{,}82 \times 10^3$
Couscous	$1{,}43 \times 10^3$	$0{,}72 \times 10^3$	$0{,}76 \times 10^3$
couscous/semoule	$1{,}45 \times 10^3$	$0{,}71 \times 10^3$	$0{,}81 \times 10^3$
couscous/lactose	$1{,}51 \times 10^3$	$0{,}73 \times 10^3$	$0{,}96 \times 10^3$

Nous pouvons noter que les masses volumiques vraies du couscous et de la semoule ou du couscous et du lactose, sont proches (cf. tableau 2.2). Il ne doit donc pas y avoir de ségrégation due à la différence des masses volumiques pour les mélange couscous/semoule ou couscous/lactose.

2.1.2 Caractéristiques de l'écoulement

A partir des valeurs du tableau 2.2, nous pouvons calculer l'indice de Carr qui caractérise la coulabilité du produit, et le rapport d'Hausner qui rend compte de la compressibilité et de la coulabilité.

$$\text{Indice de Carr} = 100 \times \frac{\rho_{\text{tassée}} - \rho_{\text{aérée}}}{\rho_{\text{tassée}}} \tag{2.1}$$

$$\text{Rapport d'Hausner} = \frac{\rho_{\text{tassée}}}{\rho_{\text{aérée}}} \tag{2.2}$$

Le tableau 2.3 contient les valeurs des différents indices d'écoulement pour les produits utilisés ainsi que le degré de coulabilité donné par le testeur Hosokawa®.

TAB. 2.3: Différents indices caractérisant l'écoulement des produits

Produit	Indice de Carr	Degré de fluidité	Rapport d'Hausner
Talc	53 %	Très mauvais	2,13
Lactose	30 %	Pas bon	1,43
Semoule	7,3 %	Très bon	1,08
Couscous	5,3 %	Très bon	1,06
couscous/semoule	12,03 %	Plutôt bon	1,14
couscous/lactose	24,27 %	Normal	1,32

On remarque que le rapport d'Hausner du mélange couscous/semoule est plus élevé que celui des deux produits seuls. La masse volumique aérée est proche de celle du couscous alors que la masse volumique tassée est proche de celle de la semoule. Lors du tassement, les particules de semoule remplissent les interstices séparant les grains de couscous. Ceci se retrouve sur l'indice de Carr : la coulabilité de ce mélange est moins bonne, il est plus dur de mettre en mouvement le mélange couscous/semoule que chacun des produits seuls. Par contre, pour le mélange couscous lactose, la coulabilité est un peu meilleure que celle du lactose seul. Le couscous permet au mélange de mieux s'écouler.

2.1.3 Ségrégabilité des mélanges

Afin de bien différencier le comportement à l'écoulement de ces deux mélanges de poudres, nous avons réalisé un test de ségrégabilité. Avant de réaliser ce test, il est nécessaire de réaliser un mélange de poudre. Nous utilisons un mélange de 3 kg ayant 21 % massique de couscous et 79 % massique de l'autre constituant — semoule ou lactose. Le mélange a été agité au Turbula® pendant quatre minutes à une vitesse de 67 $\text{tr} \cdot \text{min}^{-1}$.

Une fois l'opération de mélange terminée, l'intégralité du mélange est déversée dans une cellule de ségrégation. Celui-ci est un dispositif en plexiglas de faible épaisseur — 3 cm — percé d'une quarantaine d'orifices pour prélèvements, et dans lequel la poudre est

versée depuis une faible hauteur. Il en résulte une ségrégation possible le long des deux pentes qui se forment. Les échantillons — 13 par mélange — sont prélevés à une échelle d'observation d'environ 3 g au niveau des orifices. Les échantillons sont regroupés trois par trois afin de recueillir une quantité suffisante pour déterminer leur composition.

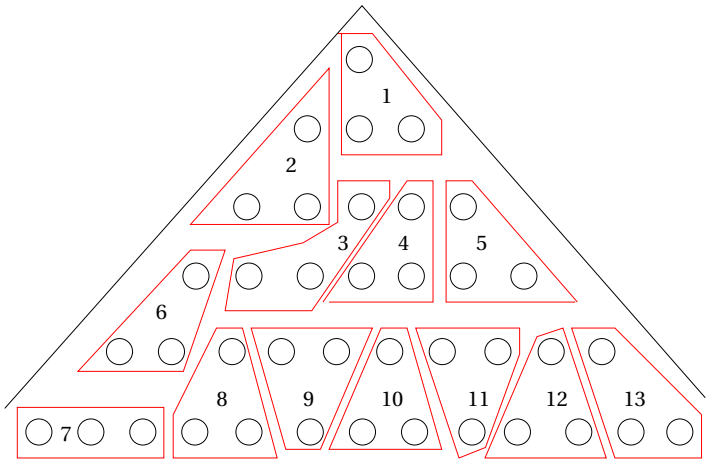


FIG. 2.1: Dispositif du test de ségrégation

Une fois les échantillons regroupés selon le schéma de la figure 2.1, ceux-ci sont tamisés et pesés de façon à connaître la proportion de couscous et de semoule ou de lactose dans l'échantillon. La proportion massique de couscous dans les différents échantillons est comparée à la proportion initiale. Si les proportions sont très proches, cela signifie qu'il n'y a pas ou peu de ségrégation. Par contre, si les proportions s'éloignent les unes des autres cela signifie qu'il existe une ségrégation non négligeable.

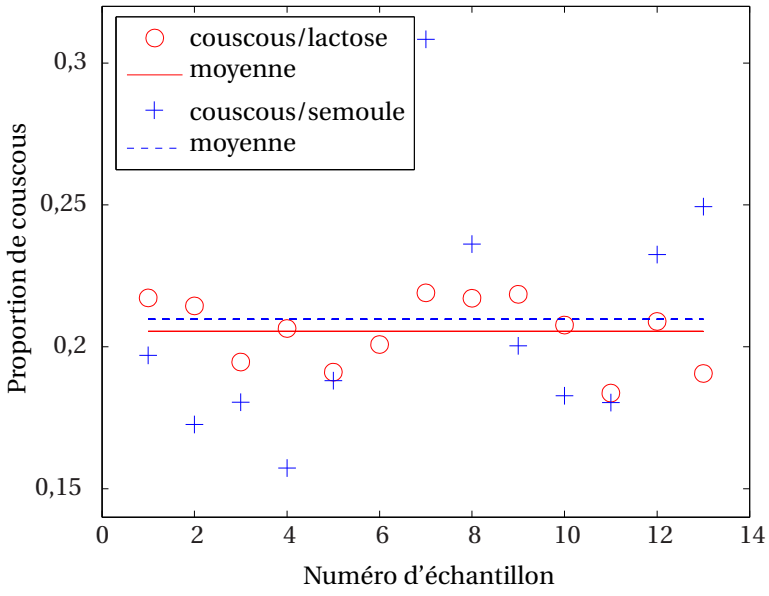


FIG. 2.2: Résultats des tests de ségrégabilité des mélanges couscous/semoule et couscous/lactose avec une échelle d'observation de 3 g

Le mélange couscous/semoule est beaucoup moins stable à l'écoulement que le mélange couscous/lactose — indice de Carr de 12 % contre 24 % pour les mélanges couscous/lactose — ceci est dû aux faibles liaisons interparticulaires. On peut voir sur la

TAB. 2.4: Résultats des tests de ségrégabilité des mélanges couscous/semoule et couscous/lactose avec une échelle d'observation de 3 g

Mélange	Moyenne [%]	Variance	CV [%]
couscous/semoule	20,98	$1{,}73 \times 10^{-3}$	19,85
couscous/lactose	20,54	$1{,}47 \times 10^{-4}$	5,91

figure 2.2 et dans le tableau 2.4 que la proportion en couscous dans le mélange couscous/semoule s'éloigne plus de la proportion vraie de couscous dans le mélange — 21 % — que celle du mélange couscous/lactose et que le CV est 3 fois plus élevé dans le cas du mélange couscous/semoule que dans le cas couscous/lactose.

2.2 Le Triaxe®, un nouveau type de mélangeur

Le mélangeur discontinu Triaxe® (cf. figure 2.3) a été inventé et développé par Michel GRANDJEAN puis vendu par la société HOGNON SA.

C'est en 1996 au cours de la réalisation d'une petite unité de production de confiture pour la société LA SOLITUDE à Évry dans l'Essonne, que le Triaxe® a pris naissance. Il fallait maintenir la confiture semi-liquide à environ 85 °C parfaitement homogène — en tempéruture mais surtout en répartition des fraises au sein de la confiture — pendant le temps de la mise en pots. Lorsqu'une quantité de confiture chaude reste en attente dans un récipient, tous les fruits remontent à la surface et la confiture n'est plus homogène.

Pour éviter cela, Michel GRANDJEAN a créé un premier système : une palette mobile en inox est fixée à l'extrémité d'un vérin pneumatique. L'articulation permet à celle-ci de passer de la position verticale à la position horizontale par une articulation limitée à 90 °. Le vérin en position verticale pousse la palette qui, au contact de la confiture, passe à la position horizontale et pousse les fruits au fond de la trémie. Lorsque le vérin se rétracte, la palette reprend sa position verticale pour ressortir de celle-ci sans remonter les fruits.

Ce système a fonctionné plusieurs mois en donnant un résultat correct. Pourtant, il y avait un problème à ce mouvement, l'entrée et la sortie de la palette provoquaient des éclaboussures sur la tige du vérin. La cristallisation du sucre sur celle-ci bloquait le mouvement du piston, le faisant monter en pression, tout en relâchant la palette violemment dans la confiture chaude. Nous imaginons facilement les conséquences de ces claques dans le produit brûlant, causant diverses brûlures au personnel, et les arrêts de machines dues aux éclaboussures.

L'idée fondamentale du système a été de faire évoluer le mouvement de la palette dans l'espace. La première approche de cette idée a été d'imaginer le mouvement rotatif de la palette. Ensuite, c'est en inclinant la palette d'environ 45 ° pour éviter de remonter les fruits à la surface de la confiture qu'est né le mouvement de giration de cette roue à aubes. De ce fait, la pale entrait bien en poussant les fruits au fond de la trémie et elle ne les remontait pas, puisqu'à son point le plus bas au fond de celle-ci, elle change d'orientation et ressort en forme de couteau. Il ne restait plus qu'à définir un mécanisme pour mettre cette roue en mouvement en réinventant le mouvement planétaire. Les résultats ont été satisfaisants pour le client et l'agitateur fonctionne depuis plus de dix ans sans jamais avoir nécessité aucune intervention.

Développé à l'origine pour mélanger des fluides visqueux, il a été testé au Laboratoire de Génie des Procédés et Technologie Alimentaires du centre de l'INRA de Lille. Ce système dont on peut voir des photographies figure 2.3 est actuellement testé sur des poudres sèches au centre de Recherche d'Albi en génie des Procédés des Solides Divisés, de l'Energie et de l'Environnement de l'École des Mines d'Albi et en tant que granulateur par l'Université de Technologie de Compiègne et dans diverses industries agro-alimentaires et cosmétiques.



(a) vue générale



(b) la cuve sphérique



(c) le système de mélange

FIG. 2.3: Le Triaxe® utilisé

2.2.1 Les caractéristiques mécaniques du Triaxe®

Le Triaxe® est un mélangeur convectif constitué d'une cuve sphérique et composé de 2 moteurs d'agitation (cf. figure 2.4).

Le moteur inférieur entraîne l'axe de giration vertical qui est centré dans la cuve. La

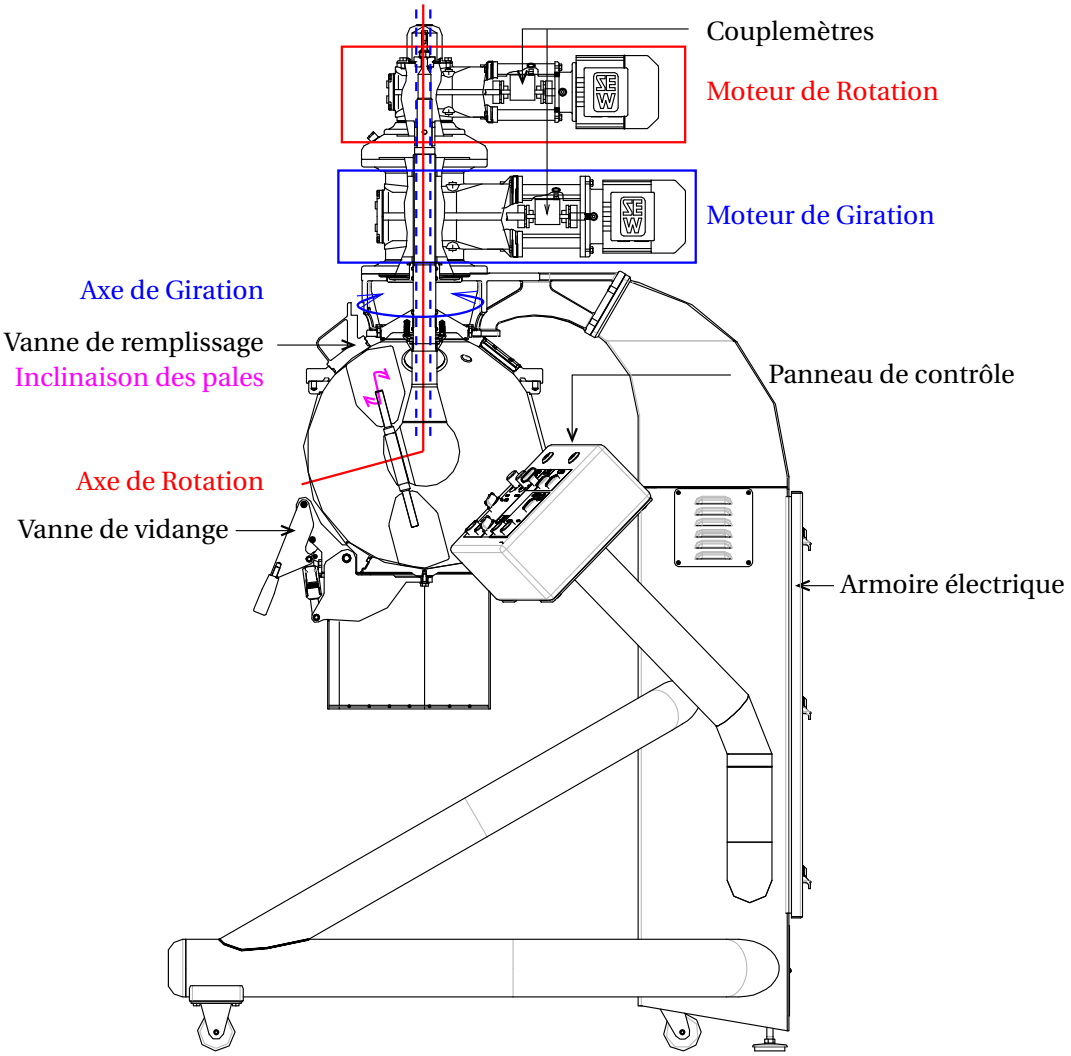


FIG. 2.4: Schéma du Triaxe®

giration peut s'effectuer dans le sens horaire ou dans le sens anti-horaire. Le moteur supérieur entraîne le mobile d'agitation. Les pales du mobile tournent autour de l'axe de rotation incliné de 15 ° par rapport à l'horizontale. Chaque pale est inclinable par rapport au plan décrit par les axes des pales. L'entrefer — distance entre les pales et la cuve — est de l'ordre de 0,3 mm et évite tout rétention de produit aux parois de la cuve. La combinaison des vitesses d'agitation, l'inclinaison des pales et l'entrefer permettent aux pales de décrire une trajectoire balayant l'intégralité du volume de la sphère d'agitation (cf. figure 2.5). Ceci devrait donc permettre d'obtenir une homogénéité satisfaisante. La figure 2.5 montre un exemple de trajectoire de l'extrémité de deux des quatre pales. Cette trajectoire varie en fonction de la combinaison des vitesses mais, dans tous les cas et au bout d'un certain temps, toute la surface de la cuve est balayée. Cette figure a été réalisée avec Matlab® en utilisant les équations de vitesse et de trajectoire du Triaxe® qui seront développées dans la section 3.2.

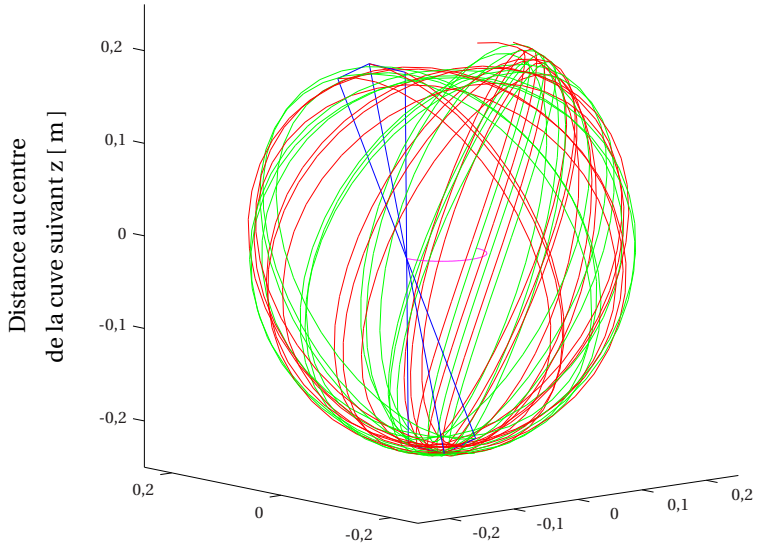
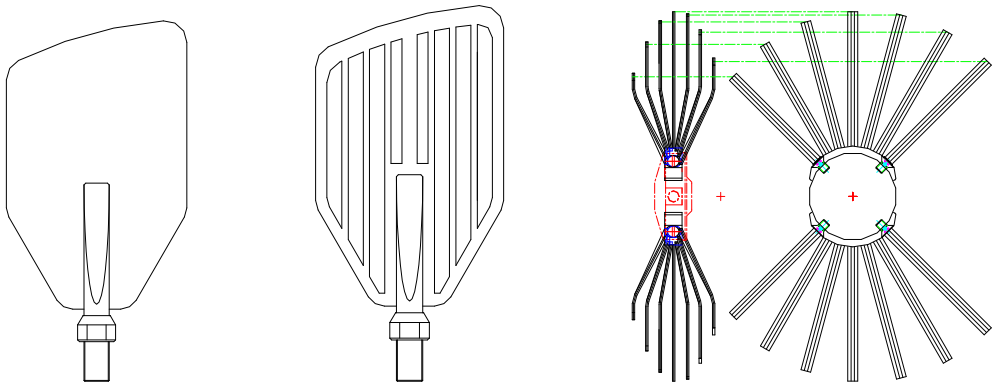


FIG. 2.5: Un exemple de trajectoire du Triaxe® au bout de 10 secondes de mélange à des vitesses d'agitation relativement faibles (14% de la vitesse maximale de giration et 32% de la vitesse maximale de rotation)

De plus, il existe différents types de pales : pleines, ajourées ou en couteaux (cf. figure 2.6) afin de s'adapter au mieux au problème posé. Nous avons utilisé les pales ajourées lors de cette étude pour augmenter un peu le cisaillement et se placer dans un cas défavorable où l'attrition semble plus probable.



(a) pleines (b) ajourées (c) en couteaux

FIG. 2.6: Différents types de pales disponibles pour le Triaxe®

Le réducteur sphérique qui permet de faire tourner l'axe de rotation est en inox 316 L. Les pignons ont une denture spiro conique en Inox ASTM Gr 660 qui est un acier austénitique à durcissement structural qui peut tourner sans aucune lubrification ce qui évite toute contamination du produit. Cet acier a subi un nouveau type de traitement obtenu par le procédé Kolsterising 33®, permettant une dureté en surface des aciers inoxydables austénitiques jusqu'à 2000 HV 0,056 ce qui correpond à la dureté des forets en acier rapide. L'ensemble est protégé par joint à lèvre testé avec des mélanges d'alumine et de poudre de verre, et une garniture rotative en PTFE étanche de 10 à 400 bars.

2.2.2 Le Triaxe® et l'attrition

Afin de quantifier le phénomène d'attrition nous avons comparé les répartitions de tailles des différentes poudres que nous avons utilisées. Nous avons mesuré les distributions granulométriques des différentes poudres avant et après un temps de mélange long aux vitesses maximales. Par exemple, nous avons agité de la semoule pendant une heure à des vitesses des axes de giration et de rotation respectives de 20,72 et 100 tours par minute. Nous avons prélevé des échantillons directement dans la cuve à t=0, 10, 30 et 60 minutes.

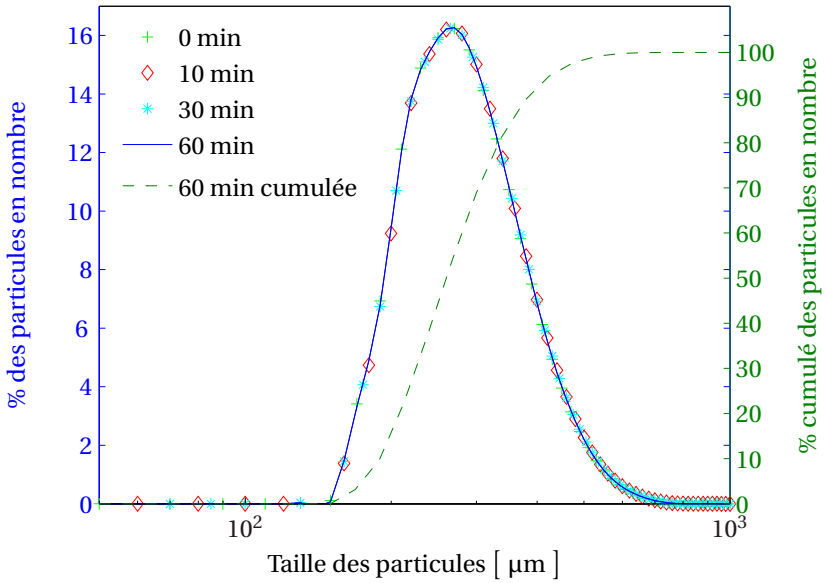


FIG. 2.7: Distributions granulométriques mesurées au granulomètre Malvern® pour différents tests d'attrition réalisés avec le Triaxe® sur de la semoule agitée pendant 0, 10, 30 et 60 minutes aux vitesses maximales de giration et de rotation *i. e.* 20,72 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ et 100 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$

On peut remarquer sur la figure 2.7 qu'il n'y a pas de différences significatives entre les distributions granulométriques des échantillons agités ou non (0 min). Nous pouvons conclure qu'il n'y a pas formation de fines lors du mélange effectué dans ces conditions extrêmes de mélange où le cisaillement des pales, les chocs entre les particules et les chocs particules/paroi sont les plus grands possibles. Le Triaxe® ne favorise donc pas l'attrition.

2.3 La plate-forme expérimentale

La figure 2.8 schématise l'ensemble de la plate-forme expérimentale. Le mélangeur est piloté par un ordinateur et un logiciel développé sous Labview®. Le contenu de la cuve est déversé sur une bande transporteuse qui une fois mise en mouvement est filmée par une caméra linéaire numérique. Afin de protéger l'installation optique et de s'affranchir des variations de lumière ambiante, la scène est éclairée par une source lumineuse Ballast HF et protégée par une boîte blanche. Deux cartes d'acquisition et de génération de signaux permettent de récupérer les données des couplemètres et de la caméra ainsi que de piloter les moteurs du Triaxe®.

Afin de réutiliser les produits mélangés, nous avons choisi de les séparer par tamisage par vibration après chaque expérience de mélange. Nous avons d'abord pensé utiliser un

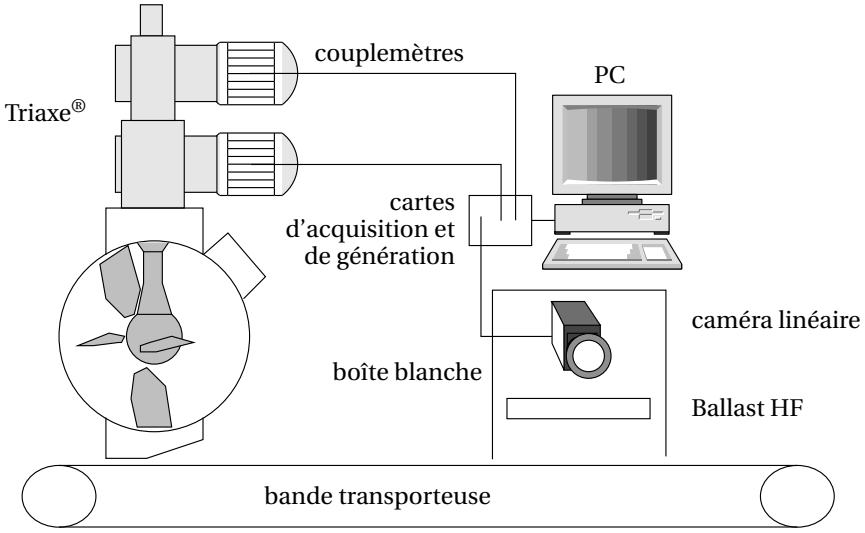


FIG. 2.8: Schéma général de la plate-forme expérimentale

dispositif qui sépare les grains de couscous du reste du mélange. La figure 2.9 permet de comparer les distributions granulométriques de la semoule tamisée avec un tel dispositif à de la semoule non tamisée. Nous pouvons voir que l'échantillon tamisé comporte beaucoup plus de fines et que les grosses particules de semoule sont beaucoup moins nombreuses que dans l'échantillon de semoule non tamisée.

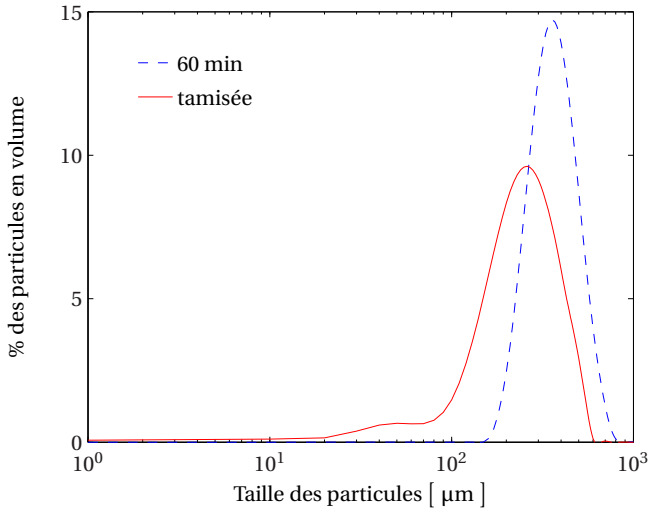


FIG. 2.9: Distributions granulométriques mesurées au granulomètre Malvern® pour de la semoule tamisée et de la semoule non tamisée

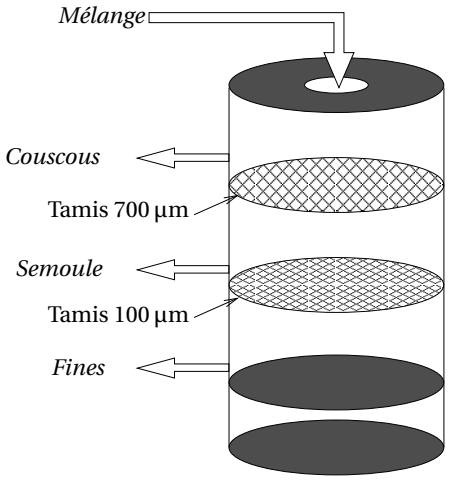


FIG. 2.10: Schéma du dispositif de tamisage par vibration à 3 niveaux

Pour nous affranchir de l'attrition générée par le tamisage, qui crée des fines et change les propriétés d'écoulement du mélange, nous avons décidé d'utiliser un dispositif de tamisage à trois niveaux — cf. figure 2.10 — qui sépare le mélange en trois classes : les fines, les moyennes constituées essentiellement de semoule et les grosses constituées essentiellement de couscous.

2.4 Méthode de pilotage du Triaxe®

Le Triaxe® étudié dispose de deux moteurs Sew Usocome® de 370 Watts de puissance. Chacun des moteurs est piloté par une platine de variation de vitesse de type Movitrac®. Cette platine fait varier la fréquence d'alimentation des moteurs en fonction de la tension qui lui est appliquée entre 0 et 10 volts. Initialement le pilote était commandé par un panneau de contrôle muni de deux potentiomètres qui faisaient varier la tension aux bornes de ces variateurs de fréquences. Nous avons décidé de ne plus utiliser ces potentiomètres et de créer un logiciel pour, d'une part, piloter le mélangeur et d'autre part, enregistrer les paramètres utilisés tout au long d'une manipulation. La première fonction que doit donc remplir le logiciel est de générer une tension que l'on pourra appliquer au variateur de fréquence. En effet, en appliquant cette tension, nous déterminons les vitesses de rotation des moteurs qui peuvent être comprises entre 0 et 3000 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ (cf. figure 2.11).

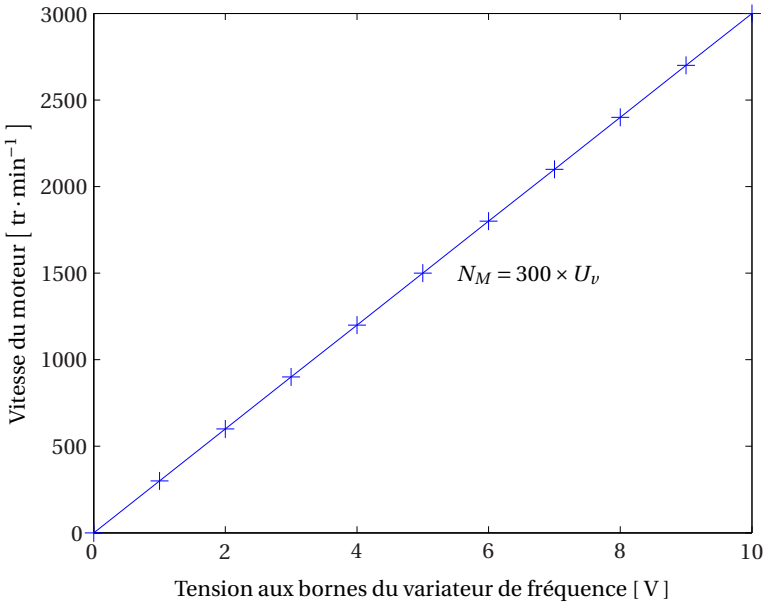


FIG. 2.11: Relation entre la tension aux bornes du variateur de fréquence (U_f) et la vitesse du moteur d'agitation (N_M) correspondant

Connaissant les rapports de réduction entre les axes des moteurs et les axes d'agitation ainsi que les vitesses des moteurs de giration $N_{\mathrm{M_G}}$ et de rotation $N_{\mathrm{M_R}}$, nous pouvons calculer les vitesses de révolution de l'axe de giration $N_{\mathrm{A_G}}$ et de l'axe de rotation $N_{\mathrm{A_R}}$.

$$N_{A_G} = \frac{N_{M_G}}{144{,}79} \quad \text{et} \quad N_{A_R} = \frac{N_{M_R}}{34} + 0{,}59 N_{A_G} \tag{2.3}$$

Avec :	N	vitesse de révolution	$[\,\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}\,]$
	A	se rapporte à un axe de révolution	[–]
	M	se rapporte à un moteur	[–]
	G	se rapporte au mouvement de giration	[–]
	R	se rapporte au mouvement de rotation	[–]

Entre chacun des moteurs et le réducteur correspondant, nous avons placé un couplemètre rotatif de la marque Scaime® mesurant des couples variant de 0 à 5 $\mathrm{N}\cdot\mathrm{m}$ avec une

précision de ±0,1%. Ceci afin de mesurer en temps réels les couples développés par les deux moteurs et ainsi de remonter aux puissances consommées.

L'acquisition des signaux de couple développé par chaque moteur et la génération de la tension aux bornes de chacun des variateurs de fréquence sont réalisées grâce à une carte National Instruments® DAQ Série M PCI-6221. Les données brutes sont récoltées grâce au logiciel que nous avons développé sous l'environnement LabVIEW® (cf. figure 2.12) qui permet donc de piloter le Triaxe® et de mesurer en temps réel les couples développés par les deux moteurs.

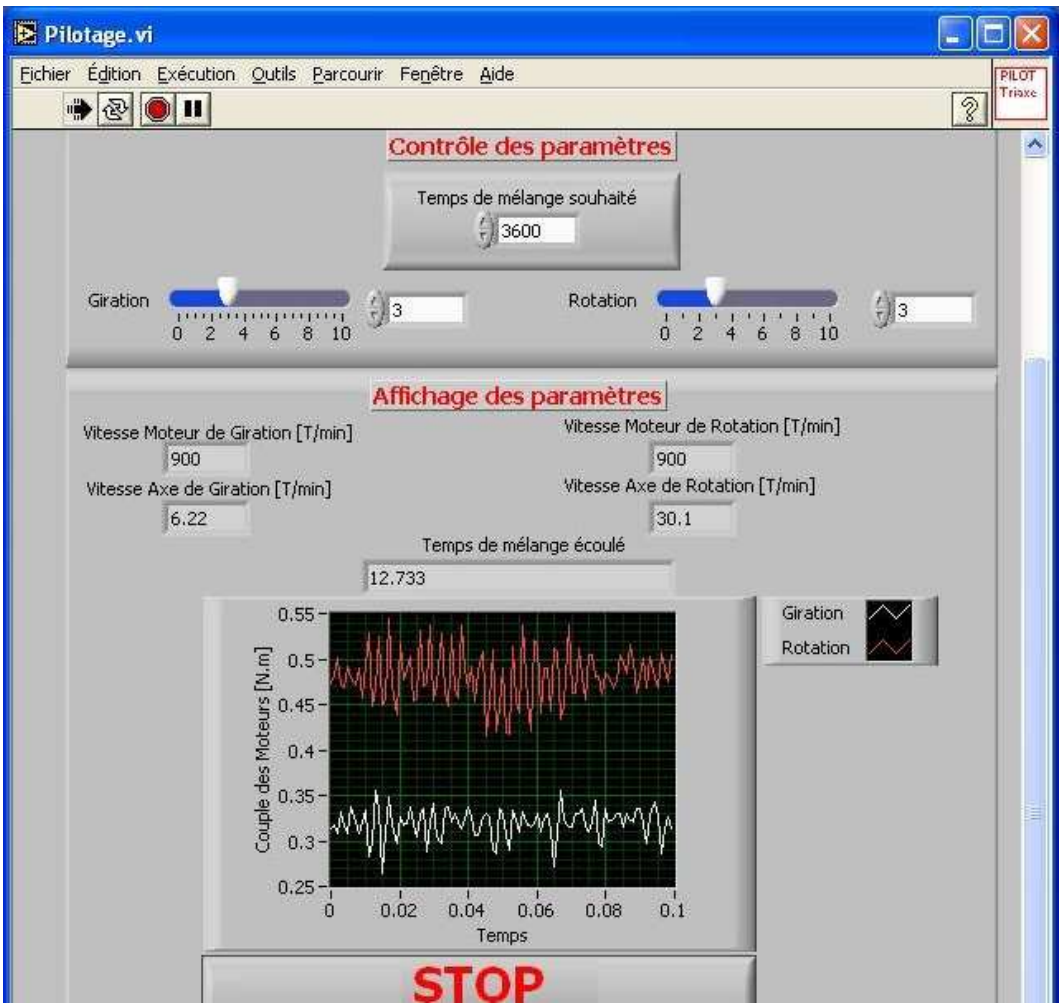


FIG. 2.12: Face avant du logiciel développé pour piloter le Triaxe® et suivre les couples développés par les moteurs

La face avant du logiciel se décompose en deux parties. La partie supérieure permet le contrôle et le réglage des paramètres que sont le temps de mélange et les vitesses des deux moteurs. On peut fixer les paramètres avant le début du mélange ou en cours de manipulation. Il est également possible de programmer le logiciel pour que le Triaxe® suive une certaine « recette » de mélange. La partie inférieure quant à elle permet de suivre l'évolution des différents paramètres en cours de mélange : vitesse de chaque moteur, de chaque axe, couple développé par chaque moteur et temps écoulé depuis le lancement du mélange.

2.5 Mesure de la qualité du mélange

L'étude de l'homogénéité de mélanges de poudres par analyse d'images consiste à faire une image d'une partie du mélange, ce qui correspond à la prise d'un échantillon. Un traitement d'image et un étalonnage permettent de remonter à la composition de l'échantillon. En répétant cette opération sur un ensemble d'images, on obtient des informations sur l'homogénéité du mélange.

La caméra utilisée possède une résolution de 16 bits permettant d'identifier 65 536 niveaux de gris. Ainsi, il est possible de différencier deux poudres de couleurs quasi identiques telles qu'une poudre blanche avec une poudre coquille d'œuf. Dans notre cas, nous utilisons comme traceur du couscous qui a été coloré avec un mélange d'iode, d'éthanol et de bétadine, ce qui lui donne une couleur noire. L'autre poudre utilisée est de couleur claire et de taille plus petite. Ceci permet d'une part de séparer les deux poudres par tamisage et ainsi ne pas perdre nos produits et d'autre part de se placer dans un cas favorisant la ségrégation rendant le mélange difficile. Le contraste entre les deux poudres étant suffisamment important, nous passons la caméra sur 8 bits pour gagner du temps de traitement. La caméra codera donc la scène observée avec des niveaux de gris compris entre 0 pour le noir et 255 pour le blanc. L'étude de l'homogénéité portera sur un mélange de deux poudres à écoulement libre couscous/semoule ainsi que sur le mélange d'une poudre à écoulement libre avec une poudre cohésive couscous/lactose. Dans chaque expérience, les proportions en couscous seront de l'ordre de 25 %.

2.5.1 Acquisition de l'image

Caractéristiques de la caméra linéaire

Une caméra linéaire caméra Lord DVL 5000 T (cf. figure 2.13 et tableau 2.5) a été installée sur un portique au dessus de la bande transporteuse afin de filmer le mélange une fois vidangé du Triaxe®.

TAB. 2.5: Caractéristiques de la caméra linéaire Lord DVL 5000 T

Capteur	CCD linéaire de 5000 pixels
Fréquence pixel	20 Mhz
Fréquence ligne	3,8 khz
Monture	objectif standard 24x36 Nikon®
Interface logique	RS232
Sortie vidéo	numérique 16 bits sur RS422
Alimentation	mono-tension à large plage d'entrée de 10 VDC à 24 VDC
Temps d'intégration	réglable par horloge externe
Synchronisation de plusieurs caméras	Possible
Fixation la caméra sur quatre faces	Possible

La sous-figure 2.13 (a) présente une vue générale de la caméra linéaire. On y voit le système de fixation sur les quatre faces de la caméra et la monture F pour objectif de type Nikon® visible sur la sous-figure 2.13 (d). Sur la sous-figure 2.13 (b) on peut voir le capteur

CCD. On remarque qu'il n'est pas de forme rectangulaire comme sur la plupart des caméra mais bien linéaire. Il est composé de 5000 pixels de 7 µm. Enfin la sous-figure 2.13 (c) présente les différentes connectiques de la caméra : l'alimentation électrique, la sortie RS232 qui permet de régler certains paramètres de la caméra et enfin la sortie RS422 qui permet d'envoyer les images vers la carte d'acquisition.



(a) (b)

(c) (d)

FIG. 2.13: La caméra linéaire ; (a) vue générale ; (b) le capteur CCD linéaire 5000 pixels ; (c) les connectiques ; (d) l'objectif utilisé

Résolution du système

Le principe d'une caméra linéaire est d'avoir un capteur CCD composé d'une ligne de pixels. En reconstruisant une image à partir d'une succession de lignes, il est possible d'obtenir des images avec une résolution bien supérieure à une caméra classique. En effet, pour un budget équivalent, les caméras classiques ont souvent un capteur de 1024 pixels de côté. Dans notre cas, avec l'objectif utilisé, la scène fait 0,3 m de large au maximum, chaque pixel filme donc une zone de $0{,}3/5000 = 60 \times 10^{-6}$ m contre $0{,}3/1024 = 293 \times 10^{-6}$ m pour une caméra classique munie d'un capteur de 1024 pixels de large.

Cette résolution est suffisante, car nous n'avons besoin que de différencier le traceur — couscous dont le diamètre moyen est de 1400 µm — du reste du mélange. Par contre, si l'on souhaite augmenter la résolution, en conservant cette caméra, il faut réduire la taille de la scène. On pourrait imaginer rapprocher la caméra de la scène mais ceci pose des

problème de netteté compte tenu de la focale de l'objectif utilisé. On pourrait également utiliser un objectif ayant un plus fort grossissement, mais il faudrait un système d'éclairage beaucoup plus puissant pour illuminer suffisamment la scène.

Proportion des images

La caméra linéaire fait l'acquisition d'une ligne de pixels et l'envoie à l'ordinateur. Pour avoir un contrôle visuel de ce qui se trouve devant la caméra, il est souhaitable de reconstruire une image. Pour reconstruire cette image, il suffit de créer un fichier image, et d'y « empiler » le nombre de lignes nécessaires pour que l'image fasse la taille désirée. Par exemple, pour avoir une image de 4000 × 2000 pixels il suffit de d'acquérir 2000 lignes de 4000 pixels.

Par contre pour que les proportions de l'image soient fidèles à la réalité, il faut régler la fréquence de balayage de la ligne de pixels en fonction de la vitesse de déplacement de la scène devant la caméra (cf. figure 2.14).

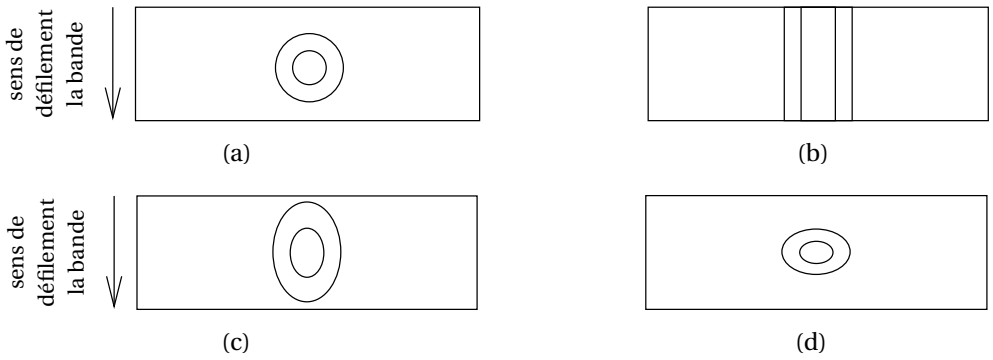


FIG. 2.14: Illustration du comportement de la caméra linéaire en fonction de sa vitesse d'acquisition ; (a) proportions « normale » : vitesse d'acquisition bien réglée ; (b) image constituée de n lignes identiques : la scène ne bouge pas devant la caméra ; (c) proportions « étirées » : la fréquence d'acquisition de la ligne de pixels est trop rapide ; (d) proportions « ramassées » : la fréquence d'acquisition de la ligne de pixels est trop lente

La sous-figure 2.14 (b) schématise le fait que si la scène est fixe devant la caméra, et que l'on choisit de reconstruire une image de n lignes de pixels, on aura une image constituée de n lignes identiques. Si la caméra fait une acquisition trop rapide, on a l'impression que les proportions de la scène sont « étirées » (cf. sous-figure 2.14 (c)) alors que si la caméra fait une acquisition trop lente, on a l'impression que les proportions de la scène sont « ramassées » (cf. sous-figure 2.14 (d))

Pour régler la vitesse d'acquisition de la caméra en fonction de la vitesse de la bande transporteuse, on place une mire calibrée sur la scène, on fait l'acquisition des images, on mesure la taille de la mire et on règle, soit la vitesse de défilement de la scène en jouant dans notre cas sur la vitesse du convoyeur, soit la vitesse d'acquisition de la caméra. Plus la caméra fait une acquisition rapide, plus la quantité de lumière doit être importante pour conserver un contraste adéquat. Dans notre cas, la quantité de lumière étant fixe, on règle la vitesse de la caméra pour avoir le contraste souhaité et on adapte la vitesse de la bande transporteuse à l'acquisition de la caméra. La vitesse de la bande transporteuse est de l'ordre de $4\,\mathrm{m}\cdot\mathrm{s}^{-1}$ et la caméra fait l'acquisition d'une ligne toutes les 40 ms. Le temps de

traitement de l'image doit donc être inférieur à 40 ms pour que l'analyse puisse se faire en temps réel.

2.5.2 Traitement de l'image

Échantillon et région d'intérêt

Nous ne souhaitons analyser que le mélange présent sur la bande et non la totalité de la scène. L'image acquise par la caméra fait toujours 4992 pixels sur les 5000 pixels de la caméra, les pixels du bord du capteur étant souvent inutilisables. Du fait des contraintes géométriques de la plate-forme expérimentale et de l'optique utilisée, cette image correspond à la largeur du convoyeur et non à celle du produit. On définit donc une *région d'intérêt* en langage Labview® dont la taille correspond juste à la largeur de la bande de produit sur le convoyeur c'est à dire 3650 pixels et toute la hauteur de l'image. C'est le contenu de cette *région d'intérêt* qui constitue l'échantillon et qui sera analysé. Ces différentes notions sont schématisées sur la figure 2.15. Ainsi, nous pouvons filmer l'intégralité du mélange.

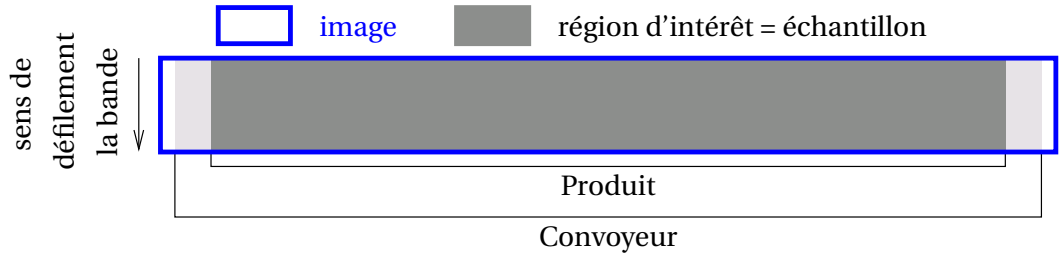


FIG. 2.15: Définition de la notion d'image et d'échantillon

Traitement de l'image

Chaque pixel de l'image acquise par la caméra a une valeur comprise entre 0 et 255 suivant le niveau de gris perçu par le capteur. Durant cette étude, nous allons mélanger du couscous « noir » avec de la semoule « jaune » ou du lactose « blanc ». Le plus simple pour différencier les deux types de particules nous a semblé être de binariser l'image, c'est à dire de donner à chaque pixel la valeur 0 ou 1. Ainsi les pixels dont le niveau de gris est inférieur à la valeur choisie pour le seuillage prendront la valeur 0, les autres pixels prendront la valeur 1.

De nombreux tests ont été réalisés pour déterminer le meilleur niveau de seuillage, c'est à dire le niveau de gris en dessous duquel une particule sera considérée comme sombre. En décalant le niveau de seuillage, à proportion massique de couscous constante, on obtient des réponses en proportion de pixels noirs différentes et donc des allures de courbes d'étalonnage différentes. Nous avons fait en sorte qu'à la vidange du mélangeur, l'ensemble du mélange forme une bande peu épaisse. Malgré tout, certaines particules sombres ne sont pas ou peu visibles car elles sont à l'intérieur de la couche de produit sur la bande transporteuse. Nous n'avons donc pas une réponse linéaire de la proportion de pixels noirs en fonction de la proportion massique en couscous théorique. Nous avons ainsi choisi le niveau de seuillage qui minimise l'erreur autour des proportions couramment rencontrées lors de notre étude. En effet, utilisant des proportions massiques de couscous de l'ordre de

25 %, nous avons choisi un niveau de seuillage pour lequel la courbe d'étalonnage induisait une erreur minimale pour des valeurs de compositions massiques en couscous proches de 25 %.

Il est important de noter que si les conditions lumineuses ne sont pas constantes, le seuillage peut être faussé. En effet une particule « noire » plus éclairée peut être perçue comme une particule « blanche » et inversement une particule « blanche » moins éclairée peut être perçue comme une particule « noire ». Afin de s'assurer de la stabilité des conditions lumineuses, nous avons utilisé un éclairage Ballast HF. La ballast électronique à haute fréquence — supérieures à 45 kHz — a de nombreux avantages d'après ANGIOLETTI & DESPRETZ (2004) :

- durée de vie des lampes augmentée jusqu'à 50% ;
- nombre d'allumages élevé — environ 100 000 ;
- allumage franc sans effet de papillonnement ;
- pas de variation en fonction de la tension du réseau ;
- pas d'effet stroboscopique ;
- pas de bourdonnement ;
- arrêt automatique de la lampe en fin de vie ;
- absence de clignotement de la lampe en fin de vie.

D'autre part, le capteur de la caméra linéaire étant très large, les rayons captés par les bords du capteur viennent de la périphérie de l'optique. Comme l'optique dont nous disposons n'est pas de très haute qualité, la lumière passe moins facilement sur les bords de celle-ci. Une feuille blanche filmée par notre installation apparaît donc légèrement grisée sur les bords. Par contre, le contraste entre les particules étant suffisamment important, les particules « blanches » assombries par ce phénomène n'ont pas encore le niveau de gris d'une particule « noire ». Nous avons tout de même voulu corriger ce phénomène en appliquant un coefficient à la valeur du niveau de gris de chaque pixel en fonction de sa place sur le capteur. Mais cette méthode allongeait considérablement le temps de traitement de chaque image et ne permettait plus une analyse en temps réel de l'ensemble des images. Si nous avions corrigé ce phénomène, il aurait fallu stocker les films bruts puis les traiter et les analyser ultérieurement. Chaque image étant composée dans le cas des mélanges couscous/semoule de $4992 \times 50 = 249\,600$ pixels et étant codée sur 8 bits, elles ont toute une taille de 1 996 800 bits. La vitesse d'acquisition étant de 25 images par seconde, il faut 49 920 000 bits pour stocker une seconde de film soit 6,24 Mo par seconde de film et 374,4 Mo pour une minute de film ce qui correspond à une manipulation.

2.5.3 Analyse de la qualité du mélange

Etalonnage de la chaîne de mesure

Après avoir fait les réglages de l'acquisition et du seuillage des images, nous avons donc effectué un étalonnage de la chaîne de mesure. Pour cela, nous avons réalisé plusieurs mélanges de 10 kg qui ont des proportions massiques en couscous balayant une gamme de 0 à 100 % de couscous.

On filme la totalité du mélange en prenant des images consécutives et une *région d'intérêt* qui fait toute la hauteur de l'image et toute la largeur du produit sur la bande du convoyeur. Le logiciel développé sous Labview® — dont on peut voir l'interface utilisateur figure 2.16 — permet d'obtenir les données en proportion de pixels noirs sur chacune

des *régions d'intérêt*. On peut alors relier cette proportion à la composition véritable du mélange.

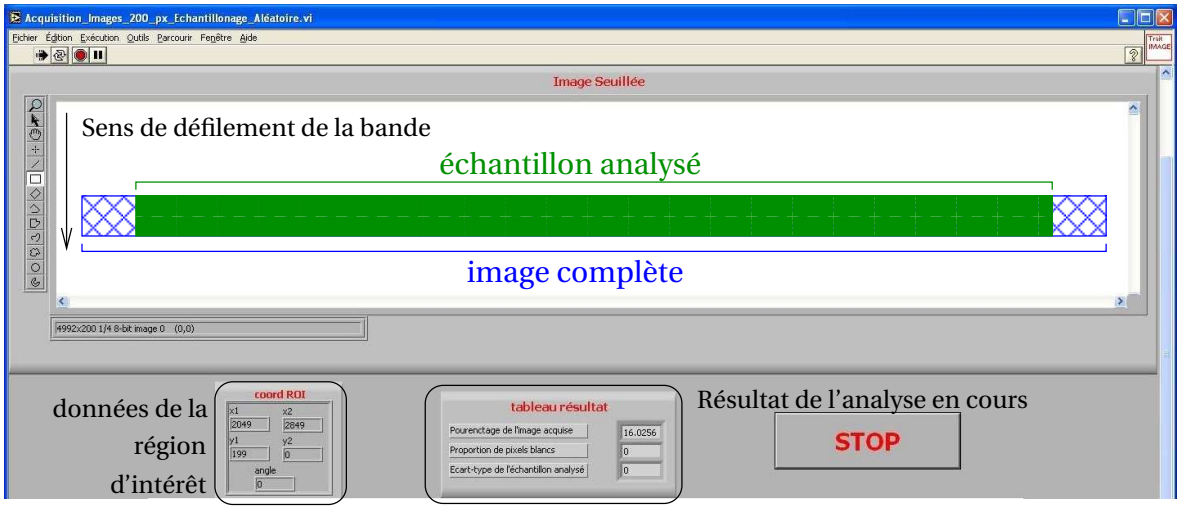
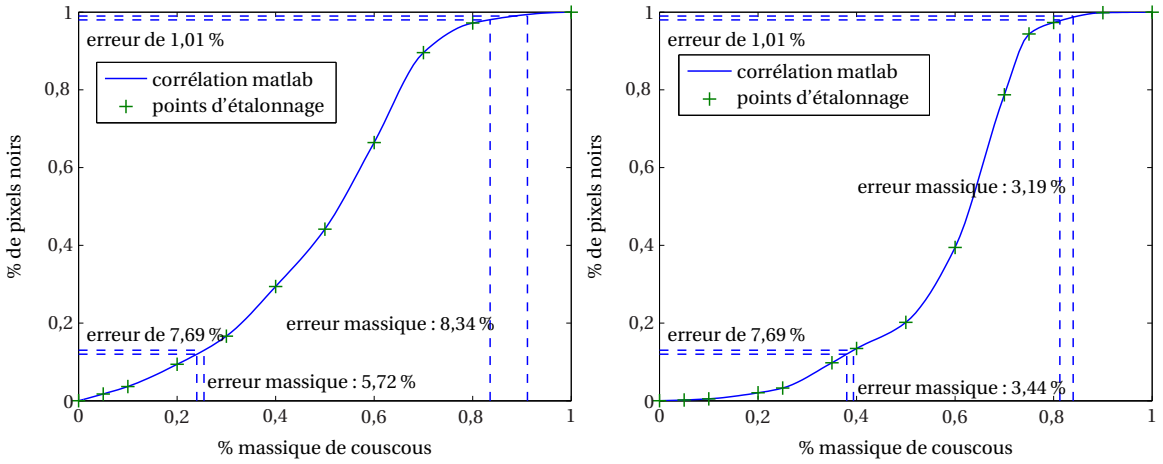


FIG. 2.16: Face avant du logiciel développé pour l'analyse d'image en ligne du produit disposé sur une bande transporteuse

Les manipulations d'étalonnage ont été réalisées trois fois, puis une moyenne des résultats a été faite afin d'obtenir la courbe d'étalonnage de la figure 2.17. A partir de cette courbe et grâce au logiciel développé sous Matlab®, nous pouvons obtenir les données en proportion massique de couscous en fonction de la proportion de pixels noirs.



(a) mélange couscous/semoule (b) mélange couscous/lactose

FIG. 2.17: Courbe d'étalonnage liant la proportion de pixels noirs à la composition massique en particules noires de l'échantillon analysé

On peut noter sur la figure 2.17 qu'au-delà de 80 % massique en couscous dans le mélange, il est difficile de repérer les particules blanches. Cette méthode d'analyse n'est donc pas bien adaptée pour les mélanges contenant plus de 80 % massique de couscous. Pour une proportion massique de couscous de 25 %, une erreur de 7,69 % sur la proportion de pixels noirs entraîne une erreur de 5,72 % sur la proportion massique de couscous pour les mélanges couscous/semoule, alors que pour une proportion massique de couscous

de 95 %, une erreur de 1,01 % sur la proportion de pixels noirs entraîne une erreur de 8,34 % sur la proportion massique de couscous. De même, pour une proportion massique de couscous de 25 %, une erreur de 7,69 % sur la proportion de pixels noirs entraîne une erreur de 3,44 % sur la proportion massique de couscous pour les mélanges couscous/lactose, alors que pour une proportion massique de couscous de 95 %, une erreur de 1,01 % sur la proportion de pixels noirs entraîne une erreur de 3,19 % sur la proportion massique de couscous.

Il faut noter que l'étalonnage n'est valable que pour un couple de produits donné, et des conditions opératoires constantes — luminosité, netteté de la caméra, vitesse d'acquisition, etc.

Méthodes d'échantillonnage

Le logiciel d'analyse d'image développé sous Labview® permet de choisir le type d'échantillonnage souhaité.

La figure 2.18 montre trois échantillonnages complets avec des tailles d'échantillons différentes.

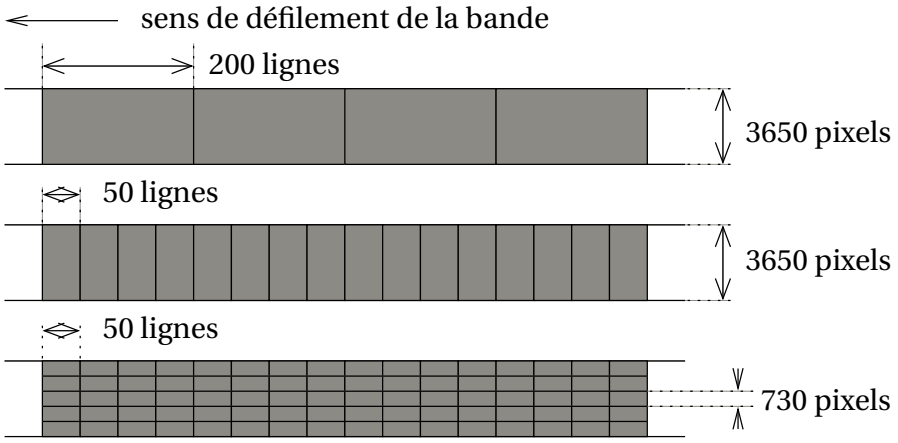


FIG. 2.18: Échantillonnages complets de tailles différentes

Toute la largeur de la bande de produit sur le convoyeur est analysée. Pour diminuer la taille de l'échantillon, on peut diminuer le nombre de lignes acquises pour former une image. Nous utiliserons cette méthode pour les mélanges couscous/semoule afin d'avoir des échantillons de l'ordre de 2 g avec une image de 50 × 4992 pixels et une *région d'intérêt* de 50 × 3650 pixels. Comme on peut le voir dans le dernier cas de la figure 2.18, pour diminuer la taille de l'échantillon, on peut aussi découper chaque image en plusieurs *région d'intérêt*. Cette méthode est avantageuse car on a beaucoup d'échantillons de petite taille mais le temps de traitement s'allonge et là encore, dans notre cas, l'analyse en temps réel n'était plus possible.

La figure 2.19 montre trois échantillonnages ayant la même taille d'échantillon.

Le premier échantillonnage est complet, la totalité du mélange est donc analysée. Pour faire un échantillonnage incomplet, on peut, comme le montre le deuxième échantillonnage, ne pas analyser toutes les images. Dans le cas schématisé, on analyse une image sur deux ce qui s'apparente à une loi d'intégration systématique avec implantation au hasard comme sur la figure 1.10 page 13. Mais on peut tout à fait suivre une loi d'intégration au hasard comme schématisé figure 1.9 page 13. Dans le cas d'une analyse d'image

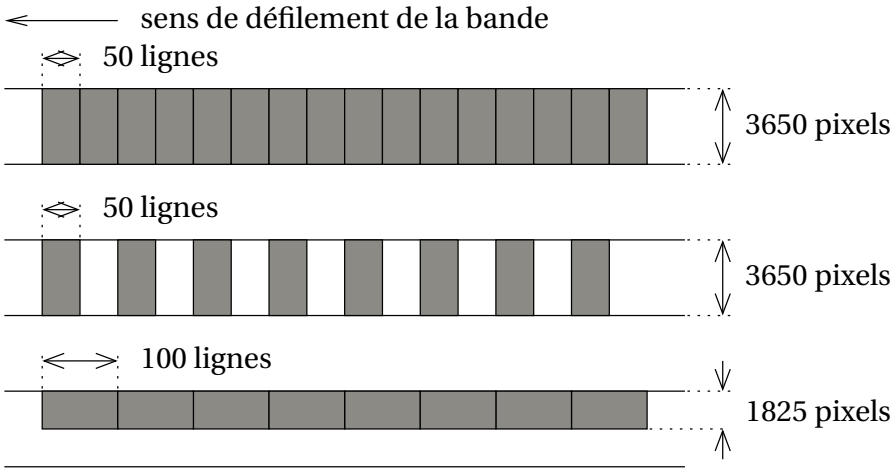


FIG. 2.19: Échantillonnages de même taille complet ou incomplet

ces intégrations n'ont pas d'intérêt sauf si le traitement des images est plus long que le laps de temps entre l'acquisition de deux images successives. Dans ce cas, par exemple, on fait l'acquisition d'une image, on l'analyse, et lorsque l'analyse est terminée, on recommence un cycle d'acquisition... On perd alors la possibilité de calculer les fonctions d'auto-corrélation car les échantillons ne sont plus consécutifs. Une autre solution pour réaliser un échantillonnage incomplet est de faire une image plus petite que la bande de produit ou de ne pas analyser la totalité de l'image comme le montre le dernier cas de la figure 2.19. Ce cas est à proscrire car une partie de la bande de produit n'est pas analysé, de manière systématique.

La figure 2.20 montre trois échantillonnages incomplets mais successifs.

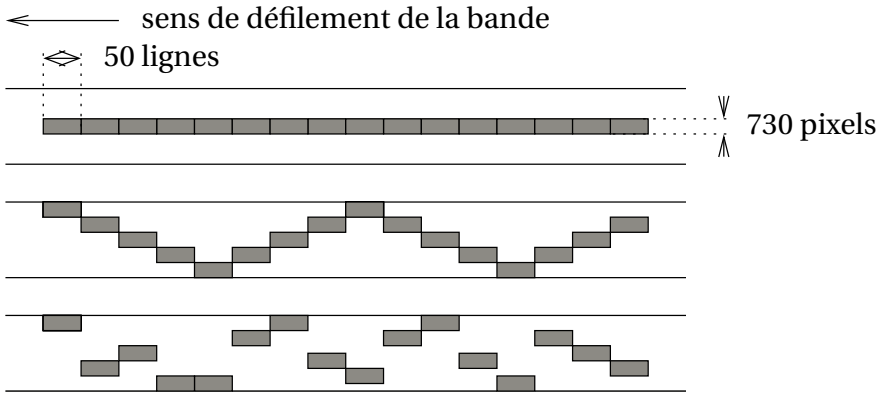


FIG. 2.20: Échantillonnage successif de même taille incomplet ordonné ou aléatoire

Le premier reprend quasiment les mêmes caractéristiques que le dernier de la figure précédente. Le deuxième est lui aussi ordonné mais l'implantation de l'échantillon prélevé se déplace au fur et à mesure afin d'échantillonner sur toute la largeur de la bande. Ce type d'échantillonnage n'est pas optimal car on n'échantillonne pas sur toute la largeur du flux du produit. Mais il est parfois nécessaire de l'utiliser si c'est la seule manière possible pour réduire la taille de l'échantillon. La solution est alors de prélever au hasard sur la largeur de l'image comme dans le dernier cas de figure qui peut s'apparenter à une implantation stratifiée au hasard — cf. figure 2.21 comme défini à la section 1.3.2 page 12.

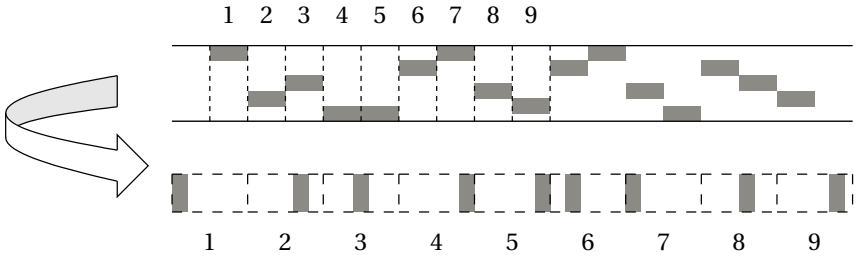


FIG. 2.21: Échantillonnage suivant une implantation stratifiée au hasard

Afin d'avoir une masse du même ordre de grandeur de ce qui existe dans le domaine pharmaceutique, nous utiliserons cette dernière méthode pour les mélanges couscous/lactose. Les échantillons auront une masse d'environ 500 mg avec une image de 200×4992 pixels et une *région d'intérêt* de 200 × 200 pixels.

Le logiciel développé sous Labview® exporte les résultats sous forme d'un fichier de données initialisé en début de programme et dont chaque ligne, qui contient les informations d'un échantillon, est écrite à chaque itération afin de ne perdre aucune donnée lors d'une panne de l'ordinateur. Ensuite, on analyse ce fichier avec des sous-programmes utilisant Matlab®, on convertit chaque proportion de pixels noirs en proportion massique de couscous grâce à la courbe d'étalonnage adéquate. On peut alors calculer la proportion de couscous moyenne, la variance, l'écart-type et le CV de cette proportion qui seront les indicateurs de la qualité du mélange.

Une autre fonctionnalité intéressante du logiciel est de pouvoir filmer le mélange, de stocker le film brut sans l'analyser. On peut ensuite analyser le même mélange plusieurs fois et de différentes façons. Ceci permet de comparer différents traitements d'image ou différentes procédures d'échantillonnages.

Nous avons par exemple réalisé un film d'un mélange couscous/lactose puis nous l'avons analysé suivant différents plans d'échantillonnage avec une même taille d'image de 4992 × 200 pixels et un nombre d'échantillons n constant à 311.

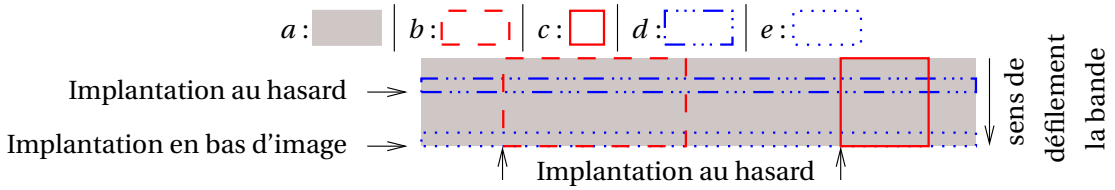


FIG. 2.22: Schéma des différents plans d'échantillonnage avec une même taille d'image de 4992 × 200 pixels

La figure 2.22 représente ces différents plans d'échantillonnage :

– un échantillonnage complet sur toute la largeur du produit — soit une taille de 3650 × 200 = 730 000 pixels (cf. échantillon *a* figure 2.22),

– un échantillonnage rectangulaire sur toute la hauteur de l'image avec implantation aléatoire sur la largeur de l'image — 800 × 200 = 160 000 pixels (cf. échantillon *b* figure 2.22),

– un échantillonnage carré sur toute la hauteur de l'image avec implantation aléatoire sur la largeur de l'image — 200 × 200 = 4000 pixels (cf. échantillon *c* figure 2.22),

– un échantillonnage sur toute la largeur du produit et une hauteur de 50 pixels avec

implantation aléatoire sur la hauteur de l'image — 3650 × 50 = 182 500 pixels (cf. échantillon *d* figure 2.22),

– un échantillonnage sur toute la largeur du produit et une hauteur de 50 pixels avec implantation sur la partie basse de l'image — 3650 × 50182 500 pixels (cf. échantillon *e* figure 2.22).

La figure 2.23 représente la proportion moyenne et son intervalle de confiance en couscous noir en fonction des différents types d'échantillonnage. L'échantillonnage a' a été obtenu en prenant cent échantillons au hasard parmi les trois cent onze échantillons de l'échantillonnage complet a. D'après NEUILLY (1996), l'intervalle de confiance de la moyenne est donné par l'équation (2.4) où t_α, qui dépend du risque α et du nombre d'échantillons n, est donné par la table de Student et vaut 1,96 dans notre cas ou le degré de liberté — le nombre d'échantillons — est supérieur à 100.

$$IC_{1-\alpha}(\mu) = \left[x_m - \frac{t_\alpha \times s}{\sqrt{n}}; x_m + \frac{t_\alpha \times s}{\sqrt{n}} \right] \tag{2.4}$$

On ne note pas de différence significative entre les différentes moyennes pour les échantillonnages testés et on remarque que la moyenne vraie, celle de l'échantillonnage a est bien inclue dans l'intervalle de confiance de la moyenne estimée à l'échantillonnage a'.

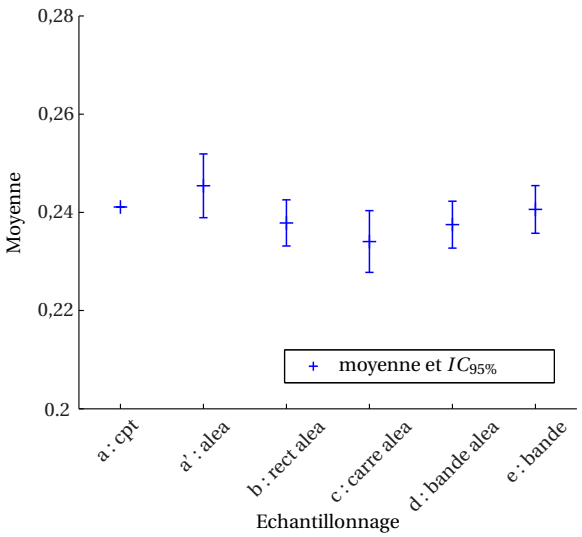


FIG. 2.23: Moyennes et intervalles de confiance à 95% pour différents tests d'échantillonnage

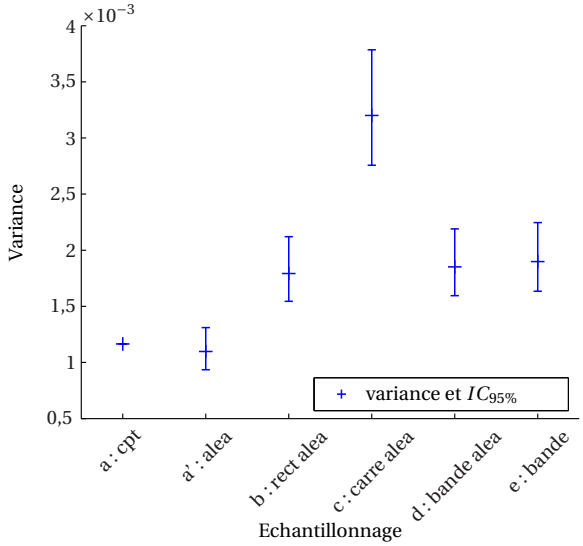


FIG. 2.24: Variances et intervalles de confiance à 95% pour différents tests d'échantillonnage

La figure 2.24 représente la variance de la proportion en couscous noir et son intervalle de confiance en fonction des différents types d'échantillonnage. D'après POIRIER (1992) pour déterminer un intervalle de confiance basé sur la variance, on utilise la loi du Khi-deux qui dépend là aussi du risque α et du nombre d'échantillons n

$$IC_{1-\alpha}(\sigma^2) = \left[\frac{(n-1)\cdot s^2}{\chi^2_{\alpha/2}(n-1)}; \frac{(n-1)\cdot s^2}{\chi^2_{1-\alpha/2}(n-1)} \right] \tag{2.5}$$

On remarque sur la figure 2.24 que la variance vraie de l'échantillonnage a est bien dans l'intervalle de confiance de la variance estimée de l'échantillonnage a'. On note

également, grâce aux échantillonnages de type complet, en rectangle aléatoire et en carré aléatoire, que plus la taille de l'échantillon diminue, plus la variance augmente. D'autre part, on note grâce aux échantillonnages en bande, que l'implantation soit aléatoire ou non, que la variance ne change pas de façon significative.

On retrouve ici le résultat de STANIFORTH (1982) : la variance expérimentale σ_e^2, est la somme de la variance vraie résultante du procédé de mélange σ_m^2 — constante ici car c'est le même mélange qui est analysé — de la variance introduite par l'erreur d'échantillonnage σ_s^2 — seule variable ici — et de la variance liée à l'analyse de l'échantillon σ_a^2 — constante car on utilise la même méthode d'analyse : la même courbe d'étalonnage.

$$\sigma_e^2 = \sigma_m^2 + \sigma_s^2 + \sigma_a^2 \tag{2.6}$$

2.5.4 Protocole expérimental pour la mesure de la qualité du mélange

Afin d'étudier les temps de mélanges obtenus avec le Triaxe®, nous avons choisi de réaliser des cinétiques de mélanges. Pour réaliser une cinétique, nous remplissons le mélangeur d'une masse connue de chacun des constituants : 7 kg de couscous puis 26,35 kg de semoule soit 21 % de couscous pour les mélanges couscous/semoule ou 7 kg de couscous puis 24 kg de lactose soit 24 % de couscous pour les mélanges couscous/lactose. Ces masses correspondent pratiquement au volume maximum de poudre que l'on peut introduire dans la cuve. Nous introduisons ces constituants à la main en commençant toujours par introduire le couscous. Nous mettons l'agitation en route directement aux vitesses choisies puis nous arrêtons le mélangeur à un temps précis. Nous vidangeons, mettons en route la bande transporteuse et le système d'analyse du mélange par traitement d'image. Nous obtenons alors un point de cinétique. Nous avons schématisé ce protocole sur la figure 2.25.

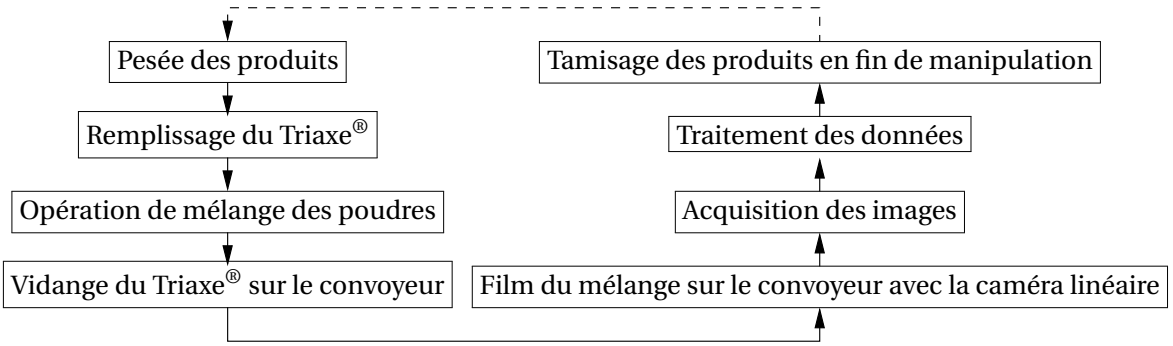


FIG. 2.25: Schéma du protocole suivi pour obtenir un point d'une cinétique de mélange

Nous utiliserons deux méthodes d'échantillonnages différentes suivant les mélanges réalisés. Leurs caractéristiques sont listées dans le tableau 2.6.

On y voit que le nombre d'échantillons est bien plus faible dans les cas des mélanges couscous/lactose. Ceci s'explique par deux raisons. Premièrement, l'image est quatre fois plus haute que pour les mélanges couscous/semoule et comme il n'y a qu'un échantillon par image, pour une même longueur de produit analysé, il y a quatre fois moins d'images et donc quatre fois moins d'échantillons. Deuxièmement, l'épaisseur de produit sur la bande transporteuse est un peu plus importante dans le cas des mélanges couscous/lactose, la

TAB. 2.6: Caractéristiques de l'échantillonnage utilisé pour les mélanges

Mélange	couscous/semoule	couscous/lactose
Taille de l'image	4992 × 50 pixels	4992 × 200pixels
Taille de la région d'intérêt	3650 × 50 pixels	200 × 200pixels
Intégration	complète	stratifiée au hasard
Taille de l'échantillon	2 g	0,7 g
Nombre d'échantillons	10000	1500

même quantité de produit est donc étalée sur une longueur de bande plus courte, il y a donc un peu moins d'images.

Lors de chaque point de cinétique, nous obtenons la variance de la teneur en couscous du mélange analysé. Nous pouvons donc tracer une cinétique de mélange qui est l'évolution de la variance en fonction du temps pendant lequel le produit a été mélangé. Dans la littérature — lire notamment l'article de DELAPLACE *et al.* (2004) — le temps de mélange est défini comme le temps nécessaire pour atteindre une déviation minimum de 10 % par rapport à la variance minimale observée lors de la cinétique. Dans la suite du manuscrit nous définirons donc le temps de mélange t_m comme le temps nécessaire à la variance du mélange pour atteindre 110 % de la variance minimale obtenue lors de l'expérience comme indiqué sur la figure 2.26.

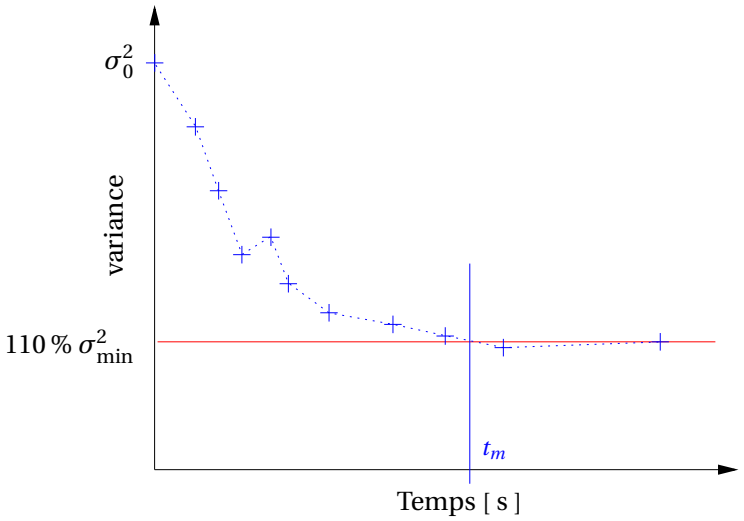


FIG. 2.26: Illustration d'une cinétique et du temps de mélange associé

CHAPITRE 3

Étude de l'agitation

Une fois la plate-forme expérimentale opérationnelle, nous avons commencé par étudier l'agitation des différentes poudres séparément afin de mettre en évidence les différents types de mécanismes mis en jeu par le Triaxe®.

3.1 Mesure des couples

3.1.1 Préchauffage des moteurs

La figure 3.1 montre que le couple développé par les moteurs pour les faire tourner à la vitesse demandée est plus important lorsqu'ils sont froids. Le couple développé par les moteurs diminue puis se stabilise au bout d'une heure.

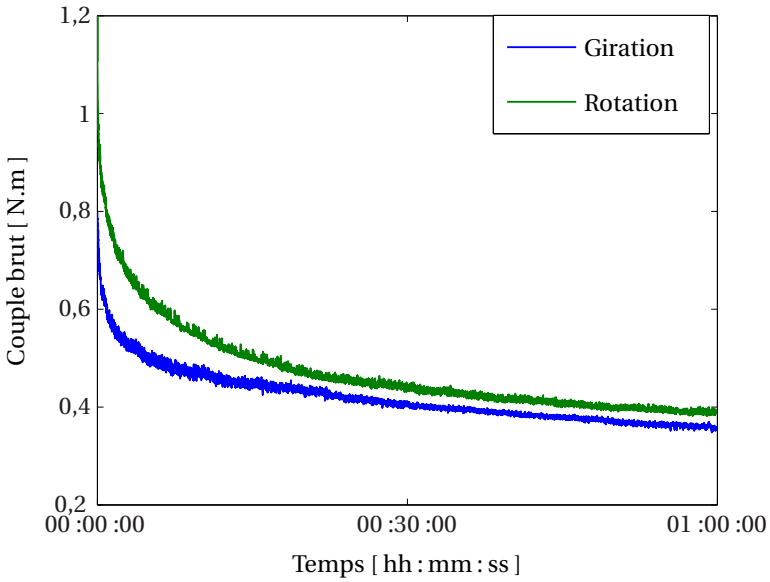


FIG. 3.1: Couples bruts mesurés sur les deux moteurs d'agitation sans préchauffage lors d'un essai : $N_{M_G} = N_{M_R} = 3000\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

Afin de s'assurer de la reproductibilité des mesures, chaque essai sera précédé d'un préchauffage d'une heure et trente minutes.

3.1.2 Couple développé par les moteurs

Pour tester le Triaxe® avec chacun des produits utilisés, nous mesurons les couples développés par chacun des moteurs d'agitation aux vitesses suivantes : 0, 75, 150, 225, 300, 450, 600, 900, 1200, 1800, 2400, et 3000 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$. Nous enregistrons un point de mesure toutes les 100 millisecondes sur un intervalle de temps d'une minute afin de s'assurer de la stabilité du signal. La valeur du couple que nous retiendrons est la moyenne des couples acquis.

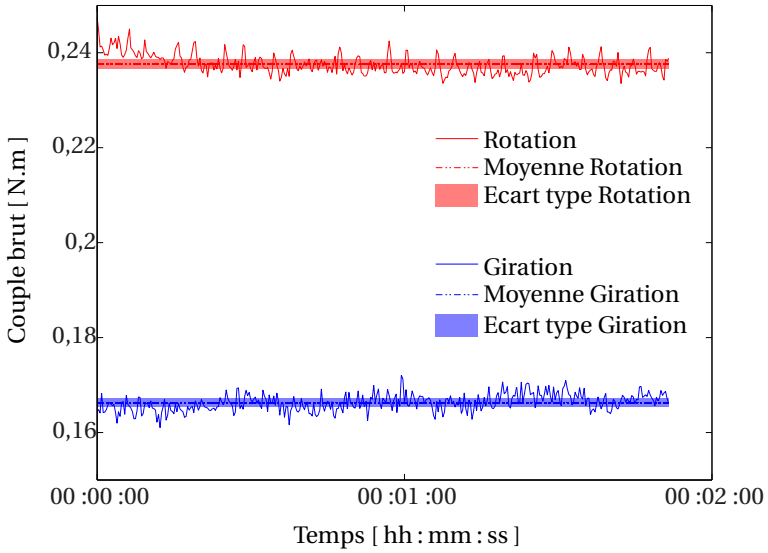


FIG. 3.2: Couples bruts mesurés sur les deux moteurs d'agitation lors d'un essai à vide : $N_{\mathrm{M_G}} = 300\,\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ et $N_{\mathrm{M_R}} = 600\,\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$

La figure 3.2 montre les couples bruts mesurés par les deux moteurs d'agitation lors d'un essai à vide après préchauffage. On note que le couple oscille faiblement et aléatoirement autour de sa valeur moyenne.

3.1.3 Couple et puissance reçus par les produits

Afin d'obtenir la valeur du couple exercé par le produit agité, nous avons mesuré les valeurs de couple à vide que nous retranchons aux valeurs en charge pour nous affranchir du couple exercé par la mécanique du Triaxe®

$$C_{\text{effectif}} = C_{\text{en charge}} - C_{\text{à vide}} \tag{3.1}$$

Le couple effectif total est la somme des couples utiles mesurés sur chacun des axes des moteurs. De même, la puissance effective P_{eff} est la somme des puissances utiles de giration P_G et de Rotation P_R

$$P_{\text{eff}} = P_G + P_R \tag{3.2}$$

Avec : $P_G = \left(C_G - C_{G_0}\right) \cdot 2\pi \cdot N_{M_G}$
$P_R = \left(C_R - C_{R_0}\right) \cdot 2\pi \cdot N_{M_R}$

3.2 Les trajectoires et les vitesses du Triaxe®

En connaissant les grandeurs géométriques du Triaxe® nous avons pu calculer les trajectoires et les vitesses mises en jeu. Le détail du calcul est visible dans l'annexe D page 125.

3.2.1 Les trajectoires des pales

On peut visualiser un nouvel exemple de trajectoire des pales sur la figure 3.3. Nous n'avons représenté que deux des quatre pales afin de ne de ne pas surcharger la figure.

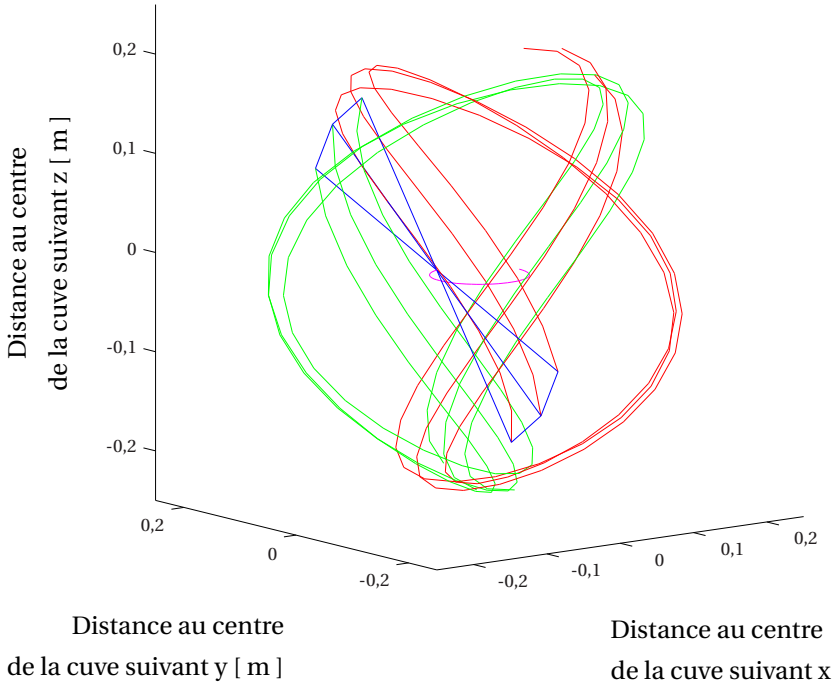


FIG. 3.3: Exemple de trajectoire de deux pales du Triaxe® pour des vitesses moteurs de $N_{M_G} = 3000\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1000\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

3.2.2 La vitesse linéaire de bout de pale

En dérivant l'expression de la trajectoire nous avons obtenu la vitesse linéaire de bout de pale dont on peut voir un exemple figure 3.4.

On peut noter que la fonction qui décrit cette vitesse est périodique et que sa période varie suivant les vitesses des moteurs sans être directement liée à l'une des deux vitesses.

D'autre part, la figure 3.5 qui représente le maximum de la vitesse linéaire de bout de pale en fonction de la vitesse de l'axe de rotation pour quelques combinaisons de vitesses utilisées lors de cette étude, montre que le maximum de la vitesse linéaire dépend de la vitesse de l'axe de rotation N_{A_R} par un lien de proportionnalité :

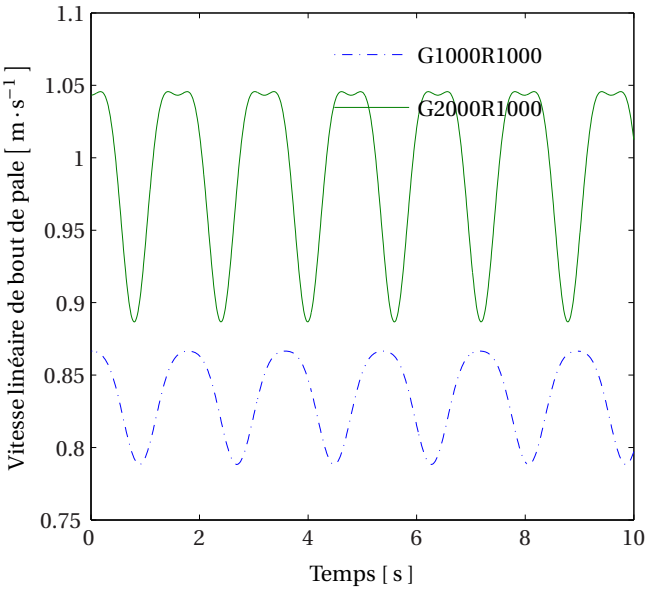


FIG. 3.4: Exemple de vitesse linéaire de bout de pale pour des couples de vitesses moteurs (N_{M_G}, N_{M_R}) de (1000,1000) et (2000,1000) [tr·min^{-1}]

$$v_{max} = 0{,}026 \times N_{A_R} \tag{3.3}$$

Or,

$$N_{A_R} = \frac{N_{M_R}}{34} + 0{,}59 \cdot \frac{N_{M_G}}{144{,}79}. \tag{3.4}$$

Soit

$$v_{max} = 0{,}026 \times \left(\frac{N_{M_R}}{34} + 0{,}59 \frac{N_{M_G}}{144{,}79} \right). \tag{3.5}$$

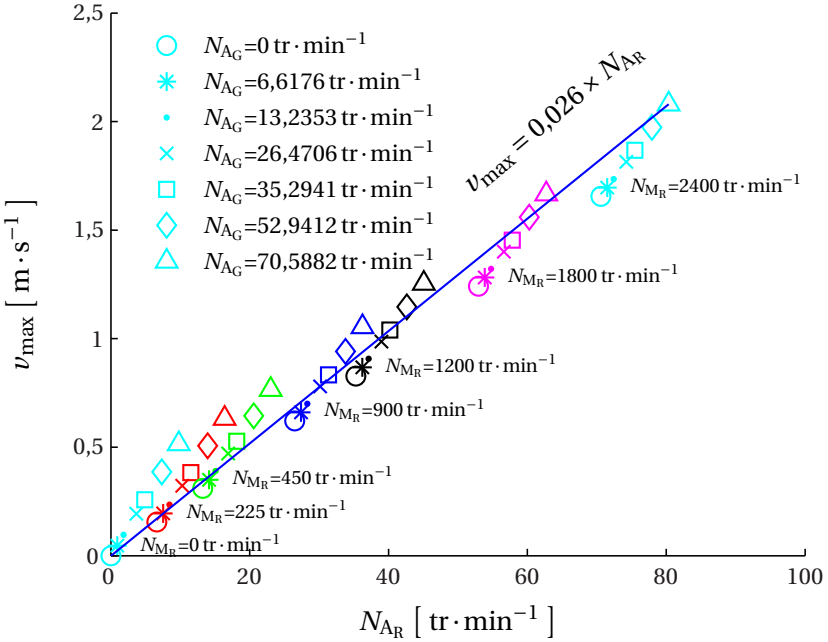


FIG. 3.5: Vitesse linéaire maximale en fonction de la vitesse de l'axe de rotation

Ceci est vrai pour la plupart des combinaisons de vitesses « classiques », c'est à dire lorsque la vitesse de l'axe de giration N_{A_G} n'est pas trop grande devant celle de l'axe de rotation N_{A_R}, *i. e.* que le rapport N_{A_R}/N_{A_G} n'est pas trop faible. Si N_{A_R}/N_{A_G} est faible, le mouvement des pales ne paraît pas « naturel » : les pales tournent très peu alors que l'axe de giration tourne rapidement. Les parois de la cuve semblent mal balayées. Ce mouvement est peut-être intéressant pour le mélange des pâtes qui ont besoin d'être étirées, mais cette étude serait marginale ici.

Le tableau 3.1 indique quelques vitesses linéaires maximales en fonction des vitesses des deux moteurs.

TAB. 3.1: Vitesse linéaire maximale exprimée en $m \cdot s^{-1}$ en fonction des vitesses des moteurs exprimées en $tr \cdot min^{-1}$

N_{M_R} \ N_{M_G}	0	150	450	900	1800	3000
0	0,00	0,03	0,10	0,19	0,39	0,64
150	0,10	0,13	0,19	0,28	0,46	0,72
450	0,31	0,34	0,39	0,47	0,64	0,89
900	0,62	0,65	0,70	0,78	0,94	1,17
1800	1,24	1,27	1,32	1,40	1,56	1,77
3000	2,07	2,10	2,15	2,23	2,39	2,60

Ce tableau montre que v_{max} est compris entre 0 et 2,60 $m \cdot s^{-1}$ et que plus un moteur tourne rapidement plus v_{max} est importante. On note là encore que v_{max} dépend plus fortement de la vitesse du moteur de rotation que de celle du moteur de giration.

On a vu sur la figure 3.4 que la vitesse linéaire variait de manière importante avec le temps, il nous a paru intéressant de quantifier dans le tableau 3.2 cette variation par le biais du coefficient de variation de cette vitesse en fonction des vitesses des moteurs.

TAB. 3.2: Coefficient de variation de la vitesse linéaire de bout de pale en fonction des vitesses des moteurs exprimées en $tr \cdot min^{-1}$

N_{M_R} \ N_{M_G}	150	450	900	1800	3000
150	$3{,}29 \times 10^{-02}$	$7{,}61 \times 10^{-02}$	$1{,}02 \times 10^{-01}$	$1{,}48 \times 10^{-01}$	$1{,}70 \times 10^{-01}$
450	$1{,}23 \times 10^{-02}$	$3{,}38 \times 10^{-02}$	$5{,}86 \times 10^{-02}$	$8{,}91 \times 10^{-02}$	$1{,}16 \times 10^{-01}$
900	$6{,}48 \times 10^{-03}$	$1{,}84 \times 10^{-02}$	$3{,}36 \times 10^{-02}$	$5{,}91 \times 10^{-02}$	$8{,}14 \times 10^{-02}$
1800	$3{,}28 \times 10^{-03}$	$9{,}59 \times 10^{-03}$	$1{,}82 \times 10^{-02}$	$3{,}36 \times 10^{-02}$	$5{,}08 \times 10^{-02}$
3000	$1{,}98 \times 10^{-03}$	$5{,}85 \times 10^{-03}$	$1{,}13 \times 10^{-02}$	$2{,}15 \times 10^{-02}$	$3{,}37 \times 10^{-02}$

On note que plus la vitesse du moteur de giration N_{M_G} est importante, plus le coefficient de variation de la vitesse linéaire est important. Il passe de $3{,}29 \times 10^{-2}$ à plus de $1{,}7 \times 10^{-1}$ quand N_{M_G} passe de 0 à 3000 $tr \cdot min^{-1}$ pour N_{M_R} égal à 150 $tr \cdot min^{-1}$. Par contre quand N_{M_R} augmente, la dispersion de la vitesse linéaire a tendance à diminuer. En effet, à N_{M_G} constant le coefficient de variation de la vitesse diminue avec l'augmentation de N_{M_R}.

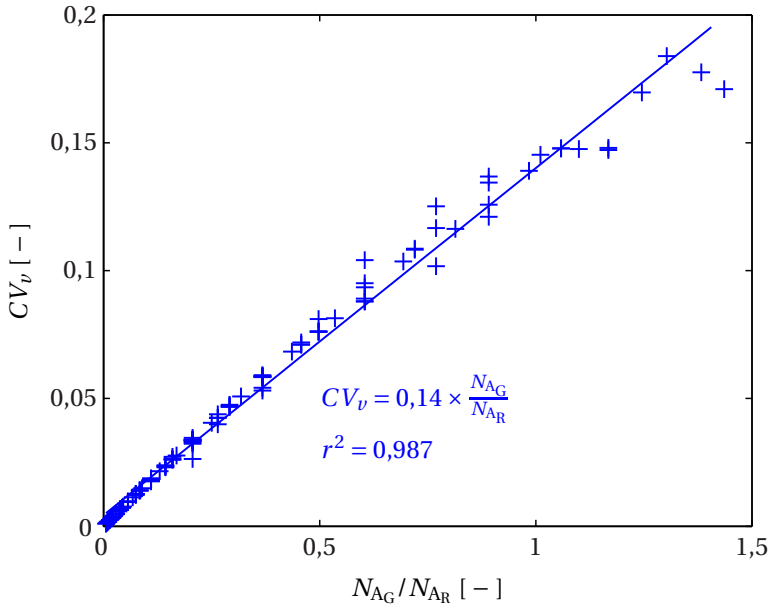


FIG. 3.6: Coefficient de variation de la vitesse linéaire en fonction du rapport des vitesses des axes N_{A_R}/N_{A_G}

On s'aperçoit grâce à la figure 3.6 que le coefficient de variation de la vitesse linéaire peut être relié de manière linéaire au rapport des vitesses des axes N_{A_G}/N_{A_R}. Plus la vitesse de giration est grande devant celle de rotation, plus la vitesse linéaire est fluctuante. A l'inverse, si N_{A_G} est nul, on retrouve le mouvement d'un mobile simple sur un axe de rotation, la vitesse linéaire est constante, le CV de la vitesse est donc nul quand N_{A_G}/N_{A_R} tend vers zéro.

3.2.3 L'angle de pénétration des pales dans le produit

Les pales du Triaxe® ont une inclinaison propre réglée à 45 ° pour cette étude, mais l'angle de pénétration de la pale dans le produit qui est schématisé figure 3.7 varie au cours du temps du fait de la combinaison des vitesses. De plus, l'angle de pénétration étant le concept de base pour l'élaboration du Triaxe®, il nous a paru essentiel de nous y intéresser pour mesurer son importance sur les régimes d'écoulement et la qualité des mélanges.

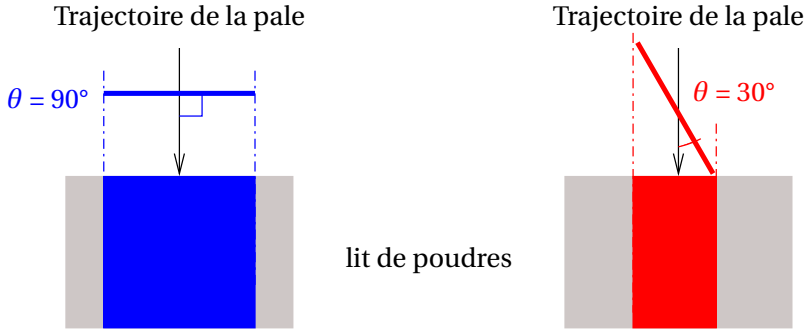


FIG. 3.7: Schéma de la pénétration de la pale dans le lit de poudre

Les forts angles font que le mobile pousse le mélange et entraîne un mécanisme de convection. Les petits angles favorisent le cisaillement. Il faut noter que ce que l'on ap-

pelle l'angle de pénétration peut être considéré comme l'angle de sortie lors d'une phase ascendante de la pale.

En ayant défini la vitesse linéaire de bout de pale, nous pouvons définir l'angle de pénétration de la pale dans le produit par

$$\theta = \arctan\left(\frac{\left\|\vec{v}_{n(\vec{x},\vec{y},\vec{z})}\right\|}{\left\|\vec{v}_{t(\vec{x},\vec{y},\vec{z})}\right\|}\right) \tag{3.6}$$

Un exemple de l'évolution temporelle de cet angle est représenté figure 3.8. Comme pour la vitesse linéaire, on note que l'angle de pénétration varie fortement au cours du temps et en fonction des vitesses des moteurs.

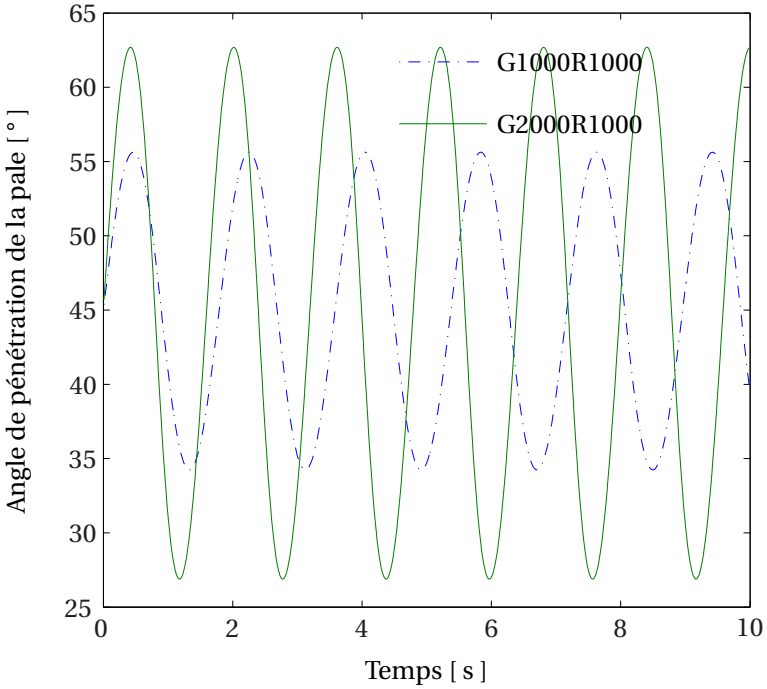


FIG. 3.8: Angle de pénétration de la pale dans le produit pour des couples de vitesses moteurs (N_{M_G}, N_{M_R}) de (1000,1000) et (2000,1000) $\left[\ \mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}\ \right]$

La figure 3.9 indique différentes valeurs de l'angle de pénétration en fonction des vitesses des moteurs. L'angle maximal varie de 45 à 80 °. Globalement, on note que l'angle maximal augmente avec la vitesse de giration et qu'à vitesse de giration constante, il diminue lorsque la vitesse de rotation augmente.

La figure 3.10 représente toujours l'angle maximum de pénétration mais en fonction du rapport des vitesses des moteurs de révolution. On y retrouve le fait que l'angle maximal est plus important quand la vitesse du moteur de giration est supérieure à celle du moteur de rotation. On note également que lorsque N_{M_R}/N_{M_G} est grand, θ_{max} tend vers l'angle d'inclinaison des pales par rapport à leur axe qui est de l'ordre de 45 °.

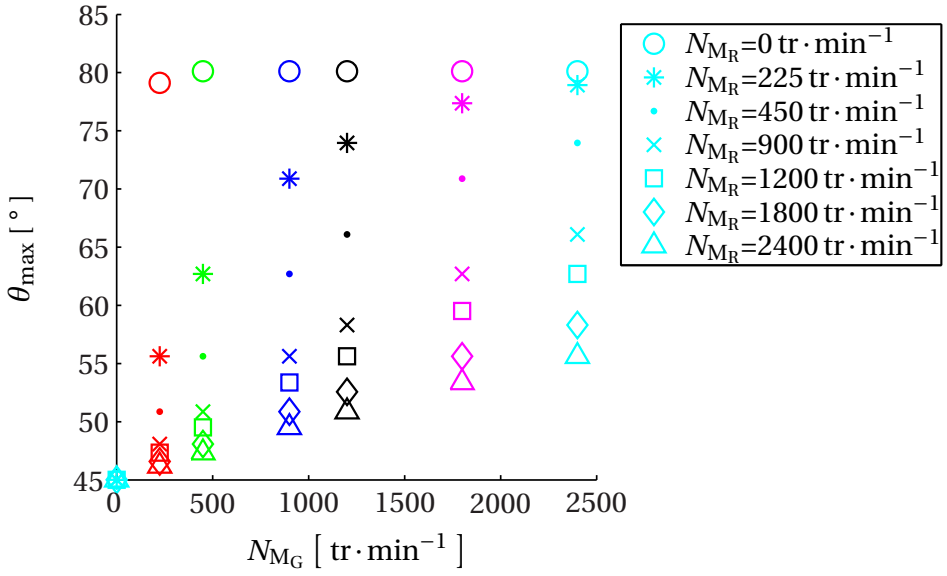


FIG. 3.9: Angle maximal de pénétration de la pale dans le produit en fonction de la vitesse du moteur de giration

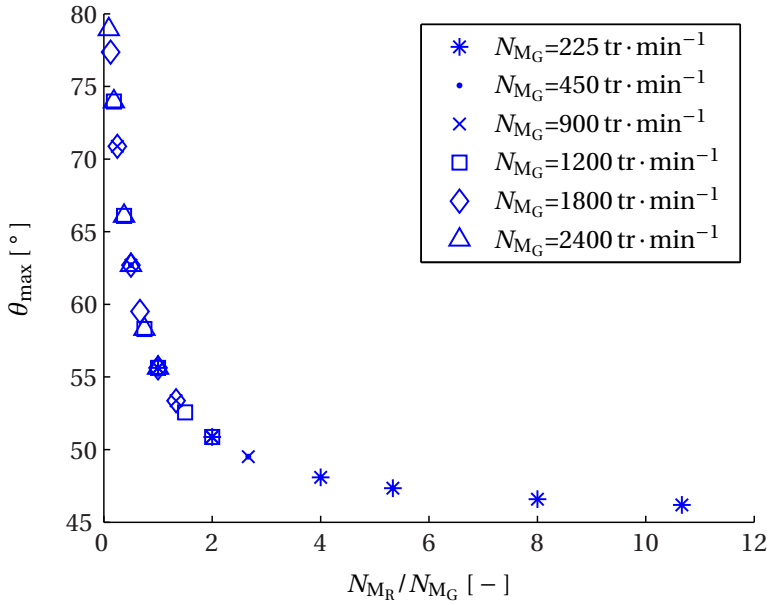


FIG. 3.10: Angle maximal de pénétration de la pale dans le produit en fonction du rapport des vitesses des moteurs

La figure 3.11 montre que le coefficient de variation de l'angle de pénétration est plus important lorsque la vitesse du moteur de giration est supérieure à celle du moteur de rotation. Quand la vitesse du moteur de rotation est supérieure à celle du moteur de giration, l'angle de pénétration de la pale dans le produit a une plus grande plage de variation. Inversement quand N_{M_G} est supérieur à N_{M_R}, θ est quasiment constant, son CV tend donc vers zéro, ce qui serait effectivement le cas pour N_{M_G} égal à zéro. La relation proposée est cette fois moins probante que pour la vitesse de bout de pale.

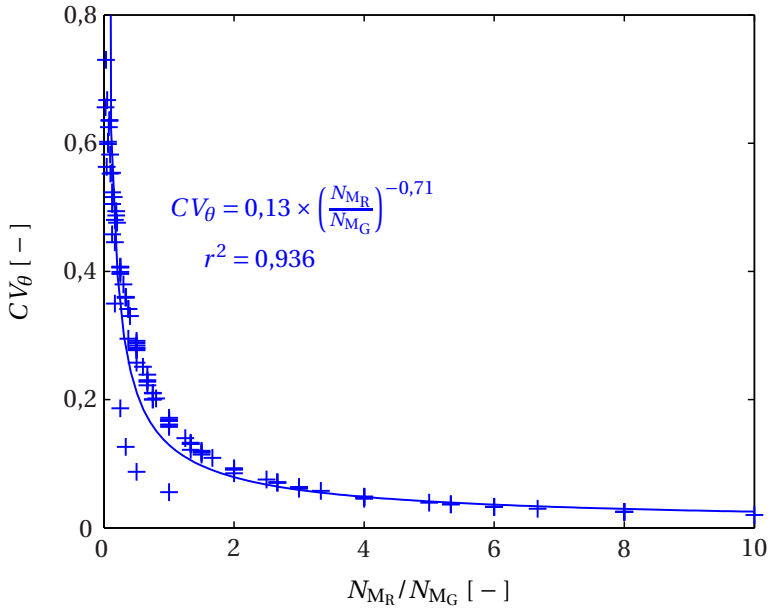


FIG. 3.11: Coefficient de variation de l'angle de pénétration de la pale dans le produit en fonction du rapport des vitesses des moteurs

La figure 3.12 représente le coefficient de variation de l'angle de pénétration de la pale dans le produit CV_θ en fonction de θ_{max}.

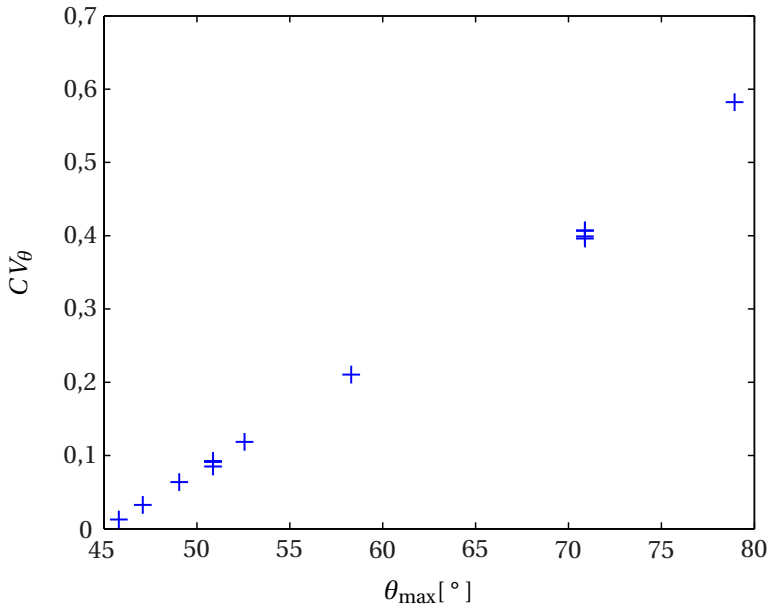


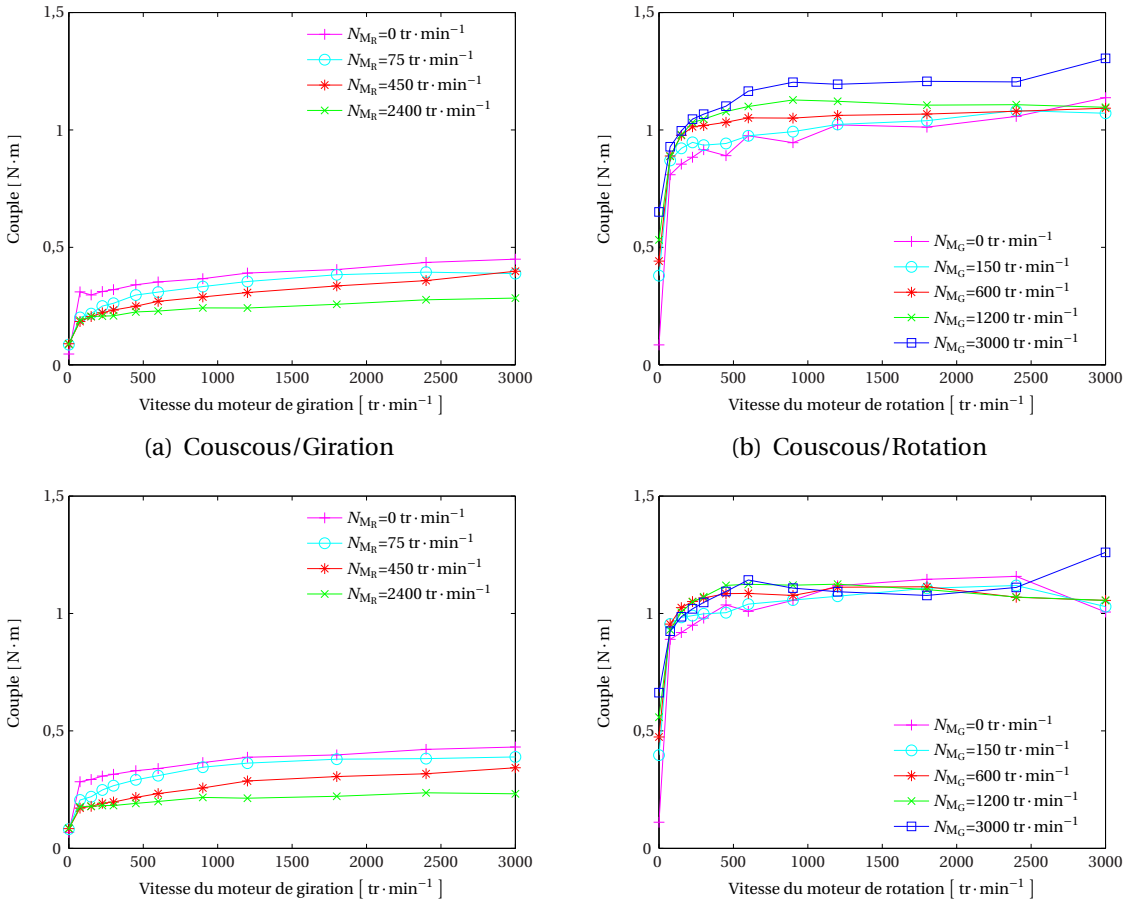
FIG. 3.12: Coefficient de variation de l'angle de pénétration de la pale dans le produit CV_θ en fonction de θ_{max}

On note que CV_θ suit l'évolution de θ_{max}. Lorsque θ_{max} est grand, On peut dire que le mouvement du Triaxe® est peu systématique du fait d'une importante variabilité de l'angle de pénétration des pales dans le produit.

3.3 Analyse des résultats bruts

3.3.1 Poudres à écoulement libre

La figure 3.13 donne les résultats obtenus pour les mesures de couple effectif sur les deux arbres moteurs pour les essais sur les poudres à écoulement libre — couscous et semoule. Chaque graphique de la figure 3.13 décrit, pour un ensemble Produit/Moteur, le couple effectif développé par le moteur en fonction de sa vitesse pour différentes valeurs de la vitesse de l'autre moteur. Par exemple, la sous-figure 3.13 (a) décrit le couple effectif développé par le moteur de giration lors d'un essai sur couscous. Les différentes séries de la sous-figure 3.13 (a) correspondent à différentes vitesses du moteur de rotation.



(a) Couscous/Giration

(b) Couscous/Rotation

(c) Semoule/Giration

(d) Semoule/Rotation

FIG. 3.13: Couple effectif — cf. équation (3.1) — mesuré sur un arbre moteur en fonction de sa vitesse pour les poudres à écoulement libre, chaque série correspond à une vitesse de l'autre arbre, chaque graphique correspond à un couple produit/moteur

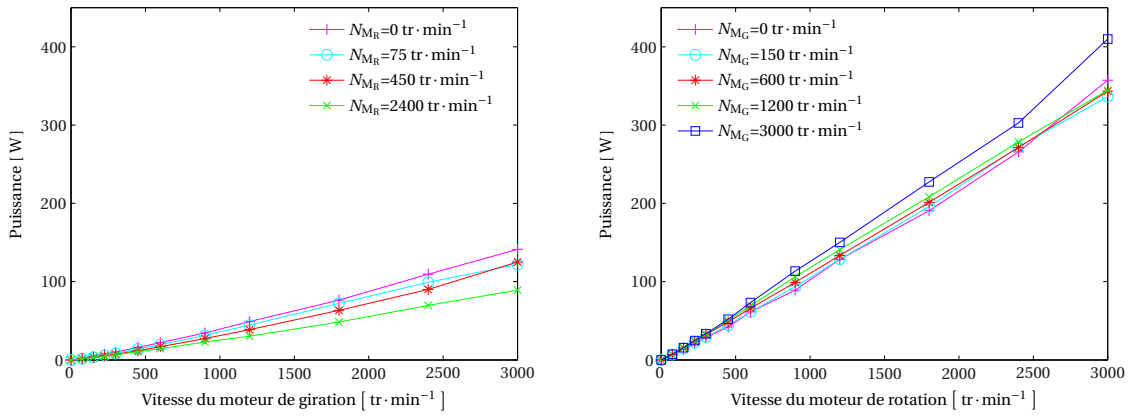
Le couple effectif est principalement apporté par le mouvement de rotation. Pour des valeurs de vitesse de rotation des moteurs identiques, le couple effectif apporté par le moteur de rotation est environ trois fois plus important que celui apporté par le moteur de giration.

Le couple développé par le moteur de giration dépend de la vitesse du moteur de rotation. Plus la vitesse du moteur de rotation est élevée, plus le couple apporté par le

moteur de giration est faible. On peut penser que le couple apporté par le moteur de rotation facilite le déplacement de l'arbre de giration au sein du produit. La rotation, aérant le système particulaire, permet un déplacement plus facile de l'axe de giration et de l'ensemble du bloc des pales. Par contre, quelle que soit la vitesse du moteur de giration, le couple développé par le moteur de rotation est sensiblement le même.

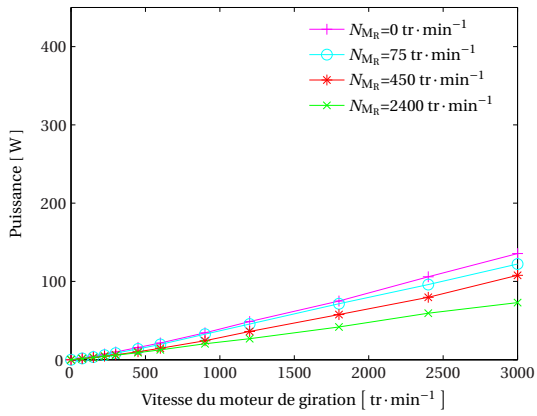
Que ce soit en rotation ou giration, on observe toujours une phase de croissance du couple avec la vitesse, et une phase de « plateau » où le couple est indépendant des vitesses des moteurs. La phase de croissance laisse penser qu'il s'agit d'un régime visqueux. KNIGHT *et al.* (2001) ont trouvé les facteurs qui déterminent le couple d'un agitateur vertical d'un mélangeur à haute vitesse de rotation contenant un milieu granulaire de faible cohésion : le sable. Quand un plateau est observé, KNIGHT *et al.* (2001) ont montré que la poudre tournait comme un corps rigide dans un régime de friction. Dans le cas du Triaxe®, nous avons remarqué visuellement que la poudre semblait « fluidisée » ou « aérée » et qu'elle ne se déplaçait pas en un seul bloc. Ce régime « fluidisé » ou « aéré » peut expliquer le fait que le couple n'augmente plus avec la vitesse de rotation.

Chaque graphique de la figure 3.14 décrit, pour un couple Produit/Moteur, la puissance consommée par le moteur en fonction de sa vitesse pour différentes valeurs de la vitesse de l'autre moteur.

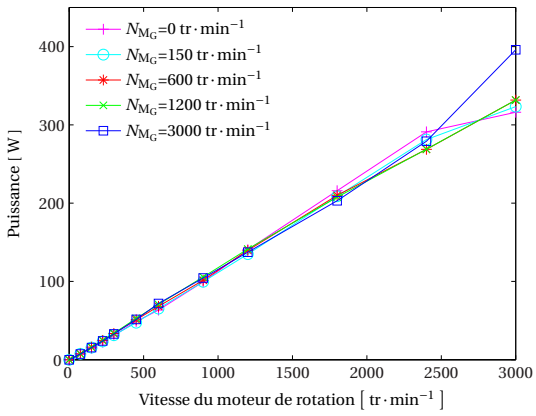


(a) Couscous/Giration

(b) Couscous/Rotation



(c) Semoule/Giration



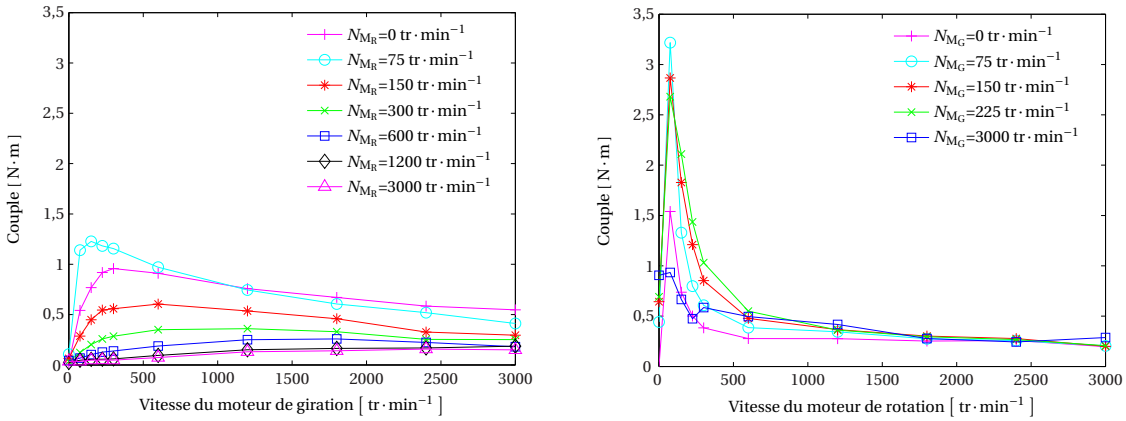
(d) Semoule/Rotation

FIG. 3.14: Puissance effective — cf. équation (3.2) — développée par chaque moteur en fonction de sa vitesse pour les poudres à écoulement libre. Chaque série correspond à une vitesse de l'autre arbre, Chaque graphique correspond à un couple produit/moteur

La puissance consommée par la rotation est trois fois plus importante que la puissance consommée par la giration. On note là encore une dépendance de la puissance consommée par le moteur de giration vis-à-vis de la vitesse du moteur de rotation.

3.3.2 Poudres cohésives

La figure 3.15 donne les résultats obtenus pour les mesures de couple effectif sur les deux arbres moteurs pour les essais sur les poudres cohésives — lactose et talc.



(a) Lactose/Giration (b) Lactose/Rotation

(c) Talc/Giration (d) Talc/Rotation

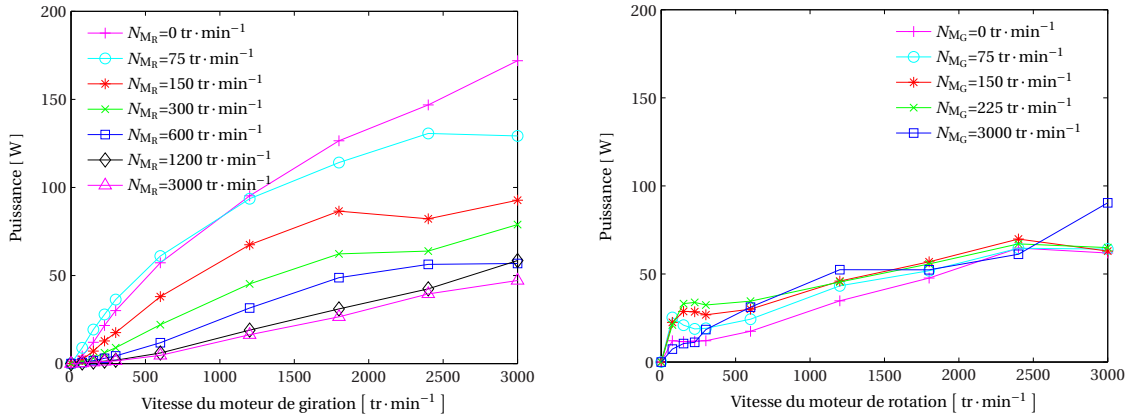
FIG. 3.15: Couple effectif — cf. équation (3.1) — mesuré sur un arbre moteur en fonction de sa vitesse pour les poudres cohésives, chaque série correspond à une vitesse de l'autre arbre, chaque graphique correspond à un couple produit/moteur

De même que pour les poudres à écoulement libre, on retrouve la phase de plateau qui pourrait être le signe d'une certaine fluidisation du produit agité. Par contre, pour les poudres cohésives, il existe un maximum entre la phase de croissance et la phase de plateau qui correspond à une « vitesse critique ». Une fois le lactose mis en mouvement, il semble qu'il soit légèrement fluidisé ce qui diminue les forces de cohésion interparticulaires. Le couple à fournir est donc moins important. Ceci explique que le couple mesuré diminue après la « vitesse critique ». Ces forces de cohésion peuvent expliquer le fait que le couple maximal développé pour agiter les poudres cohésives puisse être plus important que pour

les poudres à écoulement libre. Le couple développé pour agiter le talc est plus faible que celui nécessaire à l'agitation du Lactose. Dans la phase de plateau, le couple exercé par le talc est environ deux fois plus faible que celui exercé par le lactose bien que le talc ait un indice de fluidité indiqué comme très mauvais au testeur Hosokawa.

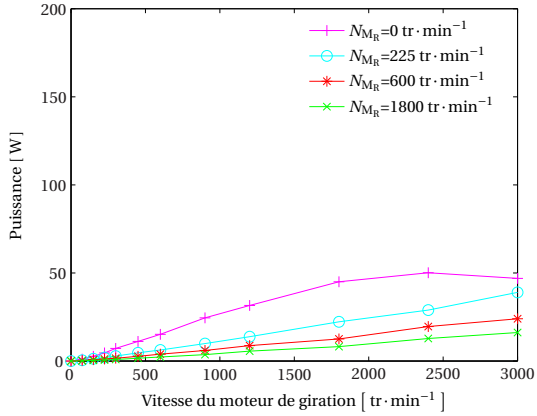
Une fois la phase de plateau atteinte, le couple développé par la giration est à peu près équivalent à celui développé par la rotation. On retrouve tout de même le fait que le couple développé par le moteur de giration dépende de la vitesse du moteur de rotation. Plus la vitesse du moteur de rotation est élevée, plus le couple apporté par le moteur de giration est faible.

Chaque graphique de la figure 3.16 décrit, pour un couple Produit/Moteur, la puissance consommée par le moteur en fonction de sa vitesse pour différentes valeurs de la vitesse de l'autre moteur.

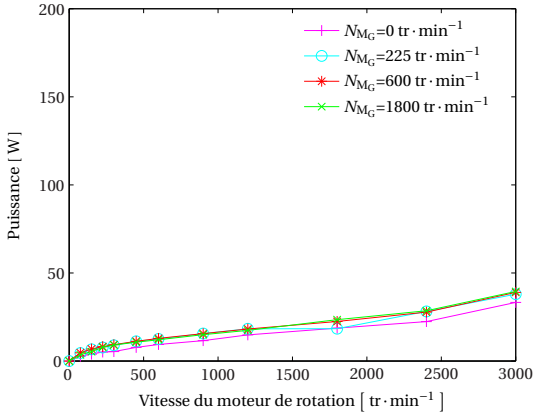


(a) Lactose/Giration

(b) Lactose/Rotation



(c) Talc/Giration



(d) Talc/Rotation

FIG. 3.16: Puissance effective — cf. équation (3.2) — développée par chaque moteur en fonction de sa vitesse pour les poudres cohésives. Chaque série correspond à une vitesse de l'autre arbre, Chaque graphique correspond à un couple produit/moteur

Globalement la puissance effective reçue par les produits augmente avec la vitesse des moteurs et la puissance consommée par le moteur de giration est légèrement supérieure à celle consommée par le moteur de rotation, spécialement pour les faibles vitesses du moteur de rotation. On note là encore une dépendance de la puissance apportée par

le moteur de giration vis-à-vis de la vitesse du moteur de rotation. En effet, aux faibles vitesses de rotation, les poudres cohésives ne sont pas aérées par le mouvement des pales de la rotation et le moteur de giration doit développer plus de puissance pour mettre en mouvement le produit.

3.3.3 Mélanges

Pour étudier l'homogénéité des mélanges — cf. chapitre 4 — nous avons mélangé 25 % de couscous soit à de la semoule soit à du lactose en faisant varier les vitesses d'agitation. Au cours de ces expériences, nous avons mesuré les couples développés par les moteurs et nous les avons représentés en fonction de la vitesse de l'axe de rotation sur la figure 3.17.

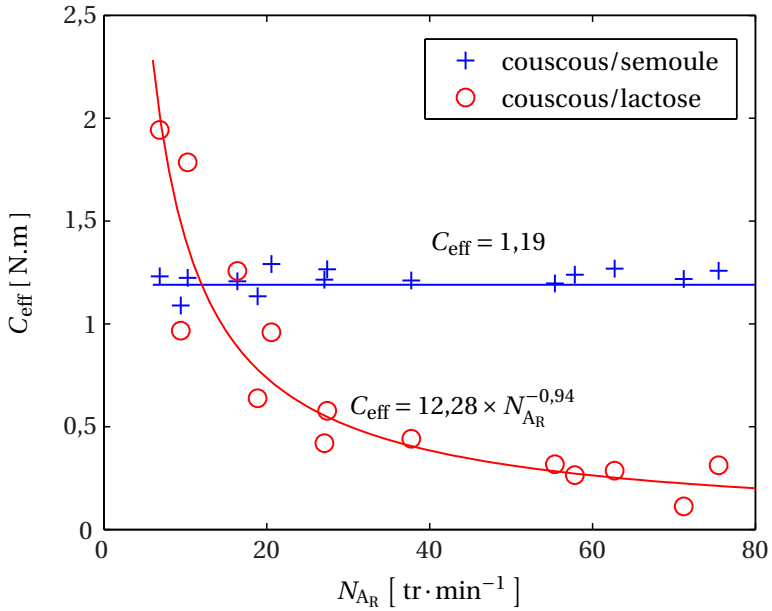


FIG. 3.17: Couple effectif en fonction de la vitesse de l'axe de rotation, pour des mélanges couscous/lactose et couscous/semoule

On note que pour les vitesses utilisées lors de ces expériences, le couple exercé par les mélanges couscous/semoule est constant, on n'observe pas la phase de croissance du couple en fonction de la vitesse de rotation comme pour les produits « bruts » ce qui est normal étant donné qu'elle avait lieu aux très faibles vitesses de rotation qui n'ont pas été testées ici. Les mélanges couscous/lactose ont un comportement très proches du lactose brut : le couple décroît avec la vitesse de rotation, la vitesse au cours de ces expériences étant toujours supérieure à la « vitesse critique » au delà de laquelle les forces de cohésions sont vaincues.

En utilisant le même protocole que pour les produits « bruts », nous avons calculé la puissance effective reçue par les différents mélanges. Nous avons représenté cette puissance en fonction de la vitesse de l'axe de rotation N_{A_R} pour les mélanges couscous/semoule et couscous/lactose sur la figure 3.18.

Pour les mélanges couscous/semoule la puissance augmente linéairement avec la vitesse de l'axe de rotation, et donc avec le maximum de la vitesse de bout de pale. On retrouve ici les même résultats que ceux montrés pour les produits seuls dans la section 3.3.1.

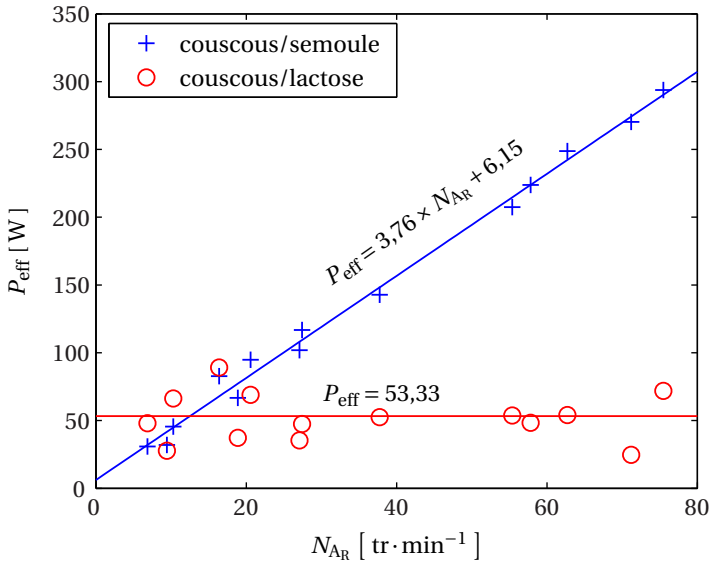


FIG. 3.18: Puissance effective en fonction de la vitesse de l'axe de rotation, pour des mélanges couscous/lactose et couscous/semoule

Dans la mesure où les propriétés d'écoulement sont sensiblement identiques pour ces deux produits ce résultat était attendu.

Par contre pour les mélanges couscous/lactose la puissance reste constante. On ne retrouve pas vraiment le comportement de l'un ou de l'autre des produits « bruts ». Cependant on se rapproche du comportement du lactose seul, qui constitue 75 % du mélange, pour lequel nous avions vu que la puissance effective augmentait de façon beaucoup moins importante que pour les poudres à écoulement libre.

La figure 3.19 représente le couple exercé par les mélanges en fonction de l'angle de pénétration des pales. Pour les mélanges couscous/semoule, le couple étant constant, on ne note pas plus d'influence de l'angle de pénétration que de la vitesse de rotation. Pour les mélanges couscous/lactose, on ne note pas d'influence claire de l'angle de pénétration sur le couple.

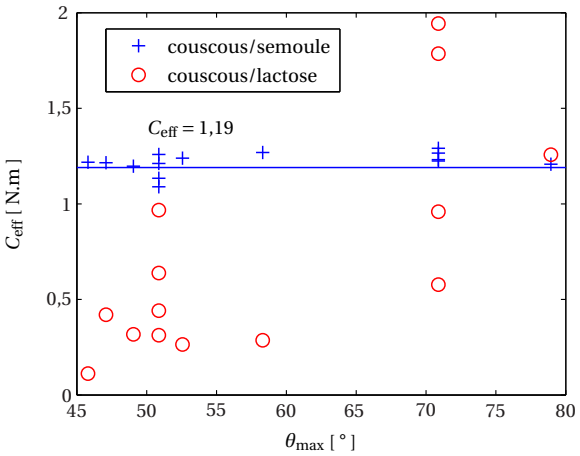


FIG. 3.19: Couple effectif en fonction de θ_{max} de la pale dans le produit, pour les mélanges couscous/lactose et couscous/semoule

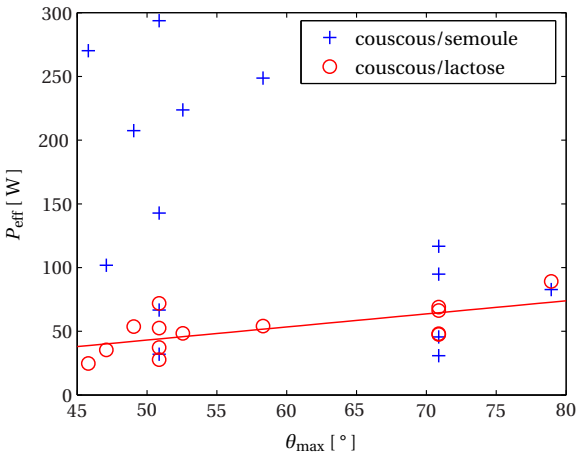


FIG. 3.20: Puissance effective en fonction de θ_{max}, pour les mélanges couscous/lactose et couscous/semoule

La figure 3.20 représente la puissance délivrée en fonction de l'angle maximal de pénétration des pales dans le produit. On peut voir que dans le cas des mélanges couscous/lactose, la puissance délivrée augmente avec θ_{max} alors que pour les mélanges couscous/semoule, θ_{max} ne semble pas avoir de réelle influence.

Ceci met en évidence des régimes d'agitation différents suivant les produits utilisés. Le mélange le plus cohésif couscous/lactose atteint rapidement un régime de type fluidisé qui engendre une faible consommation énergétique. Toujours pour ce mélange, la puissance délivrée au système dépend de l'angle de pénétration des pales, elle semble ainsi liée à un mécanisme convectif, alors que pour les mélanges couscous/semoule cette puissance dépend de la vitesse linéaire maximale de bout de pale. Dans ce dernier cas, le cisaillement de la poudre par les pales semble être le mécanisme prépondérant.

3.3.4 Le Triaxe® ... un outil de rhéologie ?

La figure 3.21 représente, pour une vitesse du moteur de giration N_{M_G} de 600 tr·min^{-1}, l'évolution de la puissance effective reçue par les différents produits en fonction de la vitesse du moteur de rotation qui est le plus consommateur d'énergie.

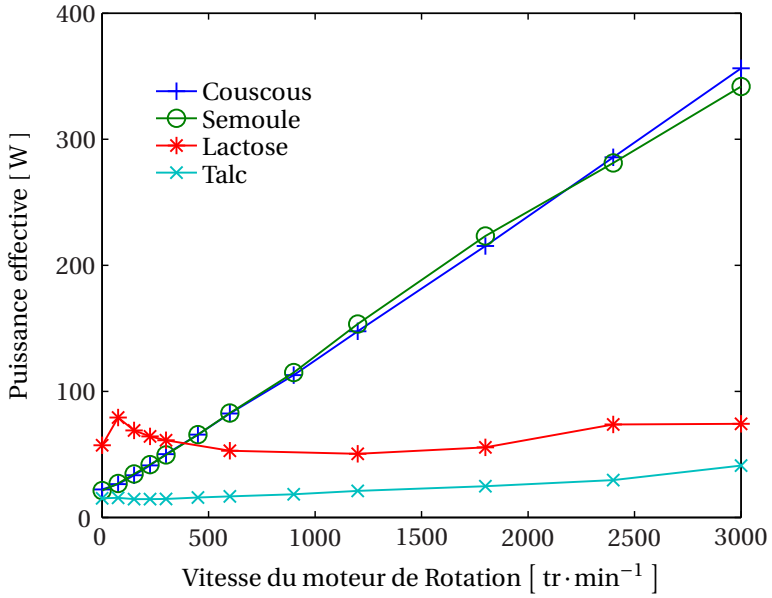
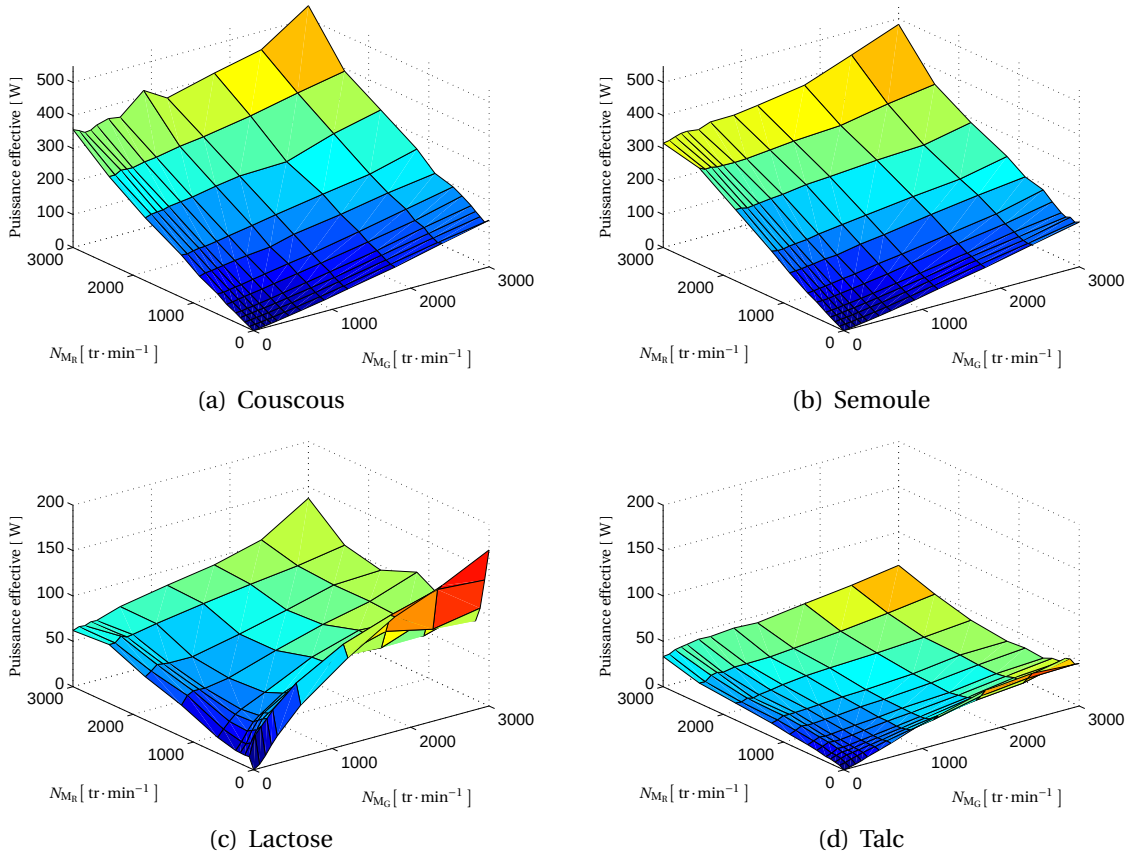


FIG. 3.21: Comparaison de la puissance effective consommée pour les quatre produits en fonction de la vitesse du moteur de rotation pour une vitesse du moteur de giration constante de $N_{M_G} = 600$ tr·min^{-1}

Cette figure confirme que la puissance consommée par les moteurs pour agiter les poudres les plus cohésives est plus faible que pour les poudres à écoulement libre une fois la « vitesse critique » dépassée. De plus il est intéressant de noter que suivant le type de poudre agité, la réponse du Triaxe® est différente. Malgré la différence de taille entre couscous et semoule, la réponse du Triaxe® est identique, tout comme celle que donnerait un voluménomètre ou un testeur Hosokawa®. Il se comporte donc un peu comme un rhéomètre. Connaissant précisément les vitesses et les trajectoires du mélangeur, il serait intéressant de relier les propriétés des poudres au cisaillement et à la puissance consommée. Si c'est le cas, une caractérisation du produit à mélanger au testeur Hosokawa® permettrait de

connaître la puissance consommée et pourquoi pas le temps de mélange attendu avec le Triaxe®.



(a) Couscous (b) Semoule

(c) Lactose (d) Talc

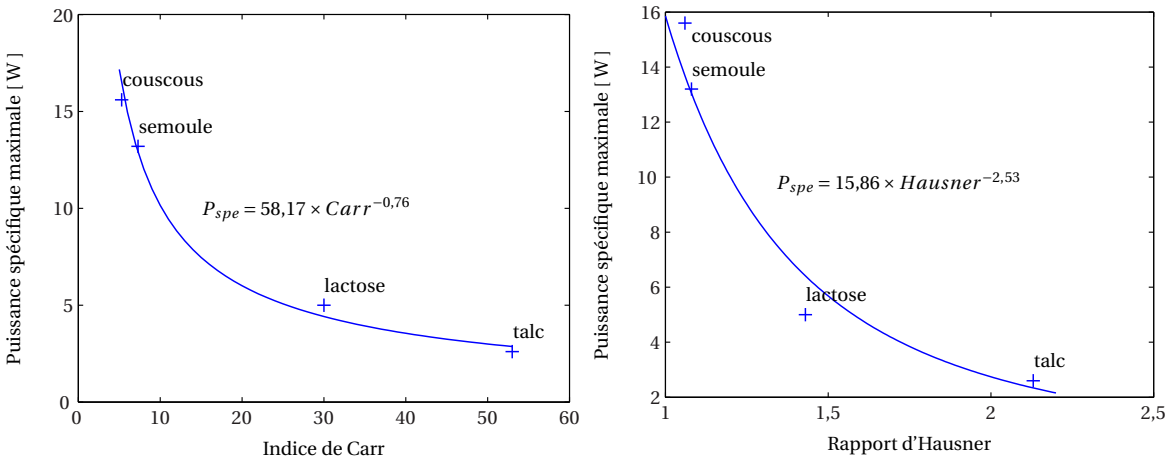
FIG. 3.22: Puissance effective développée par les moteurs d'agitation en fonction de leur vitesse, chaque graphique correspond à un produit

La figure 3.22 représente, pour chacun des produits, la puissance effective reçue par ces derniers en fonction des vitesses des deux moteurs d'agitation. Cette représentation 3D permet de visualiser sur une même figure l'ensemble des expériences réalisées et il est intéressant de noter que, sur l'ensemble des expériences, le Triaxe® n'a jamais consommé plus de 540 W sur du couscous, 483 W sur de la semoule, 171 W sur du lactose et 64 W sur du talc. Nous pouvons donc estimer que la puissance spécifique maximale est de l'ordre de 15,6 W·kg^{-1} pour le couscous, 13,2 W·kg^{-1} pour la semoule, 5 W·kg^{-1} pour le lactose et 2,6 W·kg^{-1} pour le talc. Les valeurs de puissance spécifique obtenues pour les produits à écoulement libre sont assez importantes alors que celles obtenues pour les poudres cohésives sont faibles. Ces puissances sont obtenues pour les vitesses maximales des moteurs. Mais il n'est peut être pas nécessaire d'agiter fortement les poudres pour avoir un mélange rapide — cf. chapitre 4.

Nous avons représenté sur la figure 3.23 la puissance spécifique maximale développée par le Triaxe® en fonction de l'indice de Carr — cf. équation (2.1) page 47 — et des rapports d'Hausner — cf. équation (2.2) page 47 — des différents produits « bruts » agités.

Étant donné que nous n'avons testé que quatre produits, on ne peut accorder qu'une confiance limitée aux corrélations présentées figure 3.23 mais on peut noter que la puissance spécifique maximale diminue avec l'indice de Carr. Plus la coulabilité du produit est

faible, moins le Triaxe® consomme d'énergie. Il en est de même pour le rapport d'Hausner : moins les produits sont compressibles, moins ils restent en « suspension », il faut donc plus de puissance pour traverser le lit de poudre et l'agiter. En effet, les produits cohésifs sont compressibles, leur écoulement est donc mauvais. Par contre, une fois la cohésion vaincue, les produits cohésifs sont en suspension, leur écoulement nécessite donc une faible énergie.



(a) (b)

FIG. 3.23: Puissance spécifique maximale en fonction (a) de l'indice de Carr et (b) du rapport d'Hausner des différents produits testés

3.4 Essai d'adimensionnalisation

Afin de caractériser le Triaxe®, d'aider à son dimensionnement en vue d'une éventuelle mise à l'échelle, et/ou pour pouvoir le comparer aux autres mélangeurs disponibles sur le marché, il apparaît utile de déterminer les nombres adimensionnels mis en jeu, et de chercher des relations entre eux.

Connaissant le couple, la puissance consommée, les vitesses des moteurs et des axes, nous souhaiterions calculer le nombre de Reynolds Re et le nombre de Puissance N_p.

En effet, ceux-ci sont classiquement définis par

$$Re = \frac{\rho \cdot N \cdot d^2}{\eta} \quad \text{et} \quad N_p = \frac{P}{\rho \cdot N^3 \cdot d^5} \tag{3.7}$$

Avec :	N	vitesse de révolution du mobile d'agitation	$[\ \mathrm{tr \cdot s^{-1}}\ ]$
	d	diamètre de l'agitateur	[m]
	P	puissance dissipée dans la poudre	[W]

N'ayant pas accès aux données de viscosité, nous avons tenté de définir un nombre de Reynolds utilisant le couple effectif et de prendre comme vitesse caractéristique du Triaxe® le maximum de la vitesse linéaire de bout de pale. On obtient les nombres adimensionnels suivants

$$Re_{\max} = \frac{L_{\text{pale}}^3 \cdot v_{\max}^2 \cdot \rho}{C_{\text{eff}}} \tag{3.8}$$

$$Np_{\max} = \frac{P_{\text{eff}}}{\rho \cdot v_{\max}^3 \cdot L_{\text{pale}}^2} \tag{3.9}$$

Avec :			
	L_{pale}	longueur des pales	$[\,\text{m}\,]$
	$v_{\max}$	vitesse linéaire maximale de bout de pale	$[\,\text{m}\cdot\text{s}^{-1}\,]$
	P_{eff}	puissance effective reçue par le produit	$[\,\text{W}\,]$
	C_{eff}	couple effectif reçu par le produit	$[\,\text{N}\cdot\text{m}\,]$
	ρ	masse volumique aérée du produit	$[\,\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}\,]$

Cependant, la puissance consommée étant calculée à partir du couple développé par les moteurs, il ne nous paraît pas pertinent d'utiliser les nombres adimensionnels $Re_{\max}$ et $Np_{\max}$ simultanément.

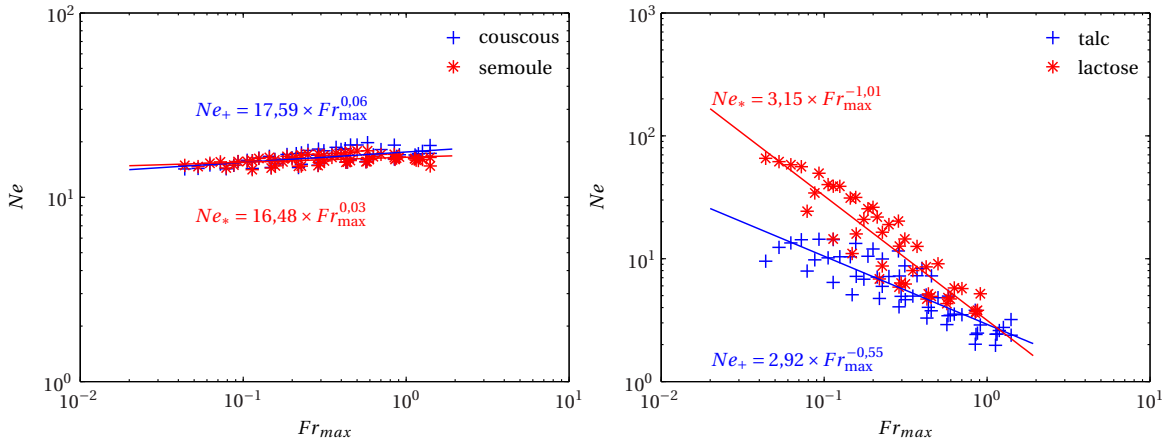
Nous avons donc choisi d'utiliser le nombre de Newton Ne — cf. équation (3.10) — et un nombre de Froude $Fr_{\max}$ — cf. équation (3.11) — pour tenir compte des dimensions du Triaxe® et de certaines caractéristiques des poudres, comme les masses volumiques et la compressibilité, étant donné que les masses de produits introduits sont différentes.

$$Ne = \frac{C_{\text{eff}}}{M \cdot g \cdot L_{\text{pale}}} \tag{3.10}$$

$$Fr_{\max} = \frac{v_{\max}}{\sqrt{g \cdot L_{\text{pale}}}} \tag{3.11}$$

Avec :			
	M	masse de produit	$[\,\text{kg}\,]$
	g	accélération de la pesanteur	$[\,\text{m}\cdot\text{s}^{-2}\,]$

La figure 3.24 représente le nombre de Newton Ne en fonction du nombre de Froude $Fr_{\max}$ pour les produits « bruts ».



(a) Écoulement libre (b) Cohésifs

FIG. 3.24: Ne en fonction de $Fr_{\max}$ pour les différents produits « bruts » ; (a) pour les poudres à écoulement libre, (b) pour les poudres cohésives

Pour les produits à écoulement libre — couscous ou semoule — le nombre de Newton n'évolue quasiment pas en fonction de la vitesse linéaire de bout de pale alors que pour des produits plus cohésifs il diminue quand la vitesse augmente. On retrouve le résultats de la figure 3.17 page 82 mais exprimée de manière adimensionnelle.

La figure 3.25 représente le nombre de Newton Ne en fonction du nombre de Froude $Fr_{\max}$ pour les mélanges.

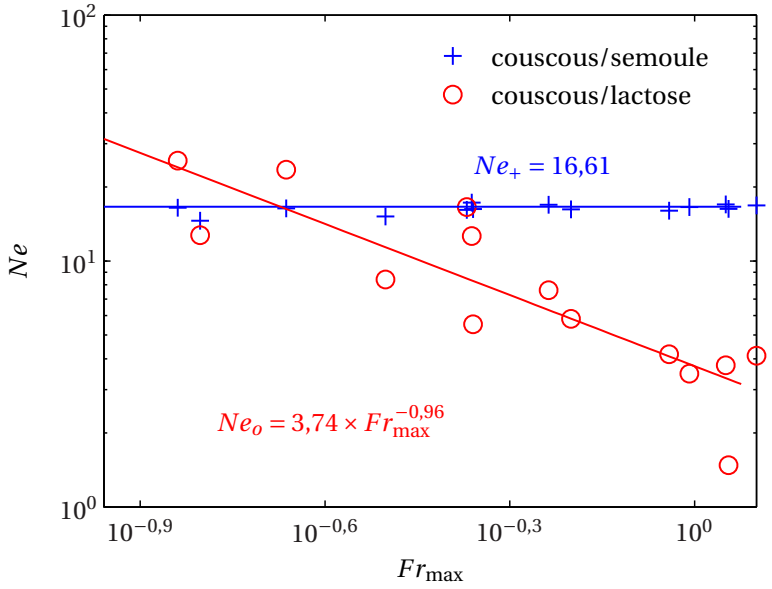


FIG. 3.25: Ne en fonction $Fr_{\max}$ pour les différents mélanges

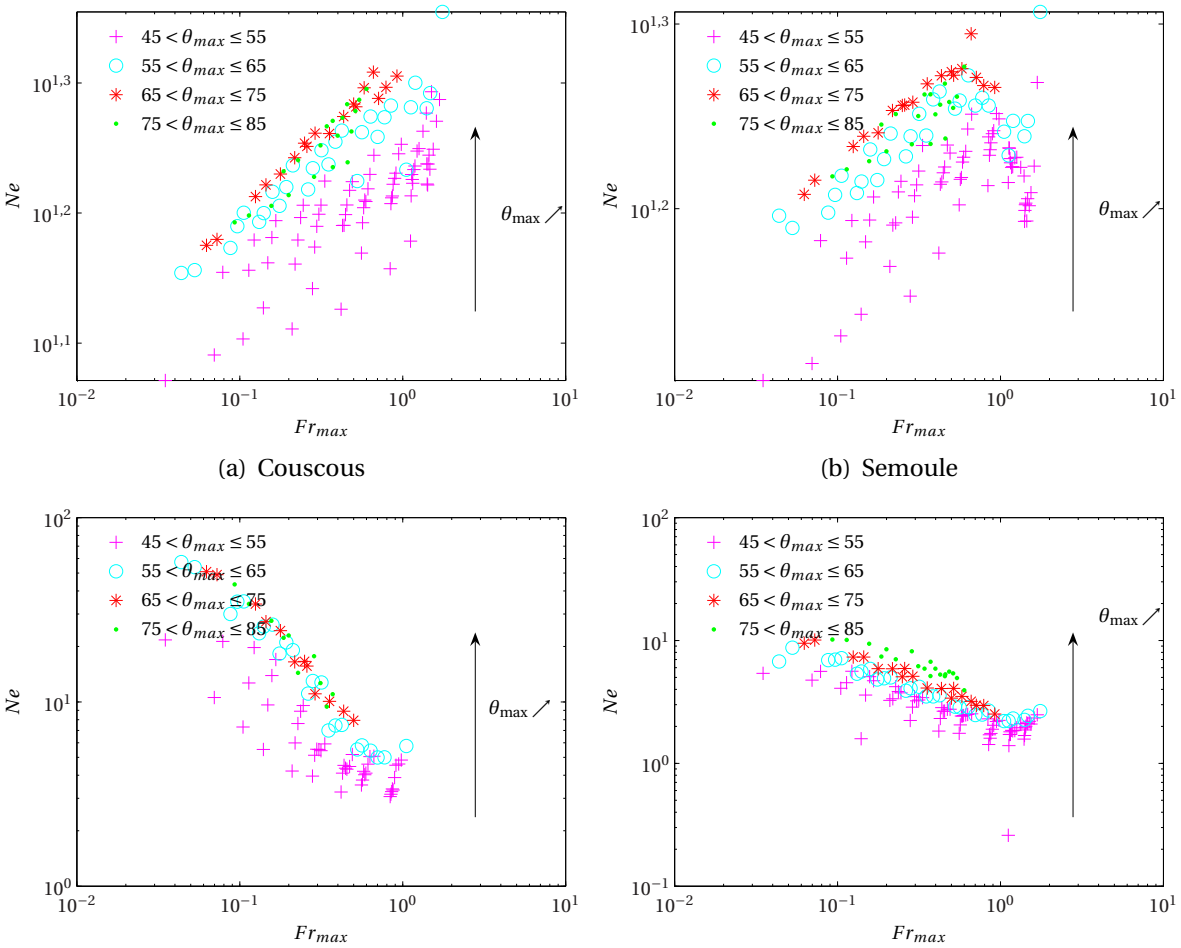
Pour le mélange couscous/semoule on retrouve le comportement du couscous et de la semoule seuls. Le mélange couscous/lactose a quant à lui un comportement proche de celui du lactose.

Dans le cas « cohésif » ou « semi-cohésif », la diminution du nombre de Newton Ne avec le nombre de Froude $Fr_{\max}$ pourrait provenir d'une mise en fluidisation des particules. En effet, les vitesses de bout de pale calculées pour les combinaisons de vitesses étudiées — $v_{\max}$ compris entre 0,2 et 2,5 $\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ — sont toujours très nettement supérieures à la vitesse minimale de fluidisation U_{mf} du lactose — 0,002 $\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ en utilisant la méthode de calcul de WEN & YU (1966).

$$U_{mf} = \frac{\mu_f \left(\sqrt{33{,}7^2 + 0{,}0408 \times Ar} - 33{,}7 \right)}{\rho_f \times d_g} \tag{3.12}$$

$$Ar = \frac{d_g^3 \, g \, \rho_f \left(\rho_g - \rho_f \right)}{\mu_f^2} \tag{3.13}$$

Avec :			
	μ_f	viscosité du fluide	[Pa·s]
	ρ_f	masse volumique du fluide	[$\mathrm{kg \cdot m^{-3}}$]
	ρ_g	masse volumique du grain	[$\mathrm{kg \cdot m^{-3}}$]
	d_g	diamètre du grain	[m]
	U_{mf}	vitesse minimale de fluidisation	[$\mathrm{m \cdot s^{-1}}$]
	Ar	nombre d'Archimède	[–]



(a) Couscous (b) Semoule

(c) Lactose (d) Talc

FIG. 3.26: Ne en fonction $Fr_{\max}$ pour les différents produits « bruts », coloré selon la plage d'angle de pénétration maximal

Par ailleurs, la combinaison des deux mouvements du mobile d'agitation détermine l'angle de pénétration des pales dans le milieu, qui est le paramètre de conception du Triaxe®. À même vitesse d'agitation, la figure 3.26 montre que le nombre de Newton Ne— ou la somme des couples effectifs absorbés par les produits — est plus élevé pour les combinaisons qui favorisent les angles importants. Dans ce cas, l'action des pales sur la poudre est plus marquée et permettrait cette « fluidisation » du produit. Ce régime fluidisé favoriserait la convection comme mécanisme de mélange. Effectivement cet état aéré ne permet pas de propager une action mécanique dans la poudre — pas de régime de type visqueux — et l'on imagine bien que le cisaillement des pales n'a pas d'effet prépondérant sur le mélange. Bien que ce résultat soit visible pour chacun des produits, il est plus marqué pour les poudres cohésives qui sont aussi les plus aérées.

La figure 3.27 représente le nombre de Newton Ne en fonction de l'angle de pénétration de la pale dans le produit. On retrouve les mêmes phénomènes que pour les produits « bruts » : pour une valeur de $\theta_{\max}$ constante, Ne est maximal pour les grandes valeurs de $\theta_{\max}$.

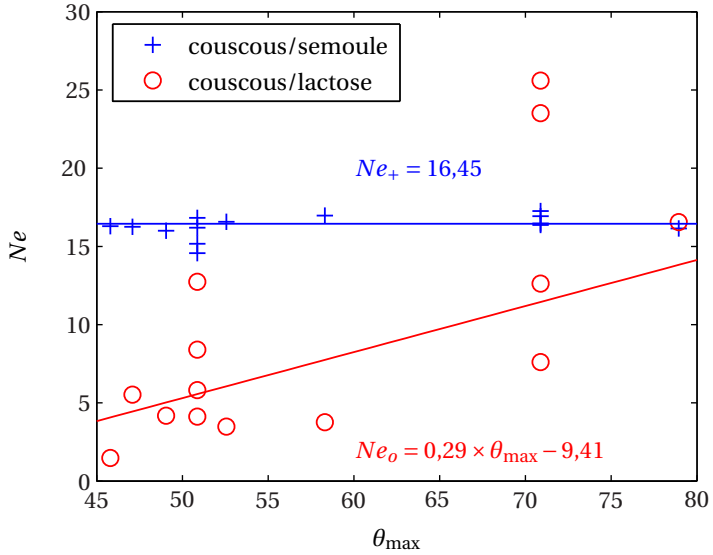


FIG. 3.27: Influence de l'angle de pénétration de la pale dans le produit sur le nombre de Newton Ne pour les mélanges

Comme le montre la figure 3.28 pour les mélanges et la figure 3.29 pour les produits « bruts », le nombre de puissance Np_{max}, défini à l'équation (3.9), est une fonction puissance de la vitesse v_{max}, et donc de la vitesse de l'axe de rotation N_{A_R}. La puissance étant quasiment constante en fonction de v_{max} pour les mélanges couscous/lactose, Np_{max} varie en v_{max}^{-3} alors que pour les mélanges couscous/semoule, la puissance augmentant linéairement avec v_{max}, Np_{max} varie donc quasiment en v_{max}^{-2}. On retrouve quasiment les mêmes résultats pour chacun des produits seuls.

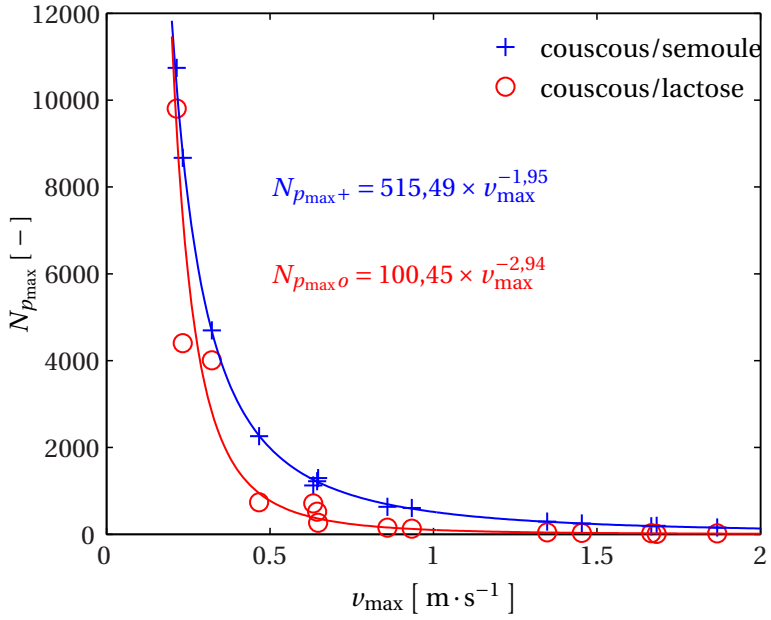
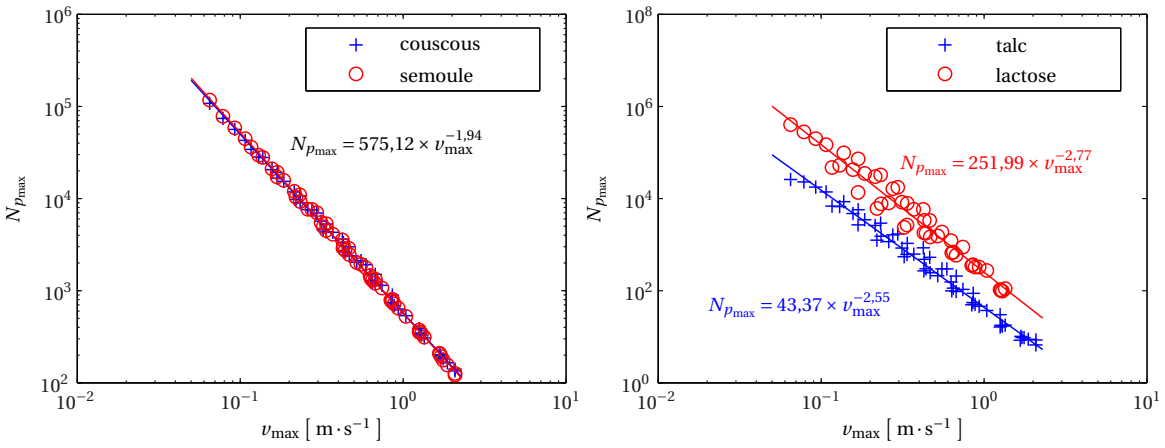


FIG. 3.28: Np_{max} en fonction v_{max} pour les différents mélanges couscous/semoule et couscous/lactose.



(a) (b)

FIG. 3.29: Np_{max} en fonction v_{max} pour les différents produits ; (a) pour les poudres à écoulement libre, (b) pour les poudres cohésives

3.5 Conclusion sur les régimes d'écoulement

Le calcul des trajectoires des pales, de la vitesse en bout de pale et de leur angle de pénétration dans la poudre a permis de mettre en évidence deux paramètres qui dépendent des vitesses de rotation et de giration des axes et qui permettent de caractériser l'agitation au sein du mélangeur :

– v_{max}, la vitesse maximale de bout de pale pour une combinaison donnée des vitesses de rotation et de giration, le cisaillement dans le produit sera d'autant plus important que v_{max} est élevée.

– θ_{max}, l'angle maximal de pénétration des pales dans le produit, c'est lui qui détermine l'intensité de la convection au sein de la poudre, ainsi que la variabilité des mouvements (CV important pour les grandes valeurs de θ_{max}).

Des mesures de couple sur les axes des moteurs de rotation et de giration ont été effectuées lors de l'agitation de produits de cohésivités différentes : couscous, semoule, lactose et talc. Ces mesures ont révélé des comportements qui diffèrent en fonction des produits. Pour les produits à écoulement libre (couscous, semoule), la puissance effective totale délivrée à la poudre augmente avec la vitesse de l'axe de rotation, et donc avec la vitesse maximale de bout de pale, ce qui n'est pas le cas pour les produits plus cohésifs (lactose, talc). Il semble, une fois les forces de cohésion vaincues, que le talc et le lactose soient dans un état aéré qui explique le peu de puissance nécessaire à sa mise en mouvement.

Par ailleurs, les graphes $Ne = f(Fr_{max})$ tracés à partir des mesures de couple indiquent que pour une vitesse vmax fixée, le couple exercé par la poudre est d'autant plus élevé que l'angle de pénétration des pales est grand, ce qui confirme l'importance de la convection dans ce cas : les pales poussent le produit.

Le Triaxe® semble favoriser deux mécanismes différents selon le type de produit agité. Lorsque les produits sont à écoulement libre comme le couscous et la semoule, que le régime est dense, il semble que le cisaillement soit prépondérant. Ce mécanisme d'agitation est principalement lié à la vitesse de rotation du mobile par rapport à la poudre, il est donc plus important quand la vitesse de rotation des pales est élevée. À l'inverse pour

les produits plus cohésifs comme le lactose et le talc, la convection semble permettre un régime aéré, une fois les forces de cohésion vaincues. Cette convection est plus importante lorsque le maximum de l'angle de pénétration des pales dans le produit est élevé, c'est-à-dire pour les vitesses de giration importantes. L'influence de l'angle maximal de pénétration des pales dans le produit θ_{max} et de la vitesse linéaire maximale de bout de pale v_{max} sont synthétisées de manière qualitative dans le tableau 3.3.

Ces conclusions seront confirmées par l'étude des temps de mélange dans le Triaxe® en fonction des vitesses de rotation et de giration, c'est l'objet de la partie suivante.

TAB. 3.3: Influence de θ_{max} et de v_{max} sur le couple effectif

Produit	augmentation de θ_{max}	augmentation de v_{max}
cohésif	augmentation du couple	diminution du couple
à écoulement libre	couple constant : pas d'influence	

Au cours de cette étude sur l'agitation, nous avons mis en évidence des relations faisant intervenir des nombres sans dimensions et des caractéristiques de l'agitation dans le Triaxe® comme la vitesse linéaire de bout de pale et l'angle de pénétration de la pale. Ces relations sont présentées dans le tableau 3.4. Ces relations permettront sans doute d'extrapoler les résultats pour d'autres dimensions du Triaxe®.

TAB. 3.4: Les différentes relations intégrant les nombres sans dimension définis

Produit	Ne vs Fr_{max}	Np_{max} vs v_{max}
talc	$Ne = 2{,}92 \times Fr_{max}^{-0{,}55}$	$Np_{max} = 43{,}37 \times v_{max}^{-2{,}6}$
lactose	$Ne = 3{,}15 \times Fr_{max}^{-1}$	$Np_{max} = 252 \times v_{max}^{-2{,}8}$
couscous/lactose	$Ne = 3{,}74 \times Fr_{max}^{-1}$	$Np_{max} = 100 \times v_{max}^{-3}$
couscous ou semoule	$Ne = 17{,}6$	$Np_{max} = 575 \times v_{max}^{-2}$
couscous/semoule	$Ne = 16{,}5$	$Np_{max} = 515 \times v_{max}^{-2}$

CHAPITRE 4

Étude des temps de mélange : lien avec l'homogénéité des mélanges

Après avoir analysé l'influence des différents paramètres du Triaxe® sur l'agitation nous allons étudier la qualité des mélanges obtenus et déterminer le temps nécessaire pour atteindre un mélange homogène. Nous essaierons ensuite de mettre en avant les conditions opératoires qui permettent un mélange efficace en terme de qualité de mélange, temps de mélange et de puissance consommée.

4.1 Conditions étudiées

Des cinétiques de mélange ont été établies pour quatorze combinaisons de vitesses de giration et de rotation, pour les mélanges couscous/lactose et couscous/semoule ce qui représente environ quatre cents manipulations. Les principales caractéristiques des expériences sont reprises dans le tableau 4.1. Le nom de l'expérience du type GxRy indique que les vitesses des moteurs étaient respectivement de x et y sur une échelle de 0 à 10 — 0 correspondant à 0 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ et 10 à 3000 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$. Les couples $\left(N_{\mathrm{M_G}}, N_{\mathrm{M_R}}\right)$ choisis balayent une grande partie des plages de vitesses moteurs utilisables par le Triaxe®— 150 à 2400 $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$. Nous avons choisi ces couples afin d'avoir une large gamme de rapport $N_{\mathrm{A_R}}/N_{\mathrm{A_G}}$— 1,65 à 68,73 — d'angle maximal de pénétration des pales dans le produit — 45,80 à 78,94 ° — et de vitesse linéaire maximale — 0,21 à 1,87 $\mathrm{m}\cdot\mathrm{s}^{-1}$. Nous avons également fait en sorte d'avoir plusieurs couples ayant des caractéristiques communes — des rapports $N_{\mathrm{A_R}}/N_{\mathrm{A_G}}$ égaux, des vitesses $v_{\max}$ ou des angles $\theta_{\max}$ équivalents — afin d'estimer l'influence de l'une ou l'autre de ces propriétés sur la qualité ou le temps de mélange. Nous pouvons classer les valeurs de l'angle $\theta_{\max}$ en trois catégories différentes : les petits angles lorsque $\theta_{\max}$ ne dépasse pas 50 °, les angles moyens lorsque $\theta_{\max}$ est compris entre 50 ° et 70 ° et enfin les grands angles lorsque $\theta_{\max}$ est supérieur à 70 °. Les vitesses linéaires maximales de bout de pale seront considérées comme faibles en dessous de 0,5 $\mathrm{m}\cdot\mathrm{s}^{-1}$ et importantes au dessus de 1 $\mathrm{m}\cdot\mathrm{s}^{-1}$. Nous avons vu dans le chapitre précédent que l'angle de pénétration des pales dépend essentiellement du rapport des vitesses et on note d'après le tableau 4.1 que les angles faibles sont atteints pour des rapports de vitesses $N_{\mathrm{A_R}}/N_{\mathrm{A_G}}$

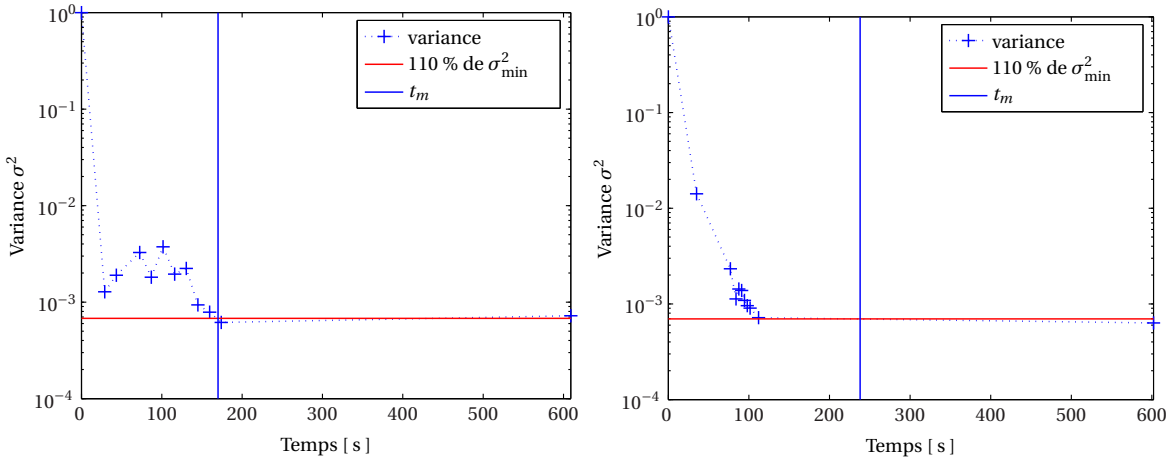
supérieurs à 10. Les angles moyens correspondent à des rapports de vitesses N_{A_R}/N_{A_G} compris entre 2 et 10 alors que les grands angles sont observés pour des rapports de vitesses N_{A_R}/N_{A_G} inférieurs à 2. Dans chaque gamme d'angle, on retrouve des vitesses linéaires maximales étalées selon la vitesse de rotation.

TAB. 4.1: Récapitulatif des données pour les 14 expériences choisies, les vitesses N_{M_G}, N_{A_G}, N_{M_R} et N_{A_R} sont données en $\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$, l'angle θ_{max} en ° et la vitesse v_{max} en $\mathrm{m}\cdot\mathrm{s}^{-1}$

N°	Expérience	N_{M_G}	N_{M_R}	N_{A_G}	N_{A_R}	N_{A_R}/N_{A_G}	θ_{max}	v_{max}
1	G0,5R1	150	300	1,04	9,43	9,11	50,87	0,23
2	G0,5R3	150	900	1,04	27,08	26,14	47,09	0,65
3	G0,5R8	150	2400	1,04	71,20	68,73	45,80	1,68
4	G1R2	300	600	2,07	18,87	9,11	50,87	0,47
5	G2R0,5	600	150	4,14	6,86	1,65	70,88	0,21
6	G2R4	600	1200	4,14	37,74	9,11	50,87	0,93
7	G2R6	600	1800	4,14	55,39	13,37	49,05	1,35
8	G3R0,75	900	225	6,22	10,29	1,65	70,88	0,32
9	G4R6	1200	1800	8,29	57,83	6,98	52,57	1,45
10	G4R8	1200	2400	8,29	75,48	9,11	50,87	1,87
11	G6R1,5	1800	450	12,43	20,57	1,65	70,88	0,64
12	G8R0,75	2400	225	16,58	16,40	0,99	78,94	0,63
13	G8R2	2400	600	16,58	27,43	1,65	70,88	0,86
14	G8R6	2400	1800	16,58	62,72	3,78	58,30	1,67

4.2 Cinétiques de mélange

Deux cinétiques sont représentées figure 4.1 pour les mélanges couscous/semoule. L'ensemble des courbes de cinétiques couscous/semoule est représenté dans la section E.1 page 133 en annexe.



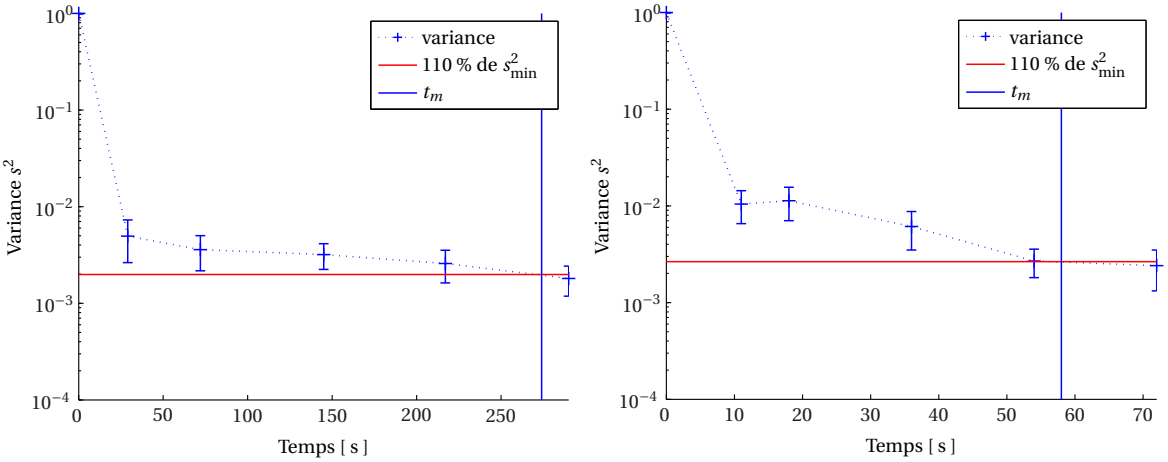
(a) $N_{M_G} = 600\,\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1200\,\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ (b) $N_{M_G} = 2400\,\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 225\,\mathrm{tr}\cdot\mathrm{min}^{-1}$

FIG. 4.1: Exemples de cinétiques pour les mélanges couscous/semoule

Étant donné que nous avons réalisé un échantillonnage complet pour les mélanges couscous/semoule nous avons tracé la variance vraie de la teneur en couscous σ^2 calculée sur les 10 000 échantillons de 2 g.

On note que le temps mélange t_m varie selon les vitesses utilisées et que pour les mélanges couscous/semoule, la variance a tendance à osciller. Les mélanges couscous/semoule ayant une distribution granulométrique bimodale — cf. figure B.2 page 122 — et un indice de Carr faible — 12 % — ils ont une forte tendance à la ségrégation. Il est probable que les mélanges passent facilement d'un état plus mélangé à un état plus ségrégé et que la variance soit variable avant d'atteindre l'homogénéité.

Deux cinétiques sont représentées figure 4.2 pour les mélanges couscous/lactose. L'ensemble des courbes de cinétiques couscous/lactose est représenté dans la section E.2 page 140 en annexe. Pour ces mélanges nous utilisons la variance estimée de la teneur en couscous s^2 — et l'intervalle de confiance de celle-ci — calculée sur l'ensemble des 1500 échantillons de 0,7 g, l'échantillonnage n'étant pas complet dans ce cas.



(a) $N_{M_G} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ (b) $N_{M_G} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 225\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

FIG. 4.2: Exemples de cinétiques pour les mélanges couscous/lactose

Là encore, le temps mélange t_m varie selon les vitesses utilisées l'évolution de la variance est plus monotone que dans le cas des mélanges couscous/semoule. Le lactose étant plus cohésif que la semoule, il a tendance à consolider le mélange comme l'indique l'indice de Carr élevé — 24 % — des mélanges couscous/lactose.

4.2.1 Qualité du mélange

Nous avons représenté sur la figure 4.3 l'ensemble des variances minimales mesurées lors des cinétiques des mélanges couscous/semoule.

On voit sur cette figure que l'homogénéité atteinte pour les mélanges couscous/semoule — la variance minimale des teneurs échantillonnées — varie entre $4{,}16 \times 10^{-4}$ et $7{,}47 \times 10^{-4}$ suivant la combinaison de vitesses employée. Le coefficient de variation de la variance minimale pour les mélanges couscous/semoule est de $1{,}64 \times 10^{-5}$, mais comme le montre la figure 4.5 page 97 nous n'avons pas trouvé de relation entre la variance minimale et le temps de mélange, la vitesse linéaire maximale de bout de pale, l'angle de pénétration des pales, le travail ou encore la puissance consommée.

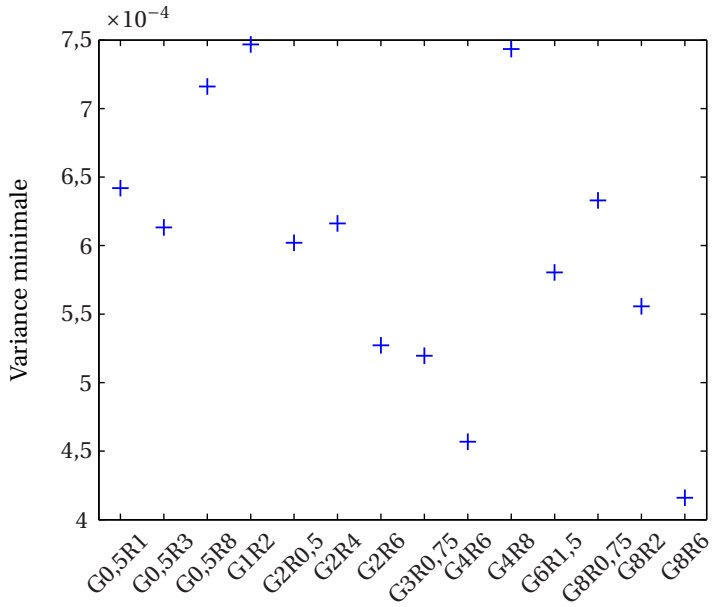


FIG. 4.3: Variance minimale pour l'ensemble des cinétiques couscous/semoule

Nous avons représenté sur la figure 4.4 l'ensemble des variances minimales mesurées lors des cinétiques des mélanges couscous/lactose avec les barres d'erreur.

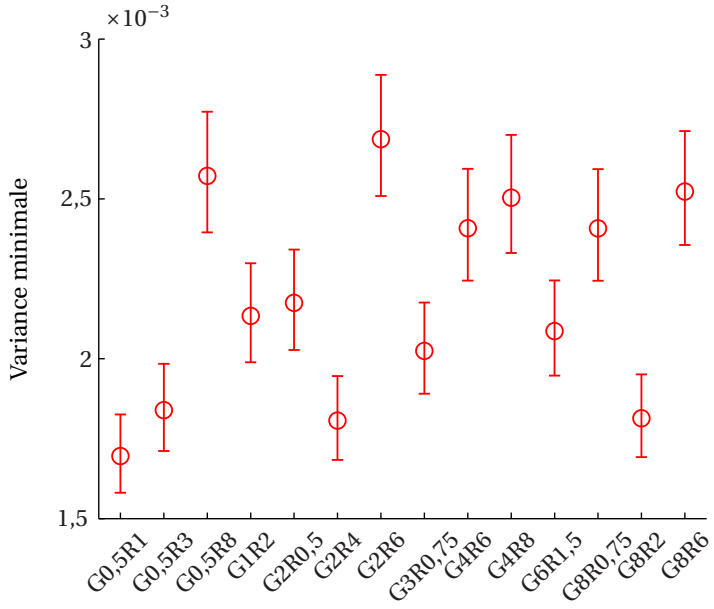
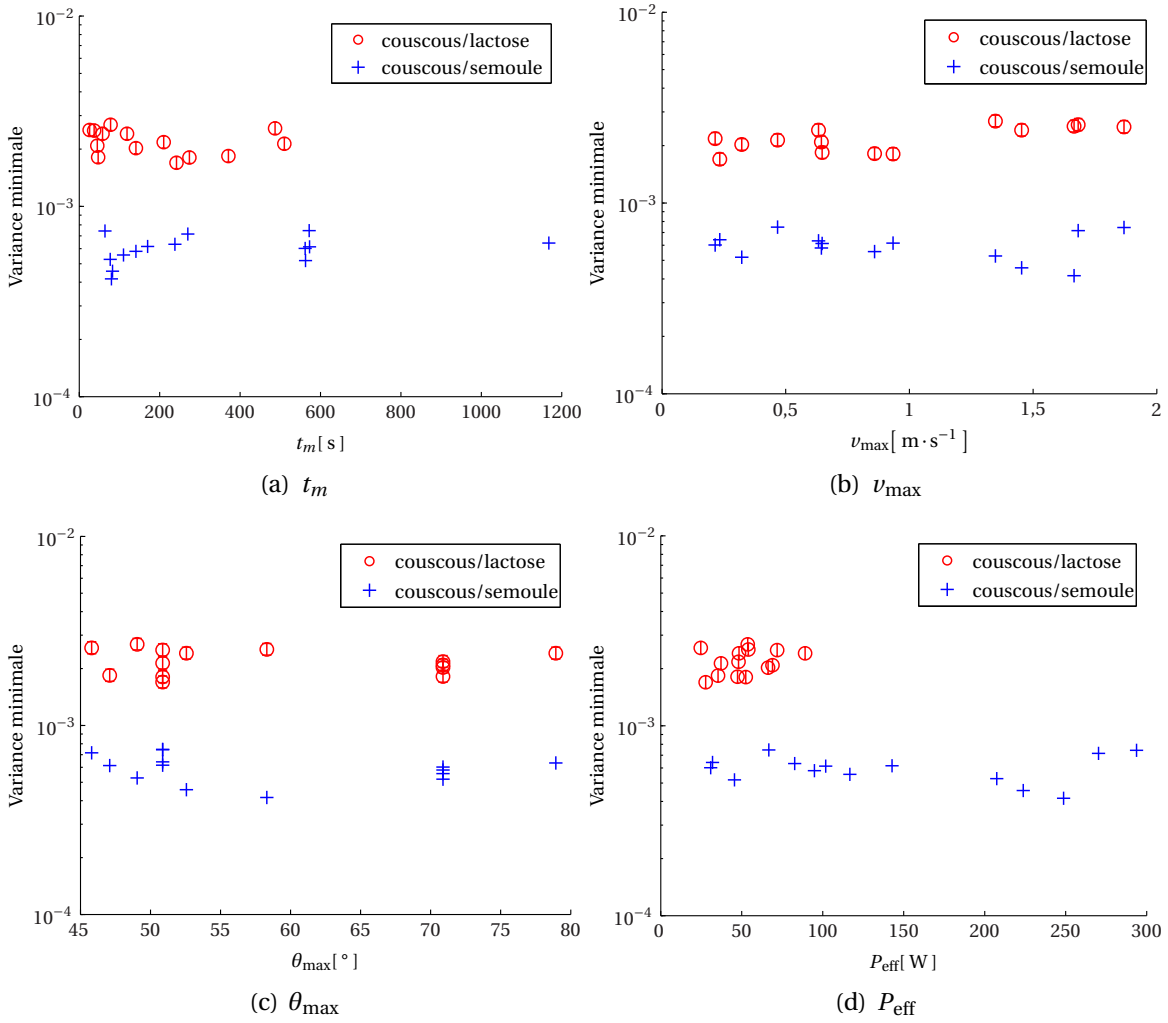


FIG. 4.4: Variance minimale pour l'ensemble des cinétiques couscous/lactose

On voit sur cette figure que la variance des teneurs échantillonnées pour les mélanges couscous/lactose varie également entre $1{,}70 \times 10^{-4}$ et $2{,}69 \times 10^{-3}$ suivant la combinaison de vitesses employée. Le coefficient de variation de la variance minimale pour les mélanges couscous/semoule est de $4{,}90 \times 10^{-5}$. Comme pour les mélanges couscous/semoule, nous n'avons pas trouvé de relation entre la variance minimale et les conditions opératoires — cf. figure 4.5.

Par ailleurs, la variance minimale est plus élevée dans le cas des mélanges couscous/lac-

tose. Ceci s'explique en partie par la taille des échantillons qui est bien plus faible que dans le cas des mélanges couscous/semoule — 0,7 g contre 2 g.



(a) t_m (b) v_{max}

(c) θ_{max} (d) P_{eff}

FIG. 4.5: Influence de divers paramètres sur la variance minimale

Afin de comparer les qualités des différents mélanges, nous avons regroupé les échantillons des mélanges couscous/lactose par groupe de trois dans le but de se rapprocher de la masse des échantillons analysés pour les mélanges couscous/semoule. Nous avons représenté sur la figure 4.6 l'ensemble des variances minimales obtenues pour les mélanges couscous/lactose — en regroupant ou non les échantillons — et les mélanges couscous/semoule.

Les variances minimales obtenues pour les groupes de trois échantillons de couscous/lactose sont très proches de celles des mélanges couscous/semoule. La moyenne des variances minimales pour les mélanges couscous/semoule — $5{,}9775 \times 10^{-4}$ — est inclue dans l'intervalle de confiance de la moyenne des variances minimales des groupes de trois échantillons de couscous/lactose — $\left[5{,}8537 \times 10^{-4}; 7{,}7542 \times 10^{-4}\right]$. On peut donc conclure que la qualité des mélanges couscous/semoule et couscous/lactose est équivalente. En regroupant les échantillons, on diminue leur nombre et on perd de l'information sur le mélange. Dans la suite de l'étude nous continuerons donc à utiliser les échantillons des mélanges couscous/lactose à l'échelle de 0,7 g.

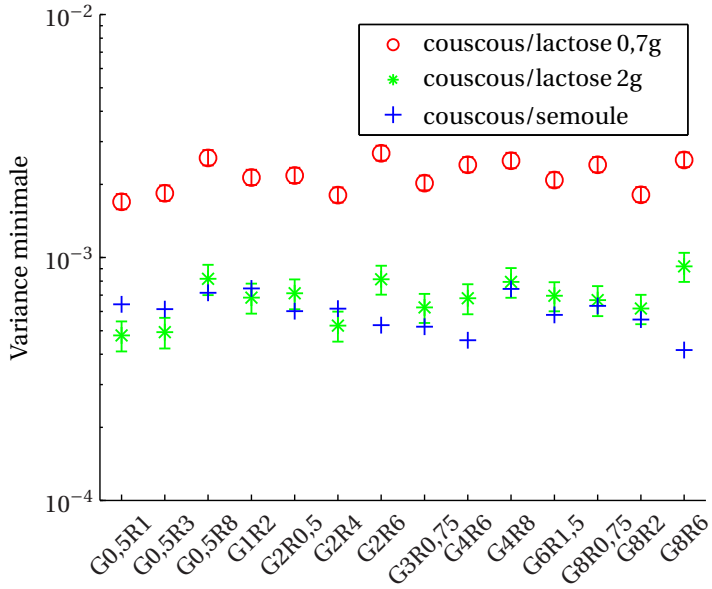


FIG. 4.6: Variance minimale pour l'ensemble des cinétiques

La figure 4.7 représente l'ensemble des teneurs en couscous des 10000 échantillons pour un mélange couscous/semoule.

Ce mélange ne correspondait pas aux critères retenus par l'industrie pharmaceutique. La composition moyenne mesurée x_m est bien dans l'intervalle $[\mu - 7{,}5\,\%; \mu + 7{,}5\,\%]$ mais certains échantillons ont une composition massique de couscous hors de l'intervalle $[\mu - 15\,\%; \mu + 15\,\%]$ et le CV est supérieur à 6 %. Il faut noter que le mélange est particulièrement propice à la ségrégation du fait de la différence de taille entre le constituant clé et le reste du mélange. Ce résultat n'est donc pas surprenant d'autant plus que nous avons pris 10000 échantillons. En prenant 10 échantillons au hasard comme le font les pharmaciens le mélange a de grandes chances de satisfaire leurs critères.

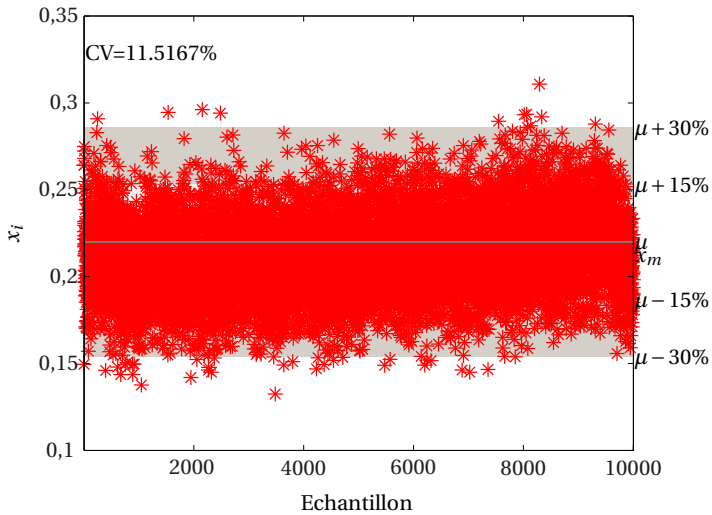


FIG. 4.7: Les mélanges obtenus face aux standards industriels

4.2.2 Répétabilité des essais

Afin de vérifier la reproductibilité des manipulations dans leur ensemble, nous avons réalisé trois essais dans les mêmes conditions opératoires — masse des produits, vitesses d'agitation.

Sur la figure 4.8 nous avons représenté la cinétique de mélange pour ces trois essais.

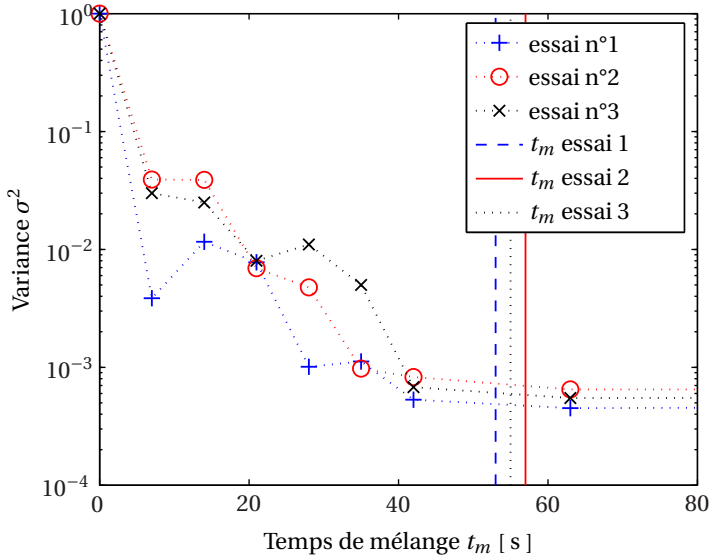


FIG. 4.8: Répétabilité du protocole opératoire pour un mélange couscous/semoule avec $N_{M_G} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

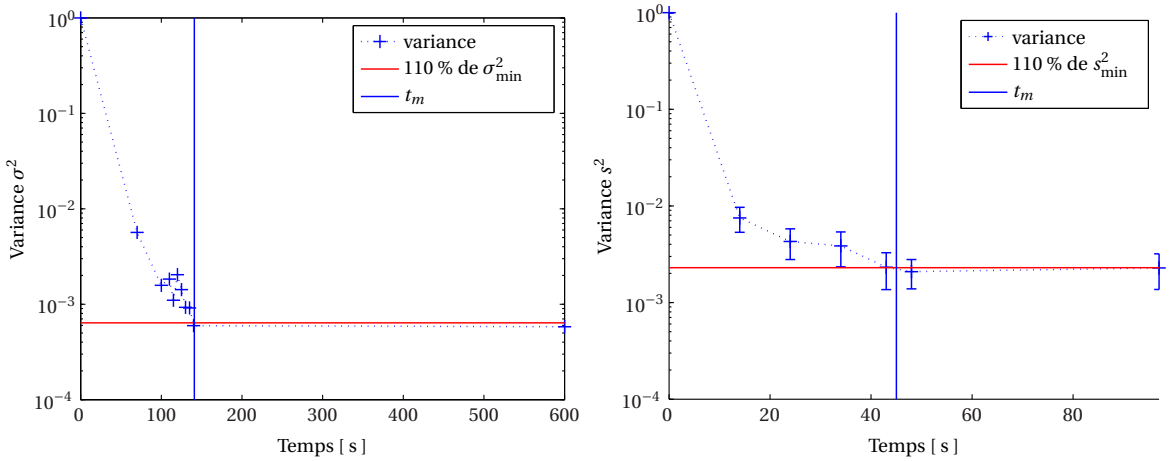
On remarque que les premiers points des cinétiques sont très différents mais ceci s'explique par le fait que les mauvais mélanges sont difficiles à reproduire. Il existe plusieurs « chemins » pour atteindre un même niveau de variance.

Les valeurs de la variance minimale pour ces trois essais s'étalent entre $4{,}50 \times 10^{-4}$ et $6{,}49 \times 10^{-4}$. Ces écarts peuvent provenir du déversement en tas sur la bande réalisé avant l'analyse du mélange. Dans la mesure où nous n'avons pas mesuré l'homogénéité du mélange au sein de la cuve du pilote avant la vidange, nous ne pouvons pas conclure sur ces hypothèses.

Par contre, les temps de mélange calculés sont très proches entre les différentes expériences : 54, 55 et 57 s. On supposera donc dans la suite de l'étude que les résultats globaux des manipulations sont reproductibles.

4.2.3 Stabilité des mélanges

Nous avons également voulu observer si le phénomène de démélange avait lieu. Nous avons donc réalisé, pour certaines cinétiques, une dernière analyse pour un temps très long, en regard du temps de mélange calculé. Par exemple, sur la figure 4.9, on note clairement que la variance atteinte est de l'ordre de la variance minimale. Nous pouvons donc dire qu'il n'y a pas démélange dans le Triaxe® pour les produits étudiés malgré les conditions sévères dans lesquelles nous nous sommes placés en choisissant de réaliser des mélanges de deux constituants ayant des distributions de tailles bimodales. Le fait qu'il n'y ait pas de démélange et donc pas/ou peu de ségrégation s'explique par le peu d'espace vide, de surface libre, ou en général de situation propice à la ségrégation dans le Triaxe®.



(a) couscous/semoule (b) couscous/lactose

FIG. 4.9: Absence de démélange dans le Triaxe®

4.2.4 Conclusion

Nous avons vu que les variances minimales obtenues pour les différentes expériences ne sont pas identiques. Cependant nous n'avons pas trouvé de relation entre ces variances minimales et le temps de mélange, les vitesses et les angles mis en jeu, la puissance consommée, ou le travail. De plus les temps de mélange calculés lors des différents tests de répétabilité sont très proches. Nous admettons donc pour la suite du manuscrit que les résultats expérimentaux sont reproductibles et que les différences de variances minimales pour chaque type de mélange ne sont pas significatives.

4.3 Analyse des résultats des mélanges couscous/semoule

4.3.1 Influence des différents paramètres sur le temps de mélange

Nous avons reporté les différents temps de mélange sur le tableau 4.2 et la figure 4.10.

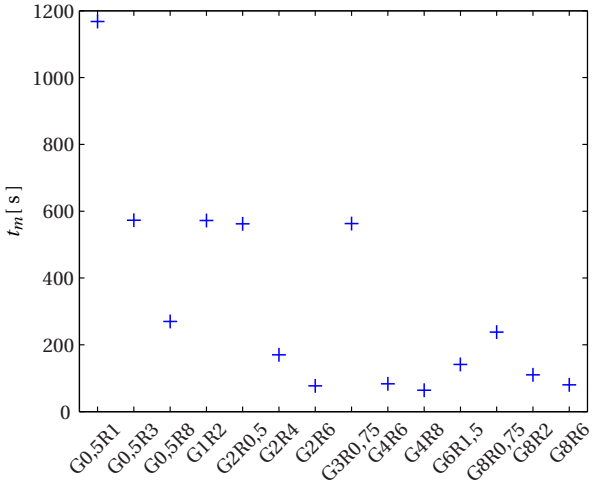


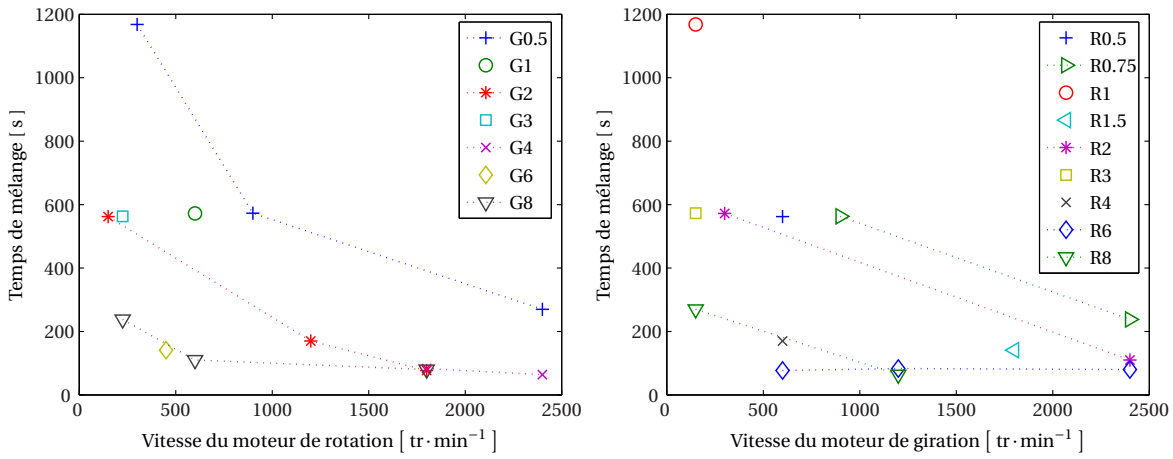
FIG. 4.10: Temps de mélange t_m pour l'ensemble des cinétiques couscous/semoule

TAB. 4.2: Récapitulatif des temps de mélange observés dans le Triaxe® pour l'ensemble des cinétiques réalisées. Mélanges couscous/semoule

Expérience	t_m couscous/semoule [s]
G0,5R1	1168
G0,5R3	573
G0,5R8	270
G1R2	572
G2R0,5	562
G2R4	170
G2R6	77
G3R0,75	563
G4R6	83
G4R8	64
G6R1,5	141
G8R0,75	238
G8R2	110
G8R6	80

On note deux groupes de temps de mélange : les temps courts en moins de 300 s et les temps longs en plus de 300 s. Le temps de mélange le plus court a été de 64 s pour les mélanges couscous/semoule et correspond à une vitesse du moteur de giration de 1200 tr·min^{-1} et une vitesse du moteur de rotation de 2400 tr·min^{-1}. Le temps de mélange le plus long a été de 1168 s pour des vitesses de giration 150 tr·min^{-1} et de rotation de 300 tr·min^{-1}.

La figure 4.11 représente le temps de mélange t_m pour les mélanges couscous/semoule en fonction de la vitesse des moteurs.



(a) (b)

FIG. 4.11: Temps de mélange pour les mélanges couscous/semoule en fonction (a) de la vitesse du moteur de rotation pour différentes vitesses du moteur de giration (b) de la vitesse du moteur de giration pour différentes vitesses du moteur de rotation

Les lignes pointillées ne sont présentes que pour regrouper les points ayant une ca-

ractéristique commune, elles ne représentent pas une éventuelle évolution du temps de mélange en fonction de la vitesse.

Pour ces mélanges et pour une vitesse de l'un des moteurs donnée, le temps de mélange diminue avec l'augmentation de la vitesse de l'autre moteur. Globalement, plus la vitesse des moteurs est importante plus le temps de mélange est court. Pour avoir un temps de mélange inférieur à 300 s, il suffit d'avoir une vitesse de giration et/ou une vitesse de rotation importante.

La figure 4.12 représente le temps de mélange t_m en fonction du maximum de la vitesse linéaire de bout de pale $v_{\max}$ et du maximum de l'angle de pénétration de la pale dans le produit $\theta_{\max}$ observés lors des expériences couscous/semoule.

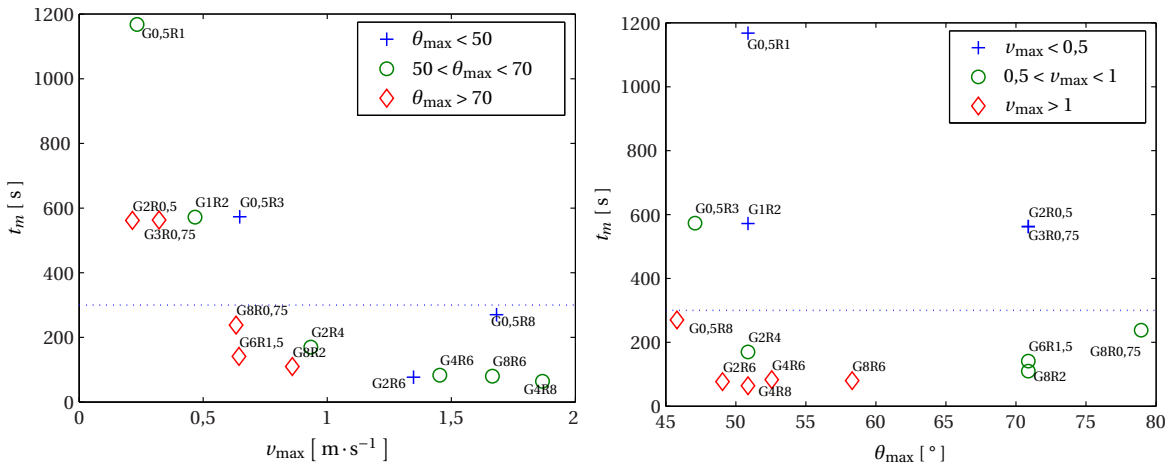


FIG. 4.12: Temps de mélange t_m pour les mélanges couscous/semoule en fonction (a) du maximum de la vitesse linéaire de bout de pale $v_{\max}$ et (b) du maximum de l'angle de pénétration de la pale dans le produit $\theta_{\max}$

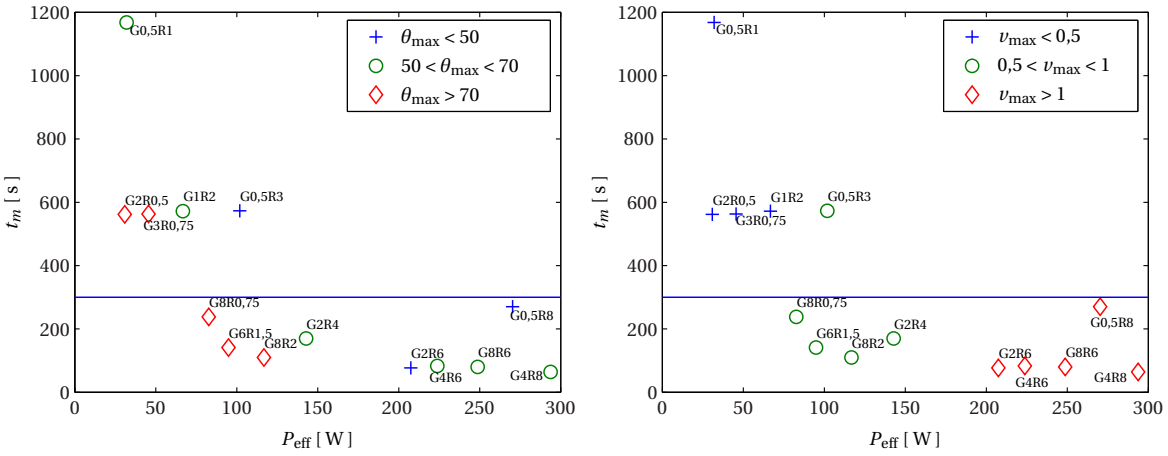
La figure 4.12 montre que le temps de mélange a tendance à diminuer avec la vitesse linéaire maximale de bout de pale. De même, t_m diminue avec l'augmentation et l'angle maximal de pénétration sauf lorsque $\theta_{\max}$ est supérieur à 70 ° car $v_{\max}$ est inférieure 1 m·s^{-1} ce qui augmente t_m. À vitesse $v_{\max}$ égale, le temps de mélange est d'autant plus court que l'angle $\theta_{\max}$ est important.

Pour avoir un temps de mélange inférieur à 300 s, il faut une vitesse $v_{\max}$ supérieure à 0,7 m·s^{-1} ou un angle $\theta_{\max}$ supérieur à 75 ° ou encore une vitesse supérieure à 0,5 m·s^{-1} et un angle $\theta_{\max}$ supérieur à 50 °.

On peut supposer que la vitesse linéaire maximale de bout de pale entraîne un cisaillement important qui permet un réarrangement particulaire efficace et qu'un angle maximal important engendre un mécanisme de convection qui déplace rapidement l'ensemble du produit et permet donc un mélange plus rapide. Ceci dit pour $\theta_{\max}$ supérieur à 70 °, $v_{\max}$ est toujours faible ou moyen ce qui implique que les temps de mélange les plus courts sont atteints pour $v_{\max}$ grand et $\theta_{\max}$ moyen. C'est donc bien, dans ce cas, la combinaison convection/cisaillement qui permet de mélanger rapidement.

4.3.2 Puissance dissipée et travail

La figure 4.13 représente les temps de mélange t_m observés lors des différentes expériences en fonction de la puissance effective délivrée P_{eff}.

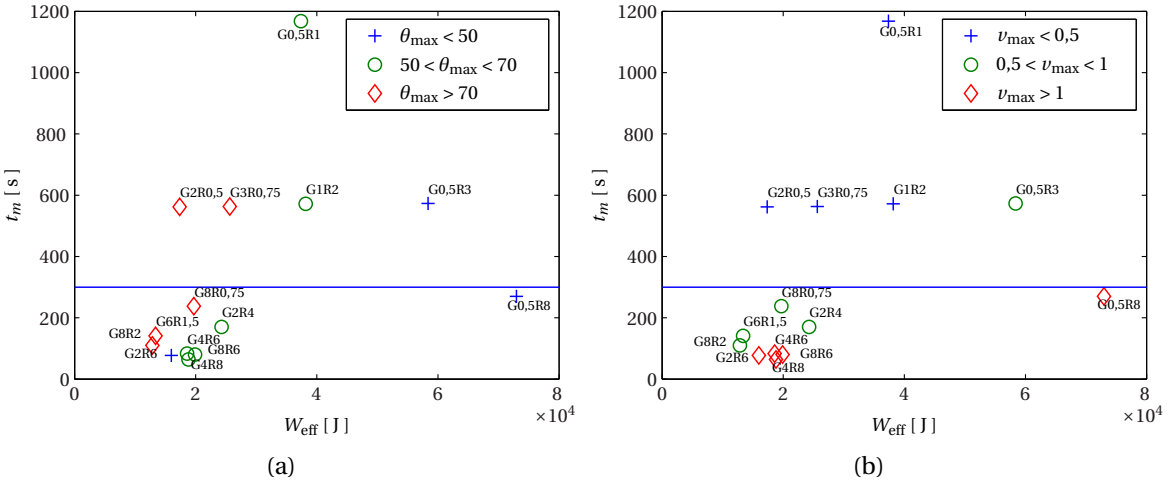


(a) (b)

FIG. 4.13: Temps de mélange pour les mélanges couscous/semoule en fonction de la puissance effective identifié selon (a) $\theta_{\max}$ et (b) $\upsilon_{\max}$

En ce qui concerne les mélanges couscous/semoule, l'homogénéisation est d'autant plus rapide que la puissance effective dissipée est importante. Les plus petits temps de mélange correspondent à des angles moyens et cette configuration conduit à des puissances efficaces plus fortes. Faut-il trouver un compromis entre temps de mélange et puissance efficace ?

La figure 4.14 représente les temps de mélange t_m observés lors des différentes expériences en fonction du travail des forces mécaniques W_{eff}.



(a) (b)

FIG. 4.14: Temps de mélange pour les mélanges couscous/semoule en fonction de la puissance effective identifié selon (a) $\theta_{\max}$ et (b) $\upsilon_{\max}$

Les temps de mélange courts sont le résultat des conditions opératoires où le travail est le plus faible. Les puissances consommées pour les temps de mélange faibles sont

importantes, mais les temps sont si courts que le travail reste faible. Il peut toutefois être utile de trouver un compromis entre temps de mélange et puissance efficace. En effet si le temps de mélange est le critère principal, on choisira les conditions de l'expérience G4R8 — $t_m = 64\,\text{s}$ et $W_{\text{eff}} = 18\,800\,\text{J}$ — alors que si le travail est le facteur clé, on choisira les conditions de l'expérience G8R2 — $t_m = 110\,\text{s}$ et $W_{\text{eff}} = 12\,800\,\text{J}$.

Après avoir étudié les mélanges des poudres à écoulement libre, nous allons analyser les résultats des mélanges plus cohésifs.

4.4 Analyse des résultats des mélanges couscous/lactose

4.4.1 Influence des différents paramètres sur le temps de mélange

Nous avons reporté les différents temps de mélange sur le tableau 4.3 et la figure 4.15.

TAB. 4.3: Récapitulatif des temps de mélange observés dans le Triaxe® pour l'ensemble des cinétiques réalisées. Mélanges couscous/lactose

Expérience	t_m couscous/lactose [s]
G0,5R1	242
G0,5R3	371
G0,5R8	487
G1R2	510
G2R0,5	210
G2R4	274
G2R6	78
G3R0,75	141
G4R6	119
G4R8	37
G6R1,5	45
G8R0,75	58
G8R2	47
G8R6	26

On note que les temps relatifs aux mélanges couscous/lactose sont, dans l'ensemble, légèrement inférieurs à ceux des mélanges couscous/semoule. Le temps de mélange le plus court a été de 26 s pour les mélanges couscous/lactose et a été obtenu à une vitesse du moteur de giration de $2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et une vitesse du moteur de rotation de $1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$. Le temps de mélange le plus long a été de 510 s et a été obtenu pour des vitesses du moteur de giration de $300\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et de rotation de $600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$.

Il faut noter que l'établissement des temps de mélanges couscous/lactose est plus sujet à discussion, malgré l'allure plus monotone des cinétiques de mélanges. Comme nous utilisons la variance estimée s^2, Il est fréquent que l'intervalle de confiance de la variance atteigne 110% de la variance minimale avant la variance estimée. On pourrait donc considérer que le temps de mélange est plus court que celui déterminé par notre méthode.

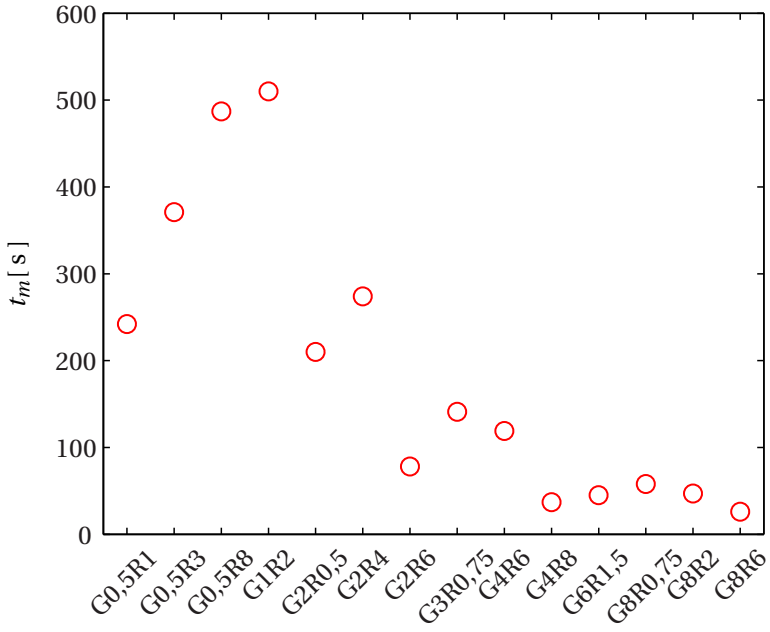
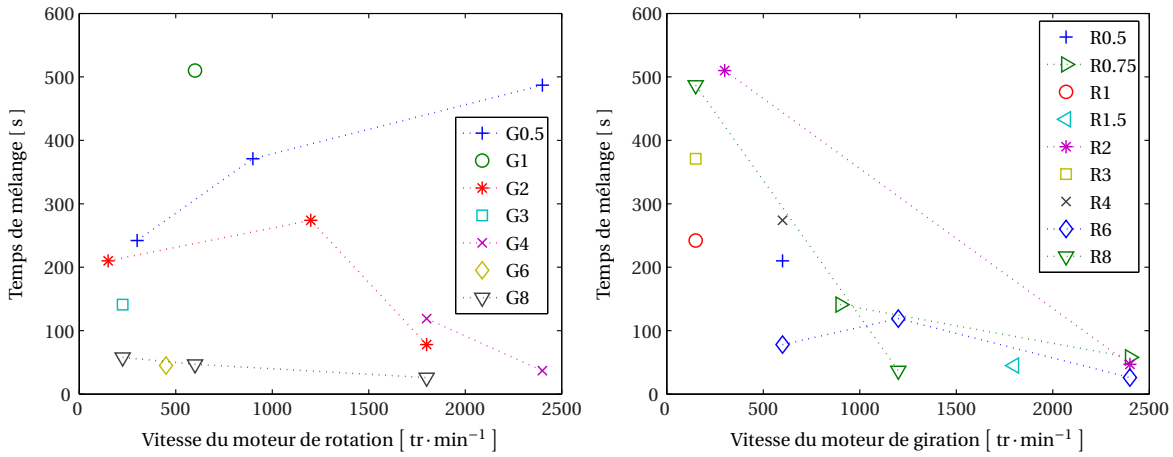


FIG. 4.15: Temps de mélange t_m pour l'ensemble des cinétiques couscous/lactose

La figure 4.16 représente le temps de mélange t_m pour ces mélanges plus cohésifs en fonction de la vitesse des moteurs.

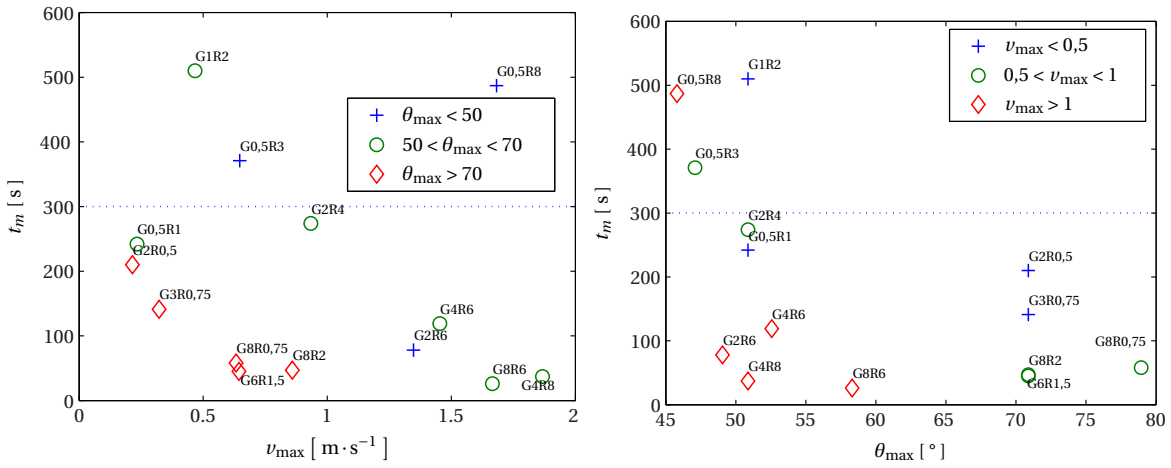


(a) (b)

FIG. 4.16: Temps de mélange pour les mélanges couscous/lactose en fonction (a) de la vitesse du moteur de giration pour différentes vitesses du moteur de rotation (b) de la vitesse du moteur de rotation pour différentes vitesses du moteur de giration

Il est difficile de conclure sur l'influence de la vitesse du moteur de rotation sur le temps de mélange pour les mélanges couscous/lactose. On note tout de même que pour les angles $\theta_{\max}$ supérieurs à 45 ° — G supérieur à deux — le temps de mélange diminue avec la vitesse du moteur de rotation pour une vitesse de giration donnée. Par contre, plus la vitesse du moteur de giration est importante, plus le temps de mélange est faible.

La figure 4.17 représente le temps de mélange t_m en fonction du maximum de la vitesse linéaire de bout de pale $v_{\max}$ et du maximum de l'angle de pénétration de la pale dans le produit $\theta_{\max}$ observés lors des expériences couscous/lactose.



(a) (b)

FIG. 4.17: Temps de mélange t_m pour les mélanges couscous/lactose en fonction (a) du maximum de la vitesse linéaire de bout de pale v_{max} et (b) du maximum de l'angle de pénétration de la pale dans le produit θ_{max}

On voit sur la sous-figure 4.17 (a) que pour les mélanges couscous/lactose, pour chaque valeur de la vitesse v_{max}, il existe des expériences dont le temps de mélange est plutôt long. La vitesse linéaire maximale de bout de pale ne semble donc pas avoir d'influence directe sur le temps de mélange. On note tout de même que pour une plage d'angle θ_{max} fixée, plus la vitesse v_{max} est importante, plus le temps de mélange est court.

On note sur la sous-figure 4.17 (b), que le temps de mélange diminue quand le maximum de l'angle de pénétration de la pale dans le produit θ_{max} augmente.

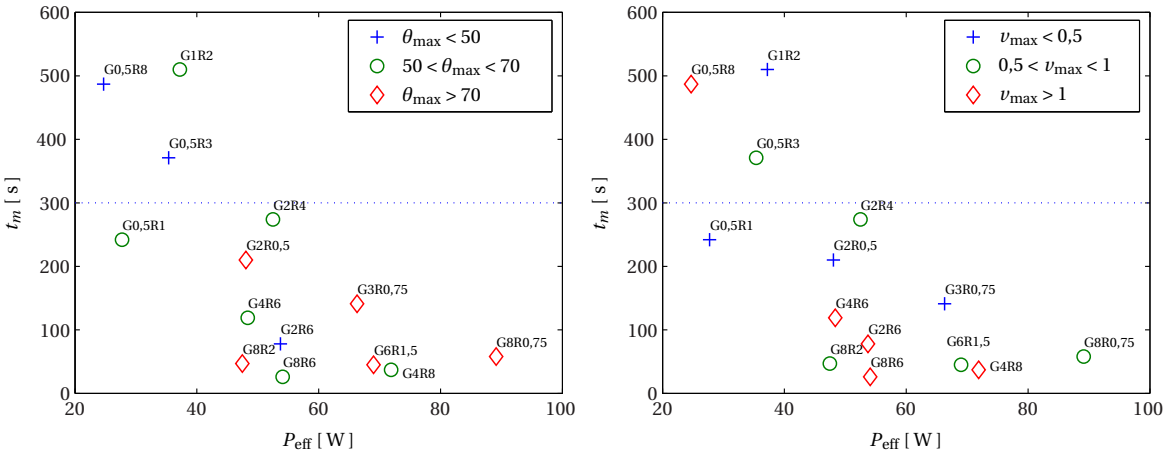
Les temps de mélange faibles sont atteints pour $\theta_{max} > 55°$. Les temps les plus courts sont atteints pour des combinaisons de vitesses permettant d'avoir à la fois une v_{max} importante et un θ_{max} grand.

Pour ces mélanges un angle maximal de pénétration de la pale important permet un mécanisme convectif et l'aération produite permet un bon réarrangement particulaire. Notons tout de même qu'un cisaillement important, s'il ne suffit pas à mélanger rapidement, permet d'accélérer encore le mélange.

4.4.2 Puissance dissipée et travail

La figure 4.18 représente les temps de mélange t_m observés lors des différentes expériences en fonction de la puissance effective délivrée P_{eff}.

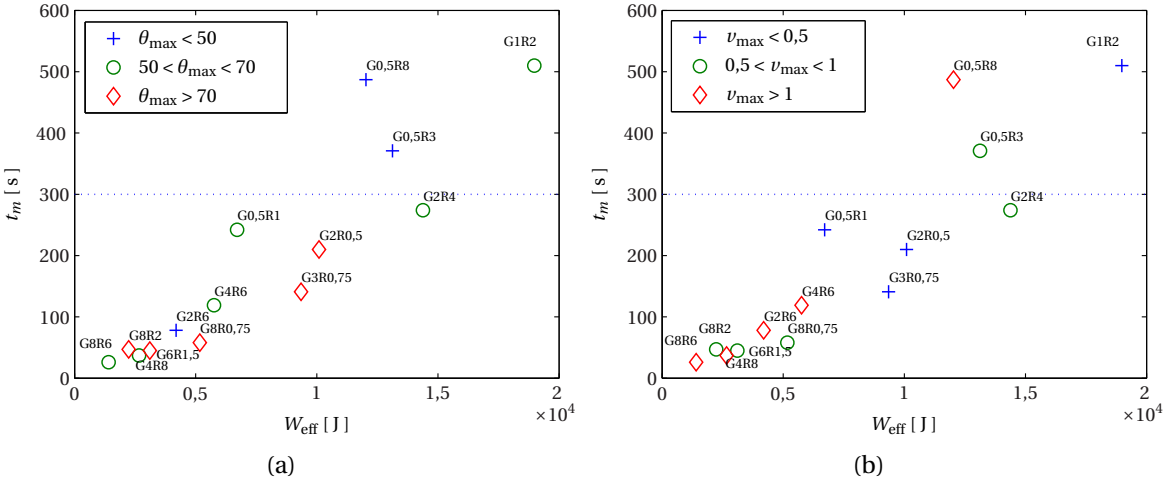
Pour une même puissance effective dissipée, le temps de mélange peut être très variable. À puissance consommée égale, le temps de mélange est d'autant plus court que l'angle θ_{max} est important ou que la vitesse v_{max} est importante. On note tout de même que plus la puissance dissipée est importante, plus le temps de mélange tend à être court, même si cette tendance est moins marquée que pour les mélanges couscous/semoule.



(a) (b)

FIG. 4.18: Temps de mélange pour les mélanges couscous/lactose en fonction de la puissance effective coloré selon (a) θ_{max} et (b) υ_{max}

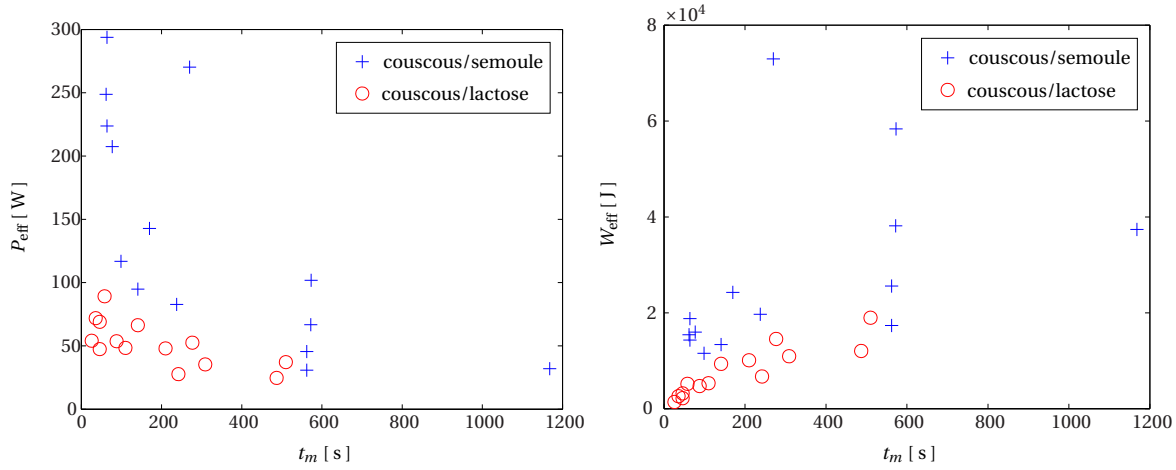
La figure 4.19 représente les temps de mélange t_m observés lors des différentes expériences en fonction du travail des forces mécaniques W_{eff}.



(a) (b)

FIG. 4.19: Temps de mélange pour les mélanges couscous/lactose en fonction de la puissance effective coloré selon (a) θ_{max} et (b) υ_{max}

Les temps de mélange les plus courts sont le résultat des conditions opératoires où le travail est le plus faible. Il est donc important de bien choisir les conditions opératoires afin de mélanger efficacement en terme de temps de mélange *et* de travail fourni !



(a) (b)

FIG. 4.20: (a) Puissance effective délivrée P_{eff} et (b) Travail des forces mécaniques W_{eff} en fonction du temps de mélange t_m pour l'ensemble des mélanges

On note que, pour un même temps de mélange, la puissance et l'énergie consommées par le système cohésif couscous/lactose sont toujours plus faibles que pour les mélanges à écoulement libre couscous/semoule. L'état de fluidisation observé dans ce cas offre donc une meilleure aptitude au mélange.

Dans tous les cas, les temps de mélanges courts correspondent aux expériences où le travail est faible. Il n'est pas donc pas utile de mélanger très « énergiquement ». Il suffit de trouver les conditions d'agitation adéquates. Dans notre étude, les temps de mélange les plus courts et nécessitant un travail faible ont été atteints pour les conditions répertoriées dans le tableau 4.4.

TAB. 4.4: Conditions qui permettent le temps de mélange le plus court

Condition	Mélange couscous/semoule	Mélange couscous/lactose
N_{M_G}	$1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$	$2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$
N_{M_R}	$2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$	$1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$
θ_{max}	50,87 °	58,30 °
v_{max}	$1{,}87\,\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$	$1{,}67\,\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$

ENTROP (1978) avait déterminé dans le cas des mélangeurs orbitaux à vis — qui comme le Triaxe® est un mélangeur dont le mouvement est caractérisé par deux vitesses de révolution — une relation liant le temps de mélange à la vitesse de rotation de la vis sur elle même pour un mélange orbital à vis

$$N_v\, t_m = 13 \left(\frac{L}{D_v} \right)^{1{,}93} . \tag{4.1}$$

Avec :
- D_v diamètre de la vis [m]
- N_v vitesse de rotation de la vis sur elle-même [s^{-1}]
- L longueur de la vis [m]

Nous avons représenté sur la figure 4.21 le temps de mélange en fonction de l'inverse de la vitesse de l'axe de rotation afin de tester la corrélation d'ENTROP avec les résultats

obtenus par la Triaxe®. On note que le temps de mélange ne varie pas avec l'inverse de la vitesse de l'axe de rotation comme l'a noté ENTROP pour les mélangeurs orbitaux à vis.

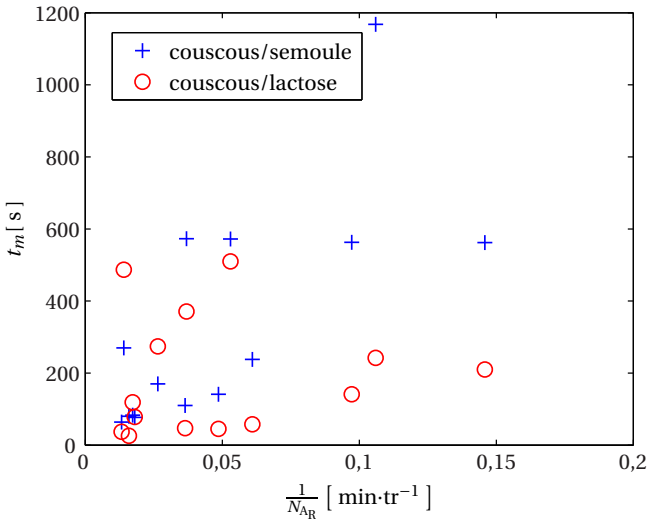


FIG. 4.21: Utilisation de la corrélation d'ENTROP dans le cas du Triaxe®

Cette relation ne prend pas en compte les caractéristiques des poudres ou la vitesse orbitale de rotation de la vis. Dans le cas du Triaxe®, la vitesse de giration — que l'on pourrait assimiler à la vitesse orbitale de rotation de la vis — ne peut pas être négligée. En effet, c'est elle qui définit le déplacement de la zone d'influence des pales et donc qui fait varier principalement le temps nécessaire pour que les pales puissent parcourir l'intégralité de la cuve. De plus, la vitesse de giration influe sur l'angle de pénétration des pales dans le produit et met en mouvement une plus grande quantité de poudre ce qui accélère le processus de mélange. D'autre part, on a vu que l'action du mélangeur était différente suivant le type de produit, il paraît donc normal d'obtenir des corrélations différentes suivant le produit utilisé.

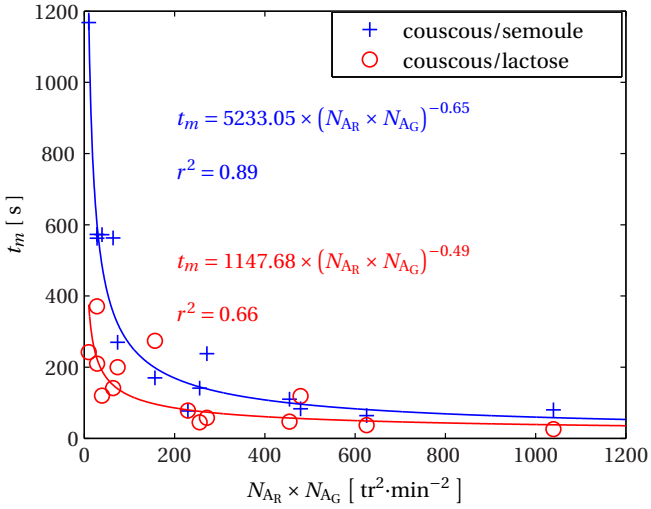


FIG. 4.22: Temps de mélange t_m en fonction du produit des vitesses des axes $N_{A_R} \times N_{A_G}$ pour l'ensemble des cinétiques couscous/semoule et couscous/lactose

Nous avons déterminé sur la figure 4.22 des corrélations liants le temps de mélange

aux conditions de vitesses utilisées dans l'ensemble des expériences réalisées.

On note que les exposants au facteur $N_{A_R} \times N_{A_G}$ sont très proches et que la constante dépend du type de poudre. Là encore il serait intéressant de tester avec d'autres produits pour confirmer.

4.5 Conclusion sur l'homogénéité des mélanges

Nous avons étudié des mélanges binaires de produits plus ou moins cohésifs — mélanges couscous/semoule et couscous/lactose — dans le mélangeur Triaxe®, pour différentes combinaisons des vitesses de rotation et de giration des pales. Des mesures de couples et de puissances effectives ont montré que, conformément à des résultats obtenus précédemment avec les mêmes produits « purs », il est possible de différencier le comportement des mélanges et d'émettre des hypothèses sur les mécanismes de mélange mis en œuvre dans cet appareil, en fonction des produits manipulés. Ainsi, le mélange couscous/lactose atteint un état aéré, sinon fluidisé, propice au mélange, l'action mécanique des pales s'y ferait principalement par convection, le mélange est effectué sans grande consommation d'énergie. À l'inverse, les mélanges couscous/semoule, qui restent plus compacts, seraient plus sensibles au cisaillement des pales, et nécessitent une consommation d'énergie plus importante pour atteindre un état homogène. Une méthode d'analyse en ligne non-intrusive a été développée pour analyser la qualité des mélanges en sortie du mélangeur, il s'agit de capture et analyse d'image permettant de mesurer la composition du mélange et de calculer son intensité de ségrégation. Les temps de mélange les plus courts ont été atteints dans les conditions les moins consommatrices d'énergie, montrant qu'il existe des combinaisons de vitesses de rotation et de giration qui permettent d'optimiser l'opération de mélange en terme de temps de mélange et de puissance consommée. Ces travaux ont permis d'avancer dans la compréhension des mécanismes de mélange en mélangeur Triaxe® et de prévoir comment mélanger « vite et en consommant peu d'énergie ». L'étude des temps de mélange selon la combinaison des vitesses a permis de valider les hypothèses concernant les mécanismes de mélange et d'établir une « relation type » qui existe entre le temps de mélange et le produit des vitesses d'agitation de giration et de rotation.

Le tableau 4.5 synthétise les paramètres opératoires permettant de mélanger « vite et bien » avec le Triaxe®. Ce tableau est un rapide résumé des mécanismes principaux mis en jeu. Pour les mélanges couscous/semoule le cisaillement est prépondérant alors que pour les mélange couscous/lactose la convection est nécessaire. Nous avons vu que les mécanismes de mélanges sont complémentaires, en particulier que le cisaillement accélère le processus de mélange dans le cas des produits plus cohésifs et donc qu'il existe différents paramètres permettant un mélange efficace.

TAB. 4.5: Comment mélanger vite et bien en fonction des produits mélangés

Produit mélangé	couscous/semoule	couscous/lactose
Mécanisme prépondérant	Cisaillement	Convection
Condition	$v_{max} \geq 1\,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$	$\theta_{max} \geq 55°$
Paramètre Triaxe®	$N_{M_R} \geq 1800\,\mathrm{tr \cdot min^{-1}}$	$N_{M_G} \geq 1200\,\mathrm{tr \cdot min^{-1}}$

Conclusion générale

Après avoir fait un point sur les aspects étudiés dans la littérature sur le mélange de poudres et notamment les points clés de l'échantillonnage, les différentes méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange et les différents types de mélangeurs, nous avons décidé des choix techniques nécessaires à la bonne réalisation de notre étude. Ceux ci nous ont permis de mettre au point les méthodes expérimentales développées pour piloter le mélangeur Triaxe®, caractériser son agitation et mesurer l'homogénéité des mélanges ainsi que le temps nécessaire pour atteindre cette homogénéité. Les logiciels de pilotage et d'analyse d'image que nous avons développés à cet effet sont bien adaptés à nos besoins et permettent un contrôle en temps réel de chaque condition opératoire.

Nous avons caractérisé l'agitation de différents milieux grâce aux mesures en temps réel des couples et au calcul des puissances consommées par le mélangeur en fonction des différents paramètres opératoires. Cette étude a permis de mieux appréhender les mécanismes de mélange mis en jeu pour les différents produits à écoulement libre ou cohésifs agités. Le mécanisme de cisaillement est prépondérant pour l'agitation des poudres à écoulement libre comme le couscous ou la semoule alors que la convection joue un rôle plus important pour les poudres plus cohésives comme le lactose et le talc, parce que ces produits sont mis en suspension dans le mélangeur. Au cours de cette étude sur l'agitation, nous avons mis en évidence des relations faisant intervenir des nombres sans dimensions et des caractéristiques de l'agitation dans le Triaxe® comme la vitesse linéaire de bout de pale et l'angle de pénétration de la pale. Pour les poudres à écoulement libre, qu'elles soient agitées séparément ou ensemble, le nombre de Newton Ne est constant et le nombre de Puissance $Np_{\max}$ varie en $v_{\max}^{-2}$ — $v_{\max}$ étant le maximum de la vitesse linéaire de bout de pale. Pour les poudres plus cohésives le nombre de Newton Ne dépend du nombre de Froude $Fr_{\max}$ et le nombre de Puissance $Np_{\max}$ varie en $v_{\max}^{-3}$.

Enfin grâce à l'étude des temps de mélange et de l'homogénéité pour les deux mélanges binaires réalisés — couscous/semoule et couscous/lactose — utilisant différentes combinaisons des vitesses de rotation et de giration des pales, nous avons confirmé les mécanismes préférentiellement mis en jeu. Nous avons relié ces résultats à l'étude sur l'agitation afin de déterminer les paramètres opératoires qui permettent un mélange « efficace » en terme de temps de mélange et de puissance consommée. Pour les mélanges binaires constitués d'un produit à écoulement libre et d'un produit cohésif, il faut privilégier des conditions de vitesses combinant un angle de pénétration des pales dans le produit moyen ou grand afin de favoriser des mécanismes convectifs et une vitesse de

bout de pale importante permettant le cisaillement. En effet, le produit étant très aérable, cette combinaison convection/cisaillement entraîne une aération voire une fluidisation du produit et un mélange rapide et consommant peu d'énergie. Pour les mélanges de deux produits à écoulement libre, qui restent plus compacts, le mélange nécessite un travail plus important. Il est donc nécessaire et possible d'adapter les conditions opératoires au produit utilisé.

La méthode d'analyse en ligne non-intrusive a été développée pour analyser la qualité des mélanges en sortie du mélangeur. Elle permet de mesurer la composition du mélange et de calculer son intensité de ségrégation. Les temps de mélange les plus courts ont été atteints dans les conditions les moins consommatrices d'énergie, montrant qu'il existe des combinaisons de vitesses de rotation et de giration qui permettent d'optimiser l'opération de mélange en terme de temps de mélange et de puissance consommée.

Ainsi, ces travaux ont permis d'avancer dans la compréhension des mécanismes de mélange en mélangeur Triaxe® et de mieux appréhender comment mélanger « vite et bien en consommant peu d'énergie ». L'étude des temps de mélange en fonction de la combinaison des vitesses a permis de valider les hypothèses concernant les mécanismes de mélange, d'établir la relation qui existe entre le temps de mélange et les vitesses d'agitation de giration et de rotation, et de démontrer une grande polyvalence de ce mélangeur sur les poudres cohésives ou à écoulement libre en plus des capacités démontrées pour les produits visqueux et la granulation. Ces vitesses d'agitation étant liées aux caractéristiques géométriques du mélangeur, il serait intéressant de valider ces relations en passant à d'autres échelles. Nous pouvons dores et déjà dire que le Triaxe® est très polyvalent car il est capable de mélanger efficacement en termes de temps de mélange, de puissance consommée et avec la même qualité finale, des produits à écoulement libre et des produits plus cohésifs. Ceci, grâce à un mouvement d'une grande variabilité car l'angle de pénétration des pales dans le produit évolue constamment, même pour des vitesses d'agitation constantes. Cette variabilité est plus importante pour les produits cohésifs, car elle permet d'obtenir des angles de pénétration plus important et donc de favoriser la convection. Pour reprendre les points de comparaison du tableau A.1 en annexe, le Triaxe® permet de mélanger des poudres à écoulement libre et cohésives. Nous n'avons pour l'instant pas noté de contrainte même si nous n'avons pas encore testé le mélange de produits très cohésifs dans le cadre de ce travail. Le nettoyage et la vidange ne posent pas de problème. En choisissant les conditions d'agitation appropriées, il est facilement réalisable de mélanger en moins de deux minutes les 48 l de produits, le tout en ne consommant pas plus de 600 W.

N'ayant pas eu le temps de tester de manière approfondie le mélangeur avec des produits très cohésifs, il serait intéressant de le faire afin de qualifier la polyvalence du Triaxe®.

Nous avons vu qu'un essai en Triaxe® est pratiquement équivalent à un test d'écoulement. Il faudrait trouver les frontières entre les différents types de poudres en réalisant des manipulations sur un grand nombre de produits. Une comparaison entre les résultats obtenus par le mélangeur avec ceux obtenus par un rhéomètre à poudre serait également très intéressante.

Au niveau du développement de la plateforme expérimentale, il serait intéressant de tester la nouvelle vanne de vidange en diaphragme mise au point par Michel GRANDJEAN et de comparer les résultats obtenus avec la vanne actuelle. D'autre part il serait très inté-

ressant de comparer la méthode d'analyse développée avec d'autres méthodes existantes en les installant sur le même pilote et en les utilisant conjointement afin de comparer leurs résultats sur des mélanges identiques.

Après le travail important réalisé sur les vitesses mises en jeu dans le mélangeur, il serait utile de déterminer les vitesses des particules pour valider nos hypothèses de « fluidisation ». Pour cela, il serait intéressant de réaliser une simulation du mouvement des particules dans le Triaxe® par le biais par exemple de la méthode des éléments discrets.

Bibliographie

T. AKIYAMA, K.M. AOKI & T. KOSHIKAWA. Experimental study on vibration-induced convection and heaping in granular beds. *Granular Matter*, 1:1–15, 1998.

Robert ANGIOLETTI & Hubert DESPRETZ. Maîtrise de l'énergie dans les bâtiments. définitions. usages. consommations. *Techniques de l'ingénieur*, BE9020, janvier 2004.

Katherine A. BAKEEV. Near infra red spectroscopy as a process application tool. *Pharmaceutical Technology Europe*, 15(9):27–32, septembre 2003.

J. BERMAN, A. SCHOENEMAN & J.T. SHELTON. Unit dose sampling : a tale of two thieves. *Drug Dev. Ind. Pharm*, 22(11):1121–1132, 1996.

O. BERNTSSON, L.-G. DANIELSON, B. LAGERHOLM & S. FOLESTAD. Quantitative in-line monitoring of powder blending by near infrared reflection spectroscopy. *Powder Technology*, 123:185–193, 2002.

O. BERNTSSON, L. G. DANIELSSON & S. FOLESTAD. Characterization of diffuse reflectance fiber probe sampling on moving solids using a fourier transform near-infrared spectrometer. *Analytica Chimica Acta*, 431(1):125–131, mars 2001.

O. BERNTSSON, L. G. DANIELSSON, M. O. JOHANSSON & S. FOLESTAD. Quantitative determination of content in binary powder mixtures using diffuse reflectance near infrared spectrometry and multivariate analysis. *Analytica Chimica Acta*, 419(1):45–54, août 2000.

Henri BERTHIAUX. Mélange et homogénéisation des solides divisés. *Techniques de l'ingénieur*, J3397, 2002.

D.A.G. BRUGGEMAN. *Ann. Phys.*, 24:636, 1935.

A.P. CAMPBELL & J. BRIDGWATER. The mixing of dry solids by percolation. *Trans. Instn. Chem. Engrs.*, 51:72–74, 1973.

M.C. COELHO & N. HARNBY. The effect of humidity on the form of water retention in a powder. *Powder Technology*, 20:197–200, 1978.

B DALLOZ-DUBRUJEAUD, R. FAURE & G. GIRAUD. Suivi en continu du mélange de deux poudres par mesure diélectrique. *In Acte des journées scientifiques du LCPC*, septembre 2000.

P.V. DANCKWERTS. The definition and measurment of some characteristics of mixtures. *Appl. sci. Res.*, Section A, vol 3:279–296, 1952.

G. DELAPLACE, Rajeev K. THAKUR, L. BOUVIER, C. ANDRÉ & C. TORREZ. Dimensional analysis for planetary mixer : Mixing time and reynolds numbers. *Chemical Engineering Science*, 62(5):1442–1447, mars 2007.

Guillaume DELAPLACE, Laurent BOUVIER, Anne MOREAU, Romuald GUÉRIN & Jean-Claude LEULIET. Determination of mixing time by colourimetric diagnosis : Application to a new mixing system. *Experiments in fluids*, 36(3):437–443, 2004.

Guillaume DELAPLACE & Romuald GUÉRIN. Mélange des produits pâteux - caractéristiques d'un système agité. *Techniques de l'ingénieur*, F3350, mars 2006.

Hervé DESPLANCHES & Jean-Louis CHEVALIER. Mélange des milieux pâteux de rhéologie complexe : pratique. *Techniques de l'ingénieur*, J3861, juin 1999.

Y.L. DING, R.N. FORSTER, J.P.K. SEVILLE & D.J. PARKER. Scaling relationships for rotating drums. *Chemical engineering science*, 56:3737–3750, 2001.

N. EHRHARDT, M. MONTAGNE, H. BERTHIAUX, B. DALLOZ-DUBRUJEAUD & C. GATUMEL. Assessing the homogeneity of powder mixtures by on-line electrical capacitance. *Chemical Engineering and Processing*, 44(2):303–313, février 2005.

Nicolas EHRHARDT, Henri BERTHIAUX, Cendrine GATUMEL & Blanche DALLOZ-DUBRUJEAUD. Algorithme pour la mesure capacitive en ligne de la qualité de mélange de poudres en écoulement. *In 9ème congrès français de génie des procédés à Saint Nazaire*, septembre 2003.

W. ENTROP. International symposium on mixing. *In* MONS, *coord*, *D1*, pages 1–14, 1978.

L.T. FAN, Yi-Ming CHEN & F.S. LAI. Recent developments in solids mixing. *Powder Technology*, 61:255–287, 1990.

FORRATECHNIC. Rapport Technique, Le Bourget du Lac, France.

S. FRAISSE. Technologies post-récolte des mils, sorghos, mais. Mémoire, ENSF, 1983.

P. FRAKE, D. GREENHALGH, S.M. GRIERSON, J.M. HEMPENSTALL & D.R. RUDD. Process control and end-point determination of a fluid bed granulation by application of near infra-red spectroscopy. *International Journal of Pharmaceutics*, 151:75–80, 1997.

C. GATUMEL, M. LALLIÉ & J. REVEL. An expériemental study of the triboelectrification of polyethylene particles. *In STP 4*, 2004.

T. GUILLOT. Contribution à la modélisation des propriétés électromagnétiques des mélanges aléatoires du type diélectrique/conducteur. Rapport Technique, ONERA, mars 1992.

N. HARNBY, M.F. EDWARDS & A.W. NIENOW, *coord. Mixing in the process industries*. Butterworth/Heinemann, 2nd Édition, 1985.

J.A. HERSEY. Ordered mixing : A new concept in powder mixing practice. *Powder Technology*, 11:41–44, 1975.

Volker KEHLENBECK. *Continuous dynamic mixing of cohesive powders*. Thèse de doctorat, Technische Universität München — Lehstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, 2007.

P. C. KNIGHT, J. P. K. SEVILLE, A. B. WELLM & T. INSTONE. Prediction of impeller torque in high shear powder mixers. *Chemical Engineering Science*, 56(15):4457–4471, août 2001.

P.M.C. LACEY. Developments in the theory of particule mixing. *J. of Appl. Chem.*, 4:527–268, mai 1954.

A. LE LAN. Mélange de solides. *Techniques de l'ingénieur*, A5940, 1983.

Sandra MASSOL-CHAUDEUR. *Caractérisation de l'état de mélange de poudres -cas des mélanges faiblement dosés-*. Thèse de Doctorat, INPL, 2000.

M. MATSEN. A phase diagram for gas-particle flow. *Fluidization IV, Japan*, 1983.

K. MIYANAMI. *Mixing Powder Technology Handbook*, pages 595–612. Linoya – Gotoh – Higashitani éditeurs, NY, 1991.

J. MOTHES. Probabilités. statistiques. *Techniques de l'ingénieur*, A169, octobre 1969.

Servando MUERZA, Henri BERTHIAUX, Sandra MASSOL-CHAUDEUR & Gérard THOMAS. A dynamic study of static mixing using on-line image analysis. *Powder Technology*, 128: 195–204, 2002.

Fernado MUZZIO, Priscilla ROBINSON, Carolyn WIGHTMAN & Deane BRONE. Sampling practices in powder blending. *International journal of pharmaceutics*, 155:153–178, 1997.

W. MÜLLER. Mixing of solids : Methods and present state of design. *German Chemical Engineering*, 5:263–277, 1982.

Michèle NEUILLY. Modélisation et calcul de l'incertitude d'un résultat de mesure. *Techniques de l'ingénieur*, P260, janvier 1996.

Jacques POIRIER. Estimateurs et tests d'hypothèses. *Techniques de l'ingénieur*, R250, juillet 1992.

M. POUX, P. FAYOLLE, J. BERTRAND, D. BRIDOUX & J. BOUSQUET. Some practical rules applied to agitated systems. *Powder Technology*, 68(3):213–234, décembre 1991.

M. POUX, D. STEINMETZ, J. BERTRAND & M. LESCURE. Optical sensors for the characterization of powder mixtures. *Sensors and Actuators A : Physical*, 47:494–496, 1995.

Alvaro REALPE & Carlos VELAZQUEZ. Image processing and analysis for determination of concentrations of powder mixtures. *Powder Technology*, 134:193–200, 2003.

H. RUMPF. Agglomeration. *Wiley, New York*, page 379, 1962.

M. SATO, Y. ABE, K. ISHII & T. YANO. *J. Soc. Powder Technol. Jpn.*, 14:411, 1977.

M. SATO, K. MIYANAMI & T. YANO. *J. Soc. Powder Technol. Jpn.*, 16:3, 1979.

C. SCHOFIELD. Assessing mixtures by autocorrélation. *Trans. Instn. Chem. Engrs.*, 48: T28–T34, 1970.

C. SCHOFIELD. The definition and assessment of mixture quality in mixtures of particulate solids. *Powder Technology*, 15:169–180, 1976.

K. SOMMER. Continuous powder mixing. *In First International Particle Technology Forum*, vol. III, pages 343–349, 1994.

J. N. STANIFORTH. Investigation of methods for identifying formation of ordered powders. *In 4th European Conference on Mixing*, pages 181–194, 1982.

J.N. STANIFORTH & J.E. RESS. Electrostatic charge interactions in ordered powder mixes. *J. Pharm. Pharmacol.*, 34:69–76, 1982.

D. STEINMETZ, B. HOCINE, M. POUX & C. LAGUERIE. Analyse du mélange de poudres en fluidisation gazeuse à l'aide de la méthode de defluidisation et par capteur à fibre optique. *Powder Technology*, 89(2):139–147, novembre 1996.

UMIST. Industrial process tomography at manchester, 2007, http://www.tomography.manchester.ac.uk/index.shtml.

J. VALLANCE & S. SB. ROSATO. Particle segregation in granular flows down chutes. *In IUTAM Symposium o, Segregation in Granular Flows*, pages 31–52, 2000.

R. WEINEKOTTER & H. GERICKE. *Mixing of solids.* Kluwer academic publishers, 2000.

Ralph WEINEKOTTER & Lothar REH. Characterization of particulate mixtures by in-line measurements. *Part. Part. Syst. Charac.*, 11:284–290, 1994.

C.Y. WEN & Y.H. YU. A generalized method for predicting the minimum fluidization velocity. *AIChE Journal*, 12(3):610–612, mai 1966.

W. WERTHER. *Chem. Eng. Tech.*, 46:339, 1976.

J.C. WILLIAMS. Cause and effects of segregation on powders. *Chemical Processing*, pages 1–5, 1965.

J.C. WILLIAMS. The segregation of particulate materials. *Powder Technology*, 15:245–251, 1976.

ANNEXE A

Tableau de synthèse des caractéristiques de différents types de mélangeurs

On peut retrouver une synthèse de la section 1.7 dans le tableau A.1 qui résume les principales caractéristiques et applications des mélangeurs les plus courants.

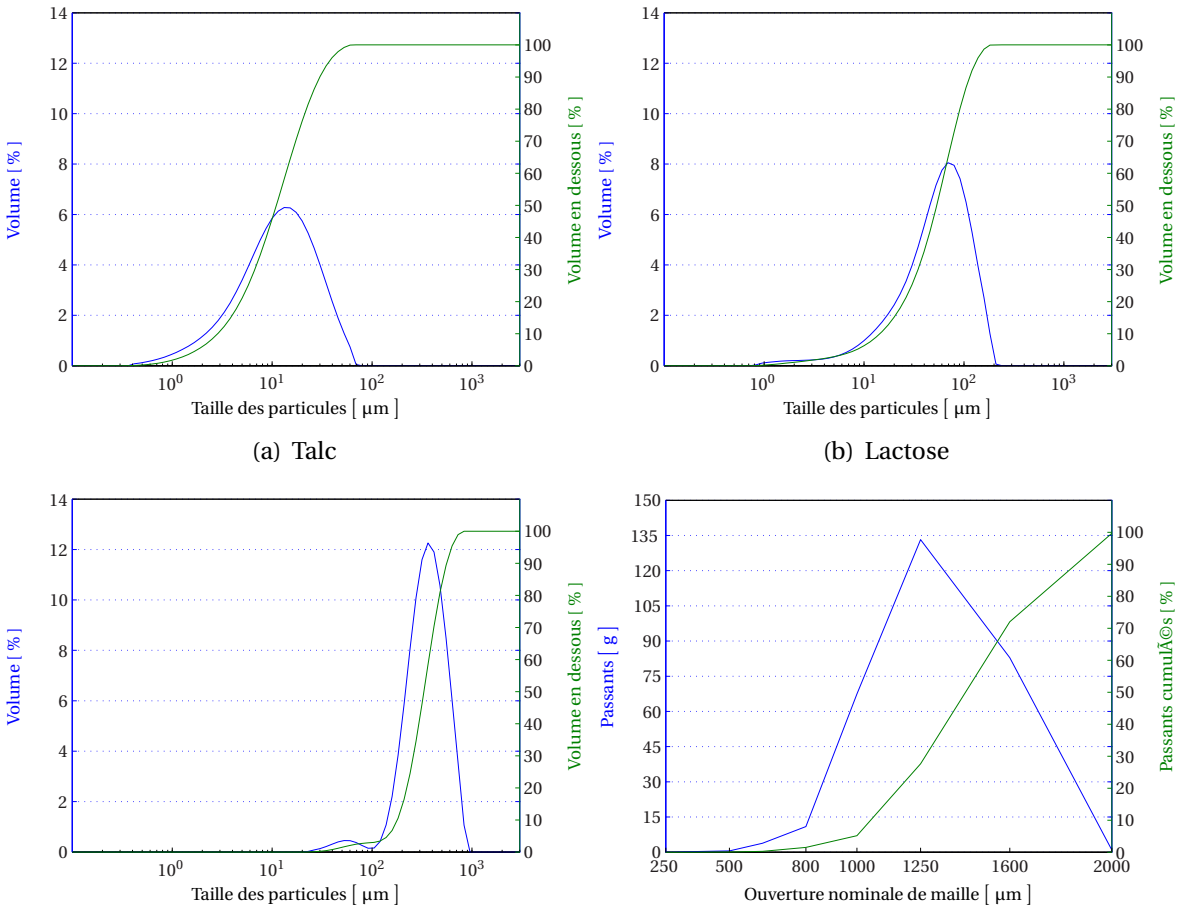
TAB. A.1: tableau de synthèse des caractéristiques de différents types de mélangeurs d'après POUX *et al.* (1991)

Mélangeur	Application	Contrainte	Nettoyage et vidange	Puissance moteur	Capacité	Temps de mélange
Tambour rotatif	Poudres sèches à écoulement libre de propriétés dynamiques et de densité semblables	Ne convient pas aux poudres qui ont tendance à granuler. Ségrégation à la décharge	Facile à nettoyer et à vider, surtout pour la vidange des poudres à écoulement libre.	0,25 à 5 kW	0,1 à 2 m^3	2 à 10 min
Double cône	Poudres sèches	Ne convient pas aux poudres qui ont tendance à granuler. Ségrégation à la décharge	Facile à nettoyer et à vider	0,2 à 20 kW	10 à 1500 l	1 à 10 min
En V	Poudres sèches à écoulement libre	Ne convient pas aux poudres qui ont tendance à granuler. Ségrégation à la décharge	Facile à nettoyer et à vider	0,2 à 11 kW	10 à 5000 l	1 à 10 min
À ruban	Poudres sèches ou produits pâteux, Poudres qui ont tendance à s'aérer.	Mélange axial moins bon que radial. Ségrégation possible en décharge.	Facile à vider mais difficultés possibles au nettoyage	0,5 à 4 kW	10 à 15 000 l	5 à 30 min
À vis	Poudres sèches, crèmes et pâtes. Possibilité d'ajout de liquide.	Ne convient pas aux poudres très cohésives ou aux agglomérats friables.	Nettoyage et vidange difficiles avec les poudres collantes. Possibilité de limiter la ségrégation lors de la vidange en laissant la vis en action.	0,2 à 7 kW	1 à 10 000 l	2 à 10 min
À turbine	Dispersion des agglomérats.	Ne convient pas aux poudres thermosensibles	Facile à nettoyer et à vider.	0,5 à 20 kW	10 à 1000 l	2 à 10 min
Fluidisé	Mélange de poudres sèches	Ne convient pas aux poudres ségrégeantes	Facile à nettoyer et à vider pour les poudres à écoulement libre.	1,5 à 30 kW	Débit : 100 kg/h à 100 t/h	30 s à 3 min
Statique	Poudres à écoulement libre	Nécessité d'avoir de grands volumes de poudres à mélanger	Ségrégation fortement possible en surface et dans la masse de poudre		silo	2 à 3 recyclages

ANNEXE B

Distributions granulométriques des différents produits testés

La figure B.1 représente les distributions granulométriques de chacun des produits utilisés lors de cette étude. Celle du couscous a été établie par tamisage, les autres au granulomètre laser.

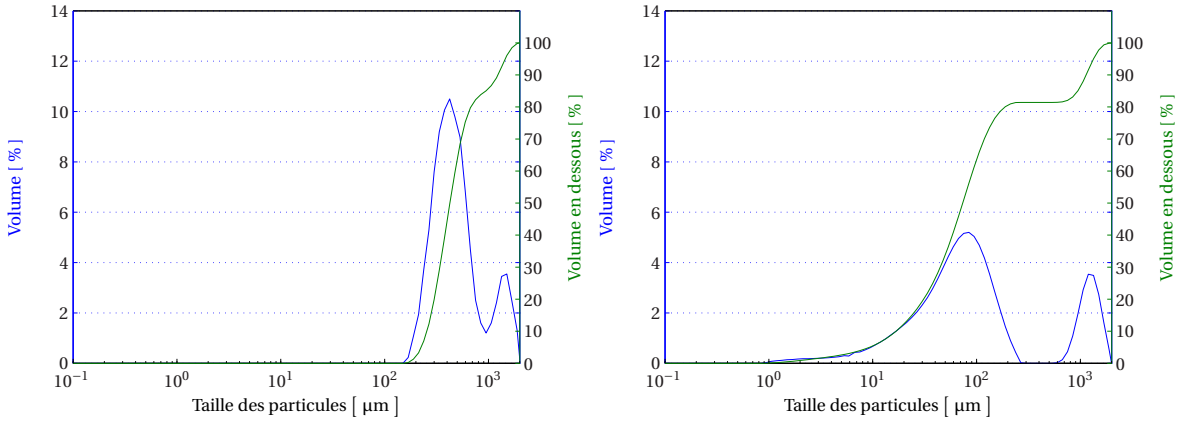


(a) Talc (b) Lactose

(c) Semoule (d) Couscous

FIG. B.1: Distribution granulométrique des systèmes particulaires utilisés. Celle du couscous a été établie par tamisage, les autres au granulomètre laser

La figure B.2 représente les distributions granulométrique mélanges réalisés pendant cette étude. Elles ont été établies au granulomètre laser.



(a) Mélange Couscous Semoule

(b) Mélange Couscous Lactose

FIG. B.2: Distribution granulométrique des systèmes particulaires utilisés pour les mélanges. Elles ont été établies au granulomètre laser

ANNEXE C

Dispostif de mesure de la masse volumique tassée

La figure C.1 schématise le dispositif de mesure de la masse volumique tassée du testeur Hosokawa®. On met une rehausse sur la cellule de 100 ml, on remplit l'ensemble de la poudre à tester. Une sorte de pilon lève l'ensemble et laisse retomber le tout pour tasser la poudre. Une fois le nombre de tassement désiré terminé, on retire précautionneusement la rehausse, on arase délicatement la poudre. On obtient la masse de poudre tassée en retranchant la masse de la cellule à la masse de la cellule arasée. On calcule ensuite la masse volumique tassée en divisant la masse obtenue par le volume de la cellule.

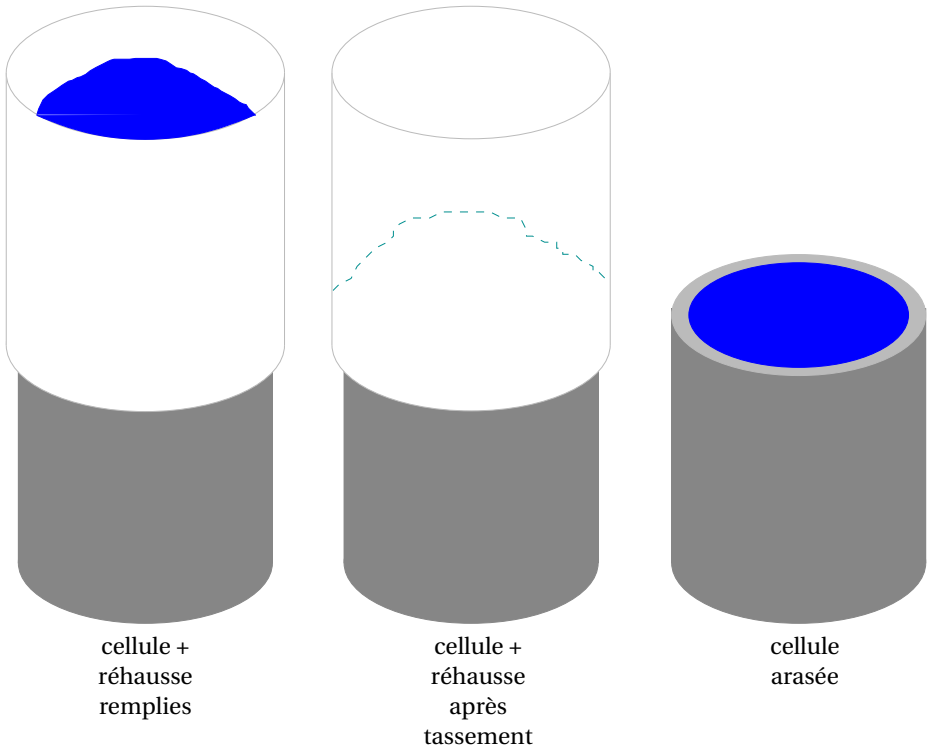
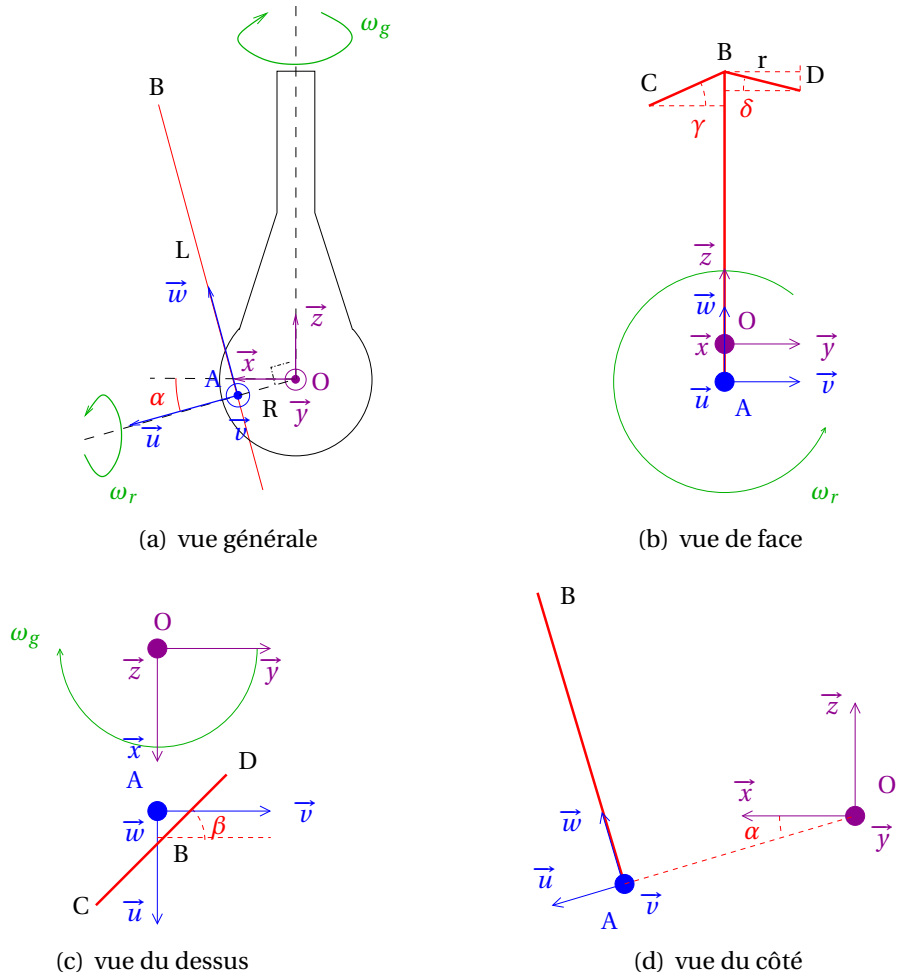


FIG. C.1: Dispositif de mesure de la masse volumique tassée du testeur Hosokawa®

ANNEXE D

Les vitesses et les trajectoires mises en jeu dans le Triaxe®



(a) vue générale

(b) vue de face

(c) vue du dessus

(d) vue du côté

FIG. D.1: Schéma introduisant les variables mises en jeu pour le calcul des trajectoires du Triaxe®. Pour toutes les vues, la pale est en position initiale, dirigée vers le haut, alignée avec l'axe de giration.

Tout d'abord, on définit les variables nécessaires que l'on retrouve figure D.1 : R, le

rayon de la sphère du réducteur sphérique, L la longueur des pales, r la largeur de la pale, α l'angle entre l'axe des pales et l'horizontale, β l'angle d'inclinaison des pales par rapport à leur plan, γ l'angle entre BC et l'horizontale, δ l'angle entre BD et l'horizontale, ω_g et ω_r les vitesses de giration et de rotation.

Ensuite on définit le répère du laboratoire $\left(O, \overrightarrow{x}, \overrightarrow{y}, \overrightarrow{z}\right)$ et le repère mobile des pales $\left(A, \overrightarrow{u}, \overrightarrow{v}, \overrightarrow{w}\right)$ comme des trièdres directs. $\overrightarrow{u}$ est le prolongement de l'axe de rotation et $\overrightarrow{w}$ est le vecteur directeur d'une des pales. $\left(A, \overrightarrow{u}, \overrightarrow{v}, \overrightarrow{w}\right)$ est mobile, sa position est modifiée par la giration autour de $\overrightarrow{z}$ et par la rotation autour de $\overrightarrow{u}$.

Je détermine les coordonnées du vecteur $\overrightarrow{u_g}$ dans le repère du laboratoire sans tenir compte de la rotation :

$$\overrightarrow{u_g} \begin{cases} \cos(\alpha)\cos(\omega_g\, t) \\ -\cos(\alpha)\sin(\omega_g\, t) \\ -\sin(\alpha) \end{cases}$$

De même, nous avons les coordonnées de $\overrightarrow{v_g}$ et $\overrightarrow{w_g}$:

$$\overrightarrow{v_g} \begin{cases} \sin\left(\omega_g\, t\right) \\ \cos\left(\omega_g\, t\right) \\ 0 \end{cases}$$

$$\overrightarrow{w_g} \begin{cases} \sin\left(\alpha\right)\cos\left(\omega_g\, t\right) \\ -\sin\left(\alpha\right)\sin\left(\omega_g\, t\right) \\ \cos\left(\alpha\right) \end{cases}$$

Je définis ensuite la matrice de rotation R :

$$R = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\left(t\,\omega_r\right) & -\sin\left(t\,\omega_r\right) \\ 0 & \sin\left(t\,\omega_r\right) & \cos\left(t\,\omega_r\right) \end{pmatrix}$$

Soit P la matrice définie par $P = \left[\overrightarrow{u_g}, \overrightarrow{v_g}, \overrightarrow{w_g}\right]$:

$$P = \begin{pmatrix} \cos\left(\alpha\right)\cos\left(t\,\omega_g\right) & \sin\left(t\,\omega_g\right) & \sin\left(\alpha\right)\cos\left(t\,\omega_g\right) \\ -\cos\left(\alpha\right)\sin\left(t\,\omega_g\right) & \cos\left(t\,\omega_g\right) & -\sin\left(\alpha\right)\sin\left(t\,\omega_g\right) \\ -\sin\left(\alpha\right) & 0 & \cos\left(\alpha\right) \end{pmatrix}$$

Le vecteur $\overrightarrow{u}$ est alors défini par $P \cdot R \cdot [1,0,0]$ soit

$$\overrightarrow{u} \begin{cases} \cos(\alpha)\cos(\omega_g\, t) \\ -\cos(\alpha)\sin(\omega_g\, t) \\ -\sin(\alpha) \end{cases}$$

De même, nous avons les coordonnées de $\overrightarrow{v} = P \cdot R \cdot [0,1,0]$ et $\overrightarrow{w} = P \cdot R \cdot [0,0,1]$:

$$\overrightarrow{v} \begin{cases} \sin\left(\alpha\right)\cos\left(\omega_g\, t\right)\sin\left(\omega_r\, t\right) + \sin\left(\omega_g\, t\right)\cos\left(\omega_r\, t\right) \\ \cos\left(\omega_g\, t\right)\cos\left(\omega_r\, t\right) - \sin\left(\alpha\right)\sin\left(\omega_g\, t\right)\sin\left(\omega_r\, t\right) \\ \cos\left(\alpha\right)\sin\left(\omega_r\, t\right) \end{cases}$$

$$\vec{w}\begin{cases}\sin(\alpha)\cos\left(\omega_g\, t\right)\cos(\omega_r\, t)-\sin\left(\omega_g\, t\right)\sin(\omega_r\, t)\\ -\cos\left(\omega_g\, t\right)\sin(\omega_r\, t)-\sin(\alpha)\sin\left(\omega_g\, t\right)\cos(\omega_r\, t)\\ \cos(\alpha)\cos(\omega_r\, t)\end{cases}$$

D.1 Les trajectoires

Connaissant les coordonnées des pales dans le référentiel du laboratoire, nous pouvons calculer les positions et trajectoires de celles-ci en fonction du temps et des vitesses.

En effet,

$$\overrightarrow{OA}=R\,\vec{u}$$

Soit,

$$\overrightarrow{OA}\begin{cases}\cos(\alpha)\cos\left(\omega_g\, t\right)R\\ -\cos(\alpha)\sin\left(\omega_g\, t\right)R\\ -\sin(\alpha)\,R\end{cases}$$

Et

$$\overrightarrow{AB}=L\,\vec{w}$$

Donc,

$$\overrightarrow{AB}\begin{cases}\left(\sin(\alpha)\cos\left(\omega_g\, t\right)\cos(\omega_r\, t)-\sin\left(\omega_g\, t\right)\sin(\omega_r\, t)\right)L\\ \left(-\cos\left(\omega_g\, t\right)\sin(\omega_r\, t)-\sin(\alpha)\sin\left(\omega_g\, t\right)\cos(\omega_r\, t)\right)L\\ \cos(\alpha)\cos(\omega_r\, t)\,L\end{cases}$$

Or,

$$\overrightarrow{OB}=\overrightarrow{OA}+\overrightarrow{AB}$$

Donc,

$$\overrightarrow{OB}\begin{cases}\cos(\alpha)\cos\left(\omega_g\, t\right)R+\left(\sin(\alpha)\cos\left(\omega_g\, t\right)\cos(\omega_r\, t)-\sin\left(\omega_g\, t\right)\sin(\omega_r\, t)\right)L\\ \left(-\cos\left(\omega_g\, t\right)\sin(\omega_r\, t)-\sin(\alpha)\sin\left(\omega_g\, t\right)\cos(\omega_r\, t)\right)L-\cos(\alpha)\sin\left(\omega_g\, t\right)R\\ \cos(\alpha)\cos(\omega_r\, t)\,L-\sin(\alpha)\,R\end{cases}$$

Les coordonnées de $\overrightarrow{BC}$ et $\overrightarrow{BD}$ dans le repère $(\vec{u},\vec{v},\vec{w})$

$$\overrightarrow{BC}\begin{cases}R\sin(\beta)\\ -R\cos(\beta)\\ -R\tan(\gamma)\end{cases}$$

$$\overrightarrow{BD}\begin{cases}-R\sin(\beta)\\ R\cos(\beta)\\ -R\tan(\delta)\end{cases}$$

Ensuite les coordonnées de $\overrightarrow{BC}$ et $\overrightarrow{BD}$ dans le repère $(\vec{x},\vec{y},\vec{z})$

$$\overrightarrow{BC}\begin{cases} r\Big(-\big(\sin(\alpha)\cos\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)-\sin\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)\big)\tan\big(\gamma\big) \\ \quad -\cos\big(\beta\big)\big(\sin(\alpha)\cos\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)+\sin\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)\big) \\ \quad +\cos(\alpha)\sin\big(\beta\big)\cos\big(\omega_g\,t\big)\Big) \\ r\Big(-\big(-\cos\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)-\sin(\alpha)\sin\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)\big)\tan\big(\gamma\big) \\ \quad -\cos\big(\beta\big)\big(\cos\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)-\sin(\alpha)\sin\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)\big) \\ \quad -\cos(\alpha)\sin\big(\beta\big)\sin\big(\omega_g\,t\big)\Big) \\ r\Big(-\cos(\alpha)\cos(\omega_r\,t)\tan\big(\gamma\big)-\cos(\alpha)\cos\big(\beta\big)\sin(\omega_r\,t)-\sin(\alpha)\sin\big(\beta\big)\Big) \end{cases}$$

$$\overrightarrow{BD}\begin{cases} r\Big(-\tan(\delta)\big(\sin(\alpha)\cos\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)-\sin\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)\big) \\ \quad +\cos\big(\beta\big)\big(\sin(\alpha)\cos\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)+\sin\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)\big) \\ \quad -\cos(\alpha)\sin\big(\beta\big)\cos\big(\omega_g\,t\big)\Big) \\ r\Big(\cos\big(\beta\big)\big(\cos\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)-\sin(\alpha)\sin\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)\big) \\ \quad -\tan(\delta)\big(-\cos\big(\omega_g\,t\big)\sin(\omega_r\,t)-\sin(\alpha)\sin\big(\omega_g\,t\big)\cos(\omega_r\,t)\big) \\ \quad +\cos(\alpha)\sin\big(\beta\big)\sin\big(\omega_g\,t\big)\Big) \\ r\Big(\cos(\alpha)\cos\big(\beta\big)\sin(\omega_r\,t)-\cos(\alpha)\tan(\delta)\cos(\omega_r\,t)+\sin(\alpha)\sin\big(\beta\big)\Big) \end{cases}$$

Or,

$$\overrightarrow{OC}=\overrightarrow{OA}+\overrightarrow{AB}+\overrightarrow{BC}$$

Donc,

$$\overrightarrow{OC}\begin{cases} r\Big(-\big(\sin(\alpha)\cos\big(t\,\omega_g\big)\cos(t\,\omega_r)-\sin\big(t\,\omega_g\big)\sin(t\,\omega_r)\big)\tan\big(\gamma\big) \\ \quad -\cos\big(\beta\big)\big(\sin(\alpha)\cos\big(t\,\omega_g\big)\sin(t\,\omega_r)+\sin\big(t\,\omega_g\big)\cos(t\,\omega_r)\big) \\ \quad +\cos(\alpha)\sin\big(\beta\big)\cos\big(t\,\omega_g\big)\Big)+\cos(\alpha)\cos\big(t\,\omega_g\big)\,R \\ \quad +\Big(\sin(\alpha)\cos\big(t\,\omega_g\big)\cos(t\,\omega_r)-\sin\big(t\,\omega_g\big)\sin(t\,\omega_r)\Big)\,L \\ r\Big(-\big(-\cos\big(t\,\omega_g\big)\sin(t\,\omega_r)-\sin(\alpha)\sin\big(t\,\omega_g\big)\cos(t\,\omega_r)\big)\tan\big(\gamma\big) \\ \quad -\cos\big(\beta\big)\big(\cos\big(t\,\omega_g\big)\cos(t\,\omega_r)-\sin(\alpha)\sin\big(t\,\omega_g\big)\sin(t\,\omega_r)\big) \\ \quad -\cos(\alpha)\sin\big(\beta\big)\sin\big(t\,\omega_g\big)\Big)-\cos(\alpha)\sin\big(t\,\omega_g\big)\,R \\ \quad +\Big(-\cos\big(t\,\omega_g\big)\sin(t\,\omega_r)-\sin(\alpha)\sin\big(t\,\omega_g\big)\cos(t\,\omega_r)\Big)\,L \\ r\Big(-\cos(\alpha)\cos(t\,\omega_r)\tan\big(\gamma\big)-\cos(\alpha)\cos\big(\beta\big)\sin(t\,\omega_r)-\sin(\alpha)\sin\big(\beta\big)\Big) \\ \quad -\sin(\alpha)\,R+\cos(\alpha)\cos(t\,\omega_r)\,L \end{cases}$$

De même,

$$\overrightarrow{OD}\begin{cases}
\cos(\alpha)\cos(\omega_g t)\,R+\Big(\sin(\alpha)\cos(\omega_g t)\cos(\omega_r t)-\sin(\omega_g t)\sin(\omega_r t)\Big)\,L\\
\quad+r\Big(-\tan(\delta)\left(\sin(\alpha)\cos(\omega_g t)\cos(\omega_r t)-\sin(\omega_g t)\sin(\omega_r t)\right)\\
\quad+\cos(\beta)\left(\sin(\alpha)\cos(\omega_g t)\sin(\omega_r t)+\sin(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\right)\\
\quad-\cos(\alpha)\sin(\beta)\cos(\omega_g t)\Big)\\
-\cos(\alpha)\sin(\omega_g t)\,R+\Big(-\cos(\omega_g t)\sin(\omega_r t)-\sin(\alpha)\sin(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\Big)\,L\\
\quad+r\Big(\cos(\beta)\left(\cos(\omega_g t)\cos(\omega_r t)-\sin(\alpha)\sin(\omega_g t)\sin(\omega_r t)\right)\\
\quad-\tan(\delta)\left(-\cos(\omega_g t)\sin(\omega_r t)-\sin(\alpha)\sin(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\right)\\
\quad+\cos(\alpha)\sin(\beta)\sin(\omega_g t)\Big)\\
r\Big(\cos(\alpha)\cos(\beta)\sin(\omega_r t)-\cos(\alpha)\tan(\delta)\cos(\omega_r t)+\sin(\alpha)\sin(\beta)\Big)\\
\quad-\sin(\alpha)\,R+\cos(\alpha)\cos(\omega_r t)\,L
\end{cases}$$

D.2 Les vitesses

Connaissant la trajectoire de bout de pale, nous pouvons calculer les vitesses de la pale $\dot{\overrightarrow{OB}}$ représentées figure 3.4 page 72.

$$\dot{\overrightarrow{OB}}\begin{cases}
\Big(-\sin(\alpha)\,\omega_r\cos(\omega_g t)\sin(\omega_r t)-\omega_g\cos(\omega_g t)\sin(\omega_r t)-\omega_r\sin(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\\
\quad-\sin(\alpha)\,\omega_g\sin(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\Big)\,L-\cos(\alpha)\,\omega_g\sin(\omega_g t)\,R\\
\Big(\sin(\alpha)\,\omega_r\sin(\omega_g t)\sin(\omega_r t)+\omega_g\sin(\omega_g t)\sin(\omega_r t)-\omega_r\cos(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\\
\quad-\sin(\alpha)\,\omega_g\cos(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\Big)\,L-\cos(\alpha)\,\omega_g\cos(\omega_g t)\,R\\
-\cos(\alpha)\,\omega_r\sin(\omega_r t)\,L
\end{cases}$$

Ensuite $\overrightarrow{n}$ le vecteur normal à la trajectoire où $\overrightarrow{n}=-\cos(\beta)\,\overrightarrow{u}+\sin(\beta)\,\overrightarrow{v}$:

$$\overrightarrow{n}\begin{cases}
-\sin(\beta)\Big(\sin(\alpha)\cos(\omega_g t)\sin(\omega_r t)+\sin(\omega_g t)\cos(\omega_r t)\Big)-\cos(\alpha)\cos(\beta)\cos(\omega_g t)\\
\cos(\alpha)\cos(\beta)\sin(\omega_g t)-\sin(\beta)\Big(\cos(\omega_g t)\cos(\omega_r t)-\sin(\alpha)\sin(\omega_g t)\sin(\omega_r t)\Big)\\
\sin(\alpha)\cos(\beta)-\cos(\alpha)\sin(\beta)\sin(\omega_r t)
\end{cases}$$

On obtient la valeur de la vitesse normale $v_n=\dot{\overrightarrow{OB}}\cdot\overrightarrow{n}$:

$$\begin{aligned}
v_n=&\cos(\alpha)\sin(\beta)\,\omega_g\cos(\omega_r t)\,R\\
&+\Big(\cos(\alpha)\cos(\beta)\,\omega_g\sin(\omega_r t)+\sin(\beta)\,\omega_r+\sin(\alpha)\sin(\beta)\,\omega_g\Big)\,L
\end{aligned}$$

Nous pouvons alors représenter la vitesse normale figure D.2.

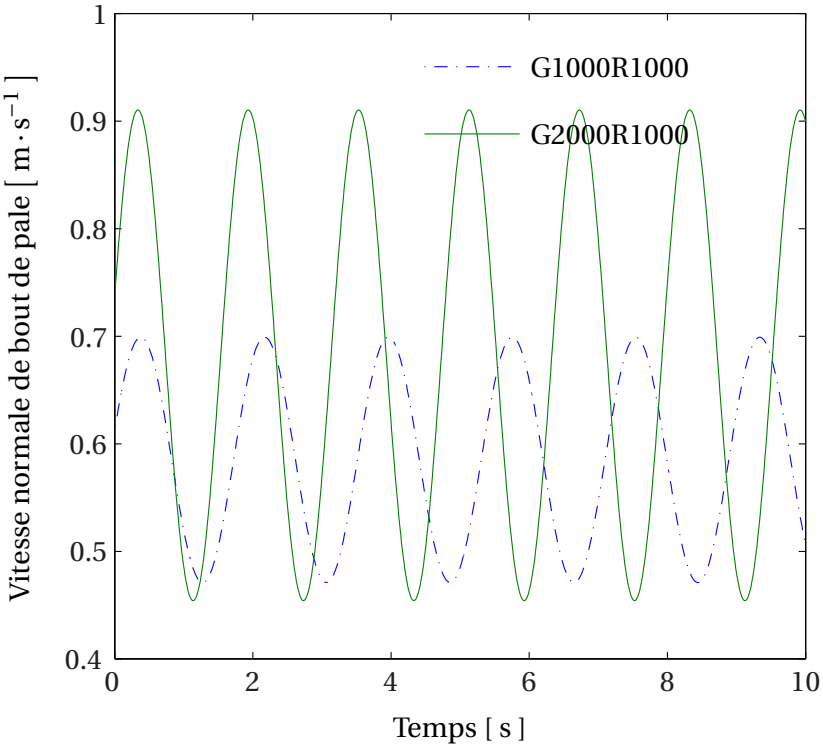


FIG. D.2: Exemple de vitesse normale de bout de pale pour des couples de vitesses moteurs (N_{M_G}, N_{M_R}) de (1000,1000) et (2000,1000) [tr · min^{-1}]

Puis la norme du vecteur de la vitesse tangentielle $\overrightarrow{v_t} = \dot{\overrightarrow{OB}} - v_n \cdot \overrightarrow{n}$ représentée figure D.3 :

$$
\begin{aligned}
v_t = \Big(& \Big(\Big(\cos(\alpha)^2 - \cos(\alpha)^2 \cos(\beta)^2 \Big) {\omega_g}^2 \sin(\omega_r t)^2 + \cos(\alpha)^2 \cos(\beta)^2 {\omega_g}^2 \Big) R^2 \\
& + \Big(\Big(2\cos(\alpha) \cos(\beta)^2 \omega_g \omega_r + 2\cos(\alpha) \sin(\alpha) \cos(\beta)^2 {\omega_g}^2 \Big) \cos(\omega_r t) \\
& - 2\cos(\alpha)^2 \cos(\beta) \sin(\beta) {\omega_g}^2 \cos(\omega_r t) \sin(\omega_r t) \Big) L R \\
& + \Big(\Big(\cos(\alpha)^2 - \cos(\alpha)^2 \cos(\beta)^2 \Big) {\omega_g}^2 \sin(\omega_r t)^2 + \Big(-2\cos(\alpha) \cos(\beta) \sin(\beta) \omega_g \omega_r \\
& - 2\cos(\alpha) \sin(\alpha) \cos(\beta) \sin(\beta) {\omega_g}^2 \Big) \sin(\omega_r t) + \cos(\beta)^2 {\omega_r}^2 \\
& + 2\sin(\alpha) \cos(\beta)^2 \omega_g \omega_r + \big(1 - \cos(\alpha)^2 \big) \cos(\beta)^2 {\omega_g}^2 \Big) L^2 \Big)^{0,5}
\end{aligned}
$$

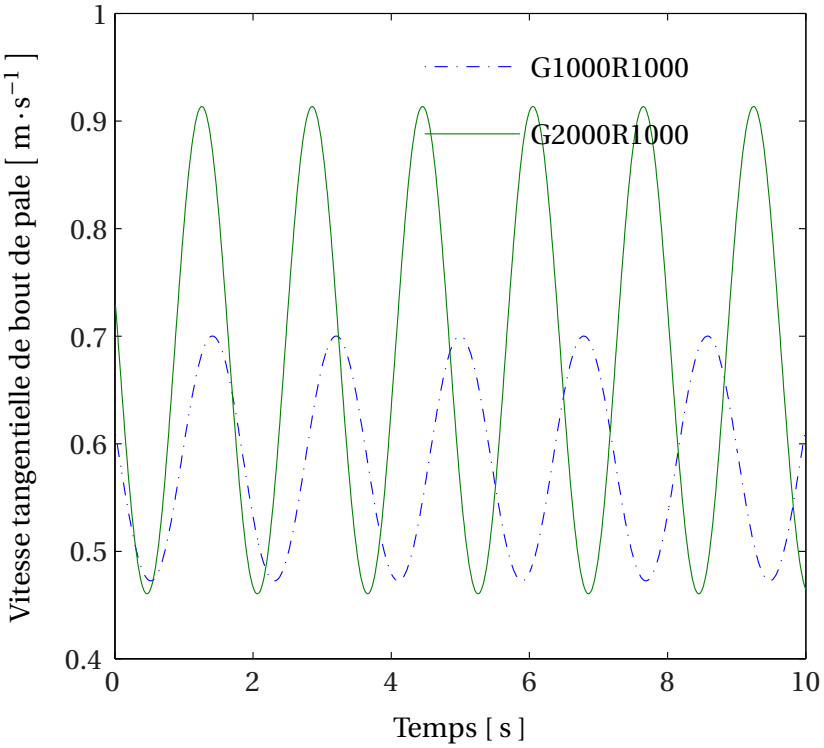


FIG. D.3: Exemple de vitesse tangentielle de bout de pale pour des couples de vitesses moteurs (N_{M_G}, N_{M_R}) de (1000,1000) et (2000,1000) [tr·min^{-1}]

Annexe E

Les cinétiques de mélange

E.1 Les mélanges couscous/semoule

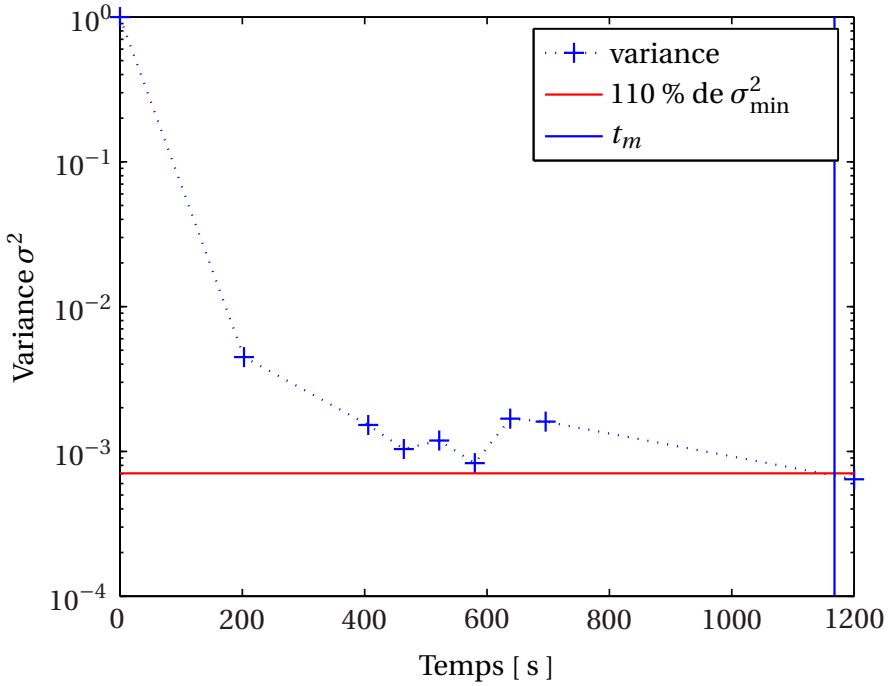


Fig. E.1: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 300\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

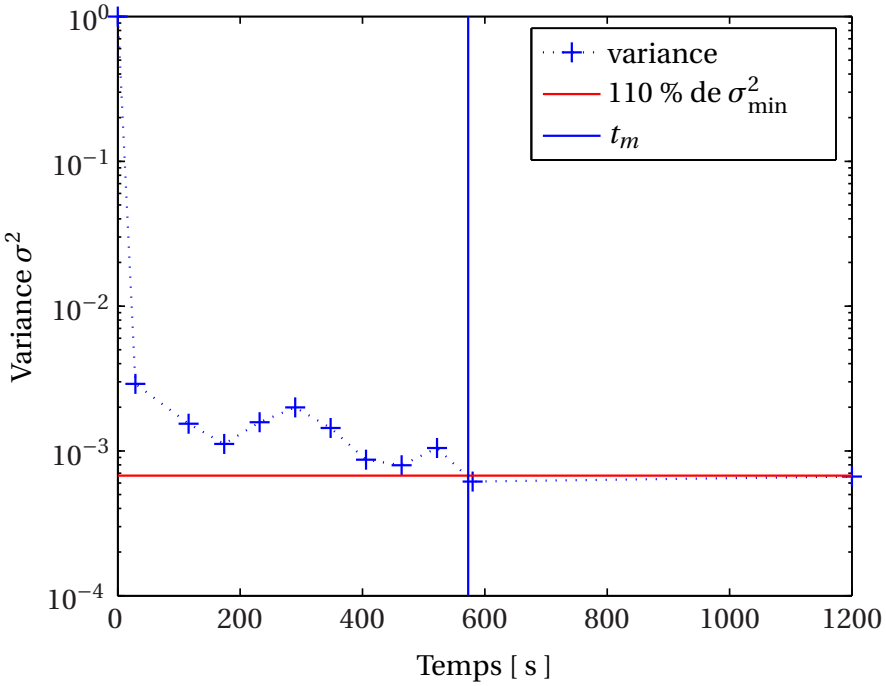


FIG. E.2: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 900\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

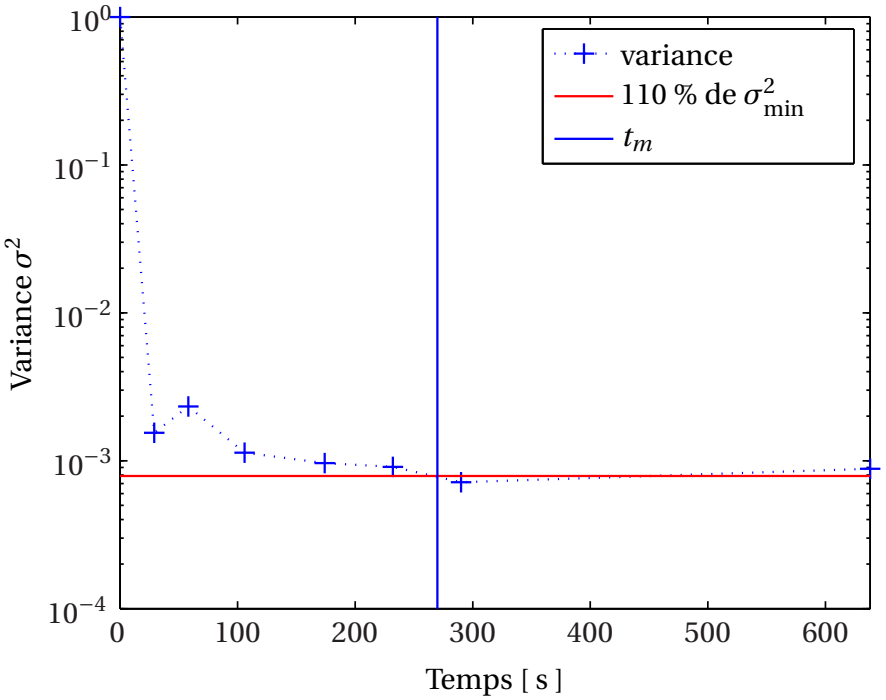


FIG. E.3: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

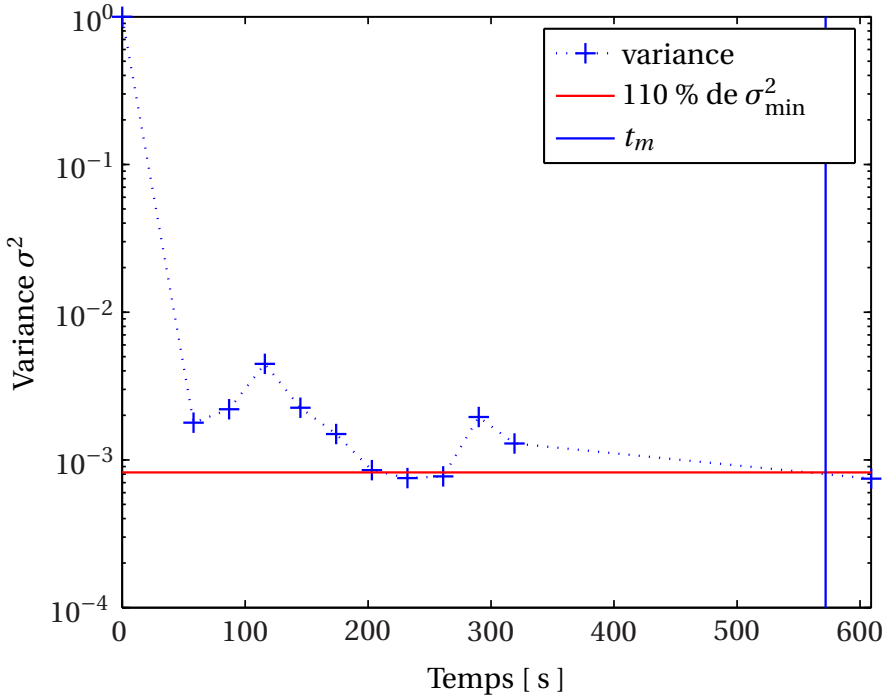


FIG. E.4: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{\text{M}_\text{G}} = 300\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{\text{M}_\text{R}} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

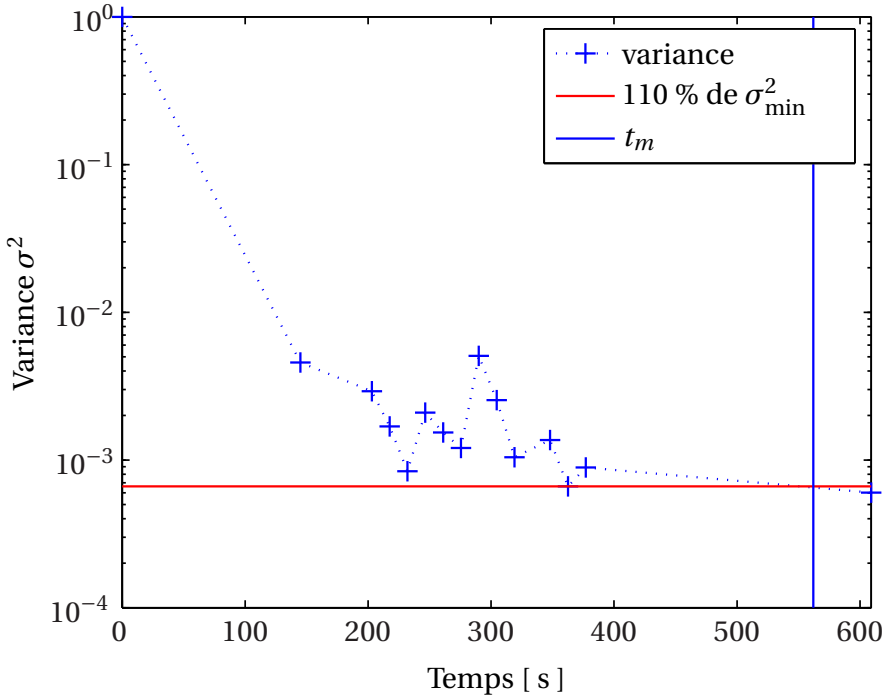


FIG. E.5: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{\text{M}_\text{G}} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{\text{M}_\text{R}} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

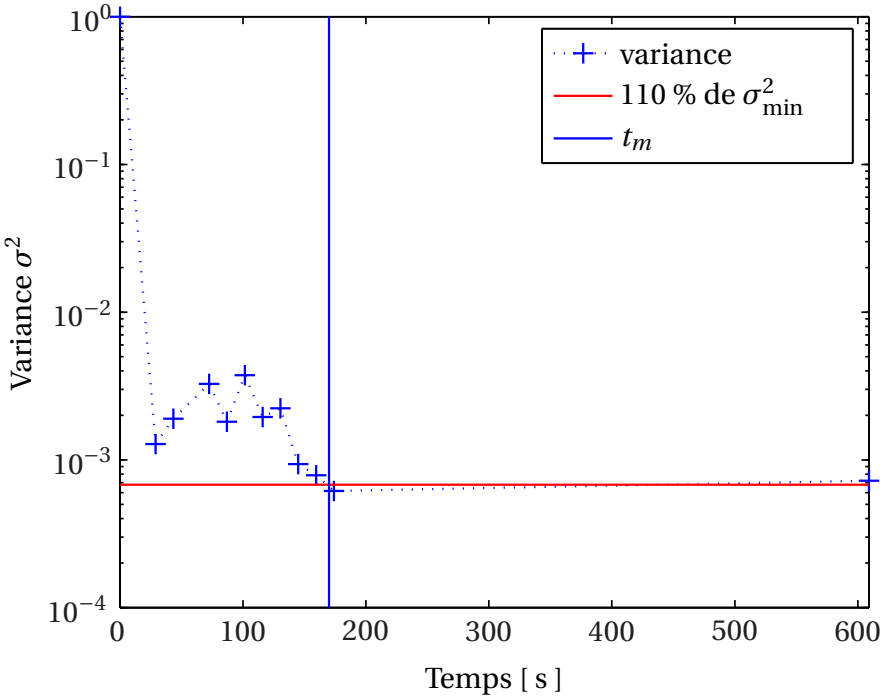


FIG. E.6: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

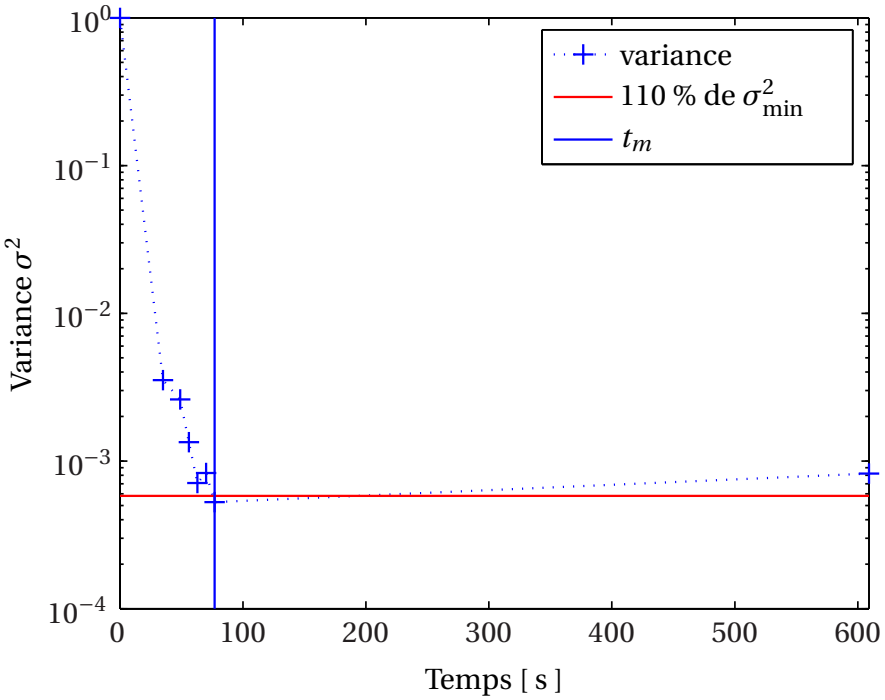


FIG. E.7: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

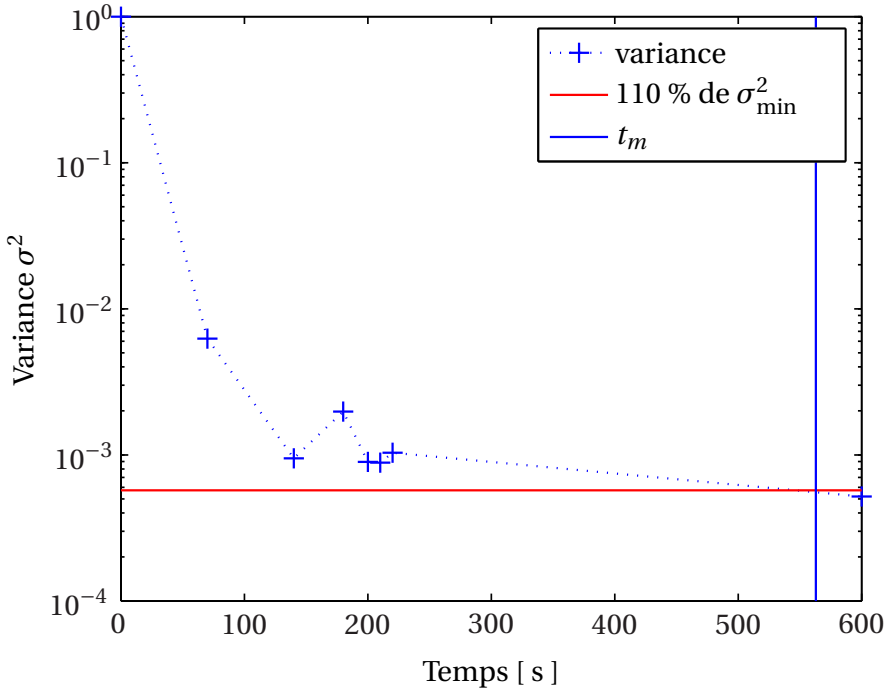


FIG. E.8: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 900\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 225\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

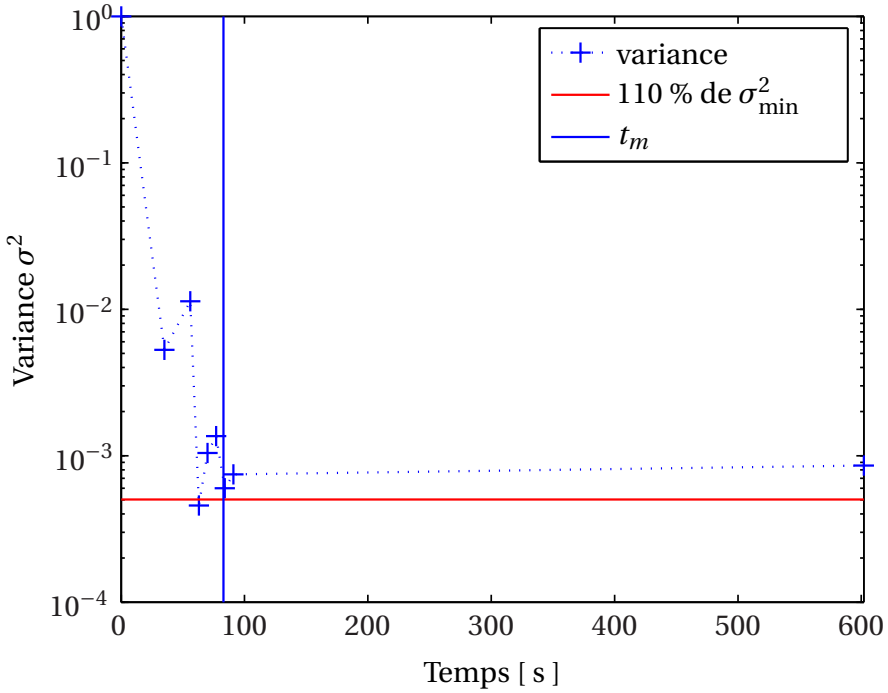


FIG. E.9: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

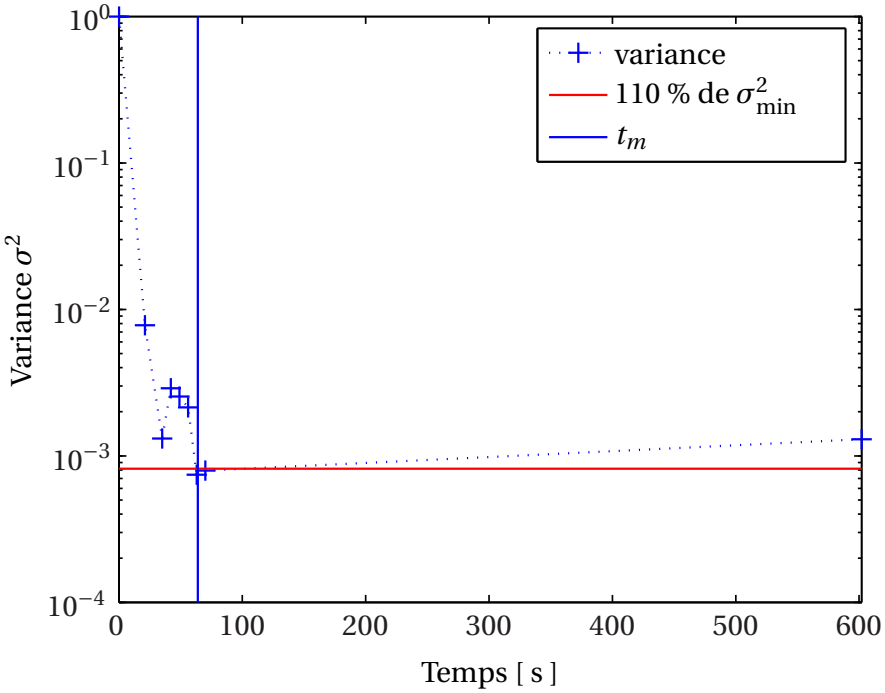


FIG. E.10: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

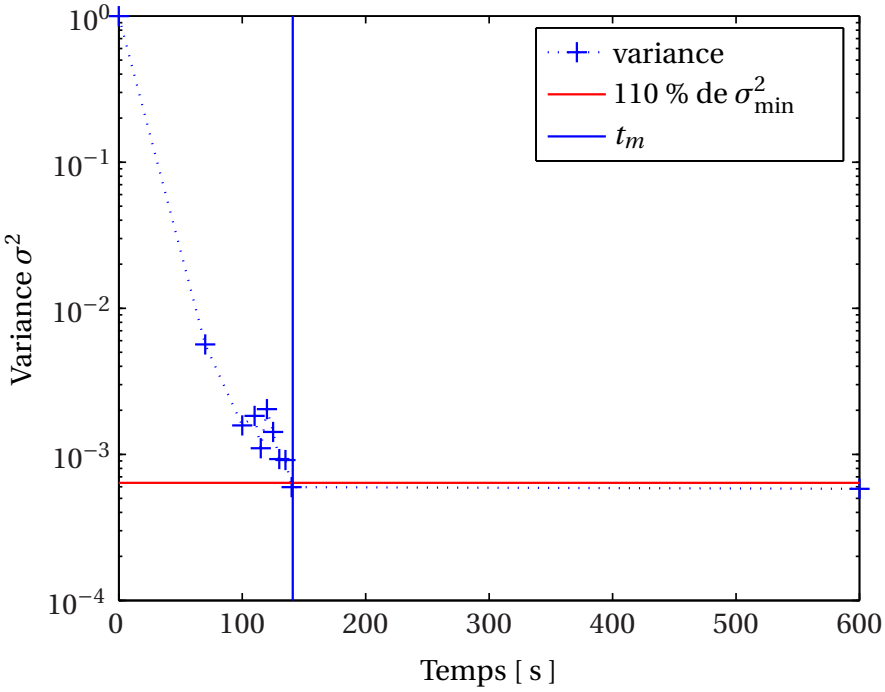


FIG. E.11: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{M_G} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 450\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

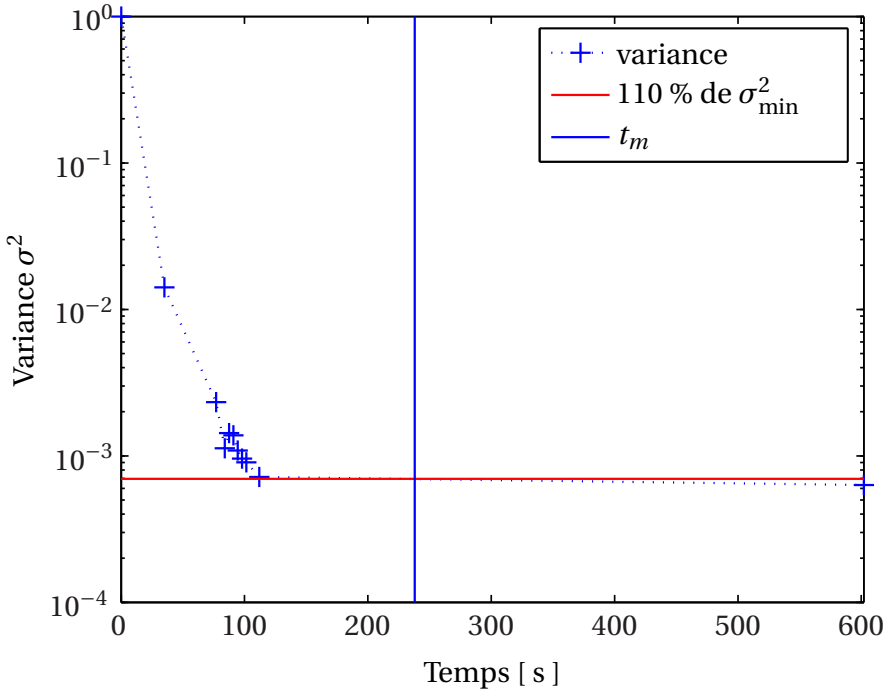


FIG. E.12: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{\text{M}_\text{G}} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{\text{M}_\text{R}} = 225\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

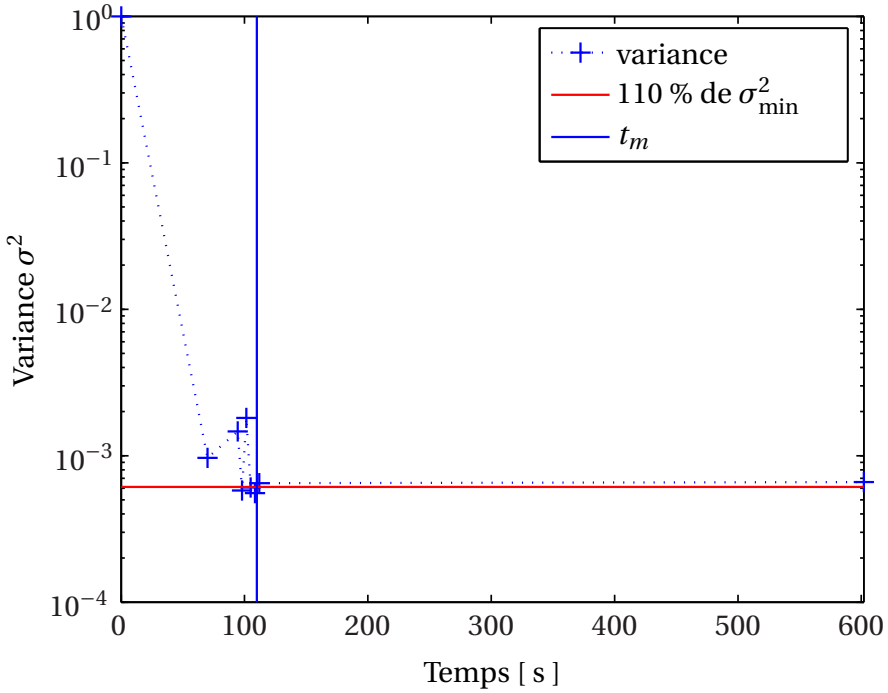


FIG. E.13: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{\text{M}_\text{G}} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{\text{M}_\text{R}} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

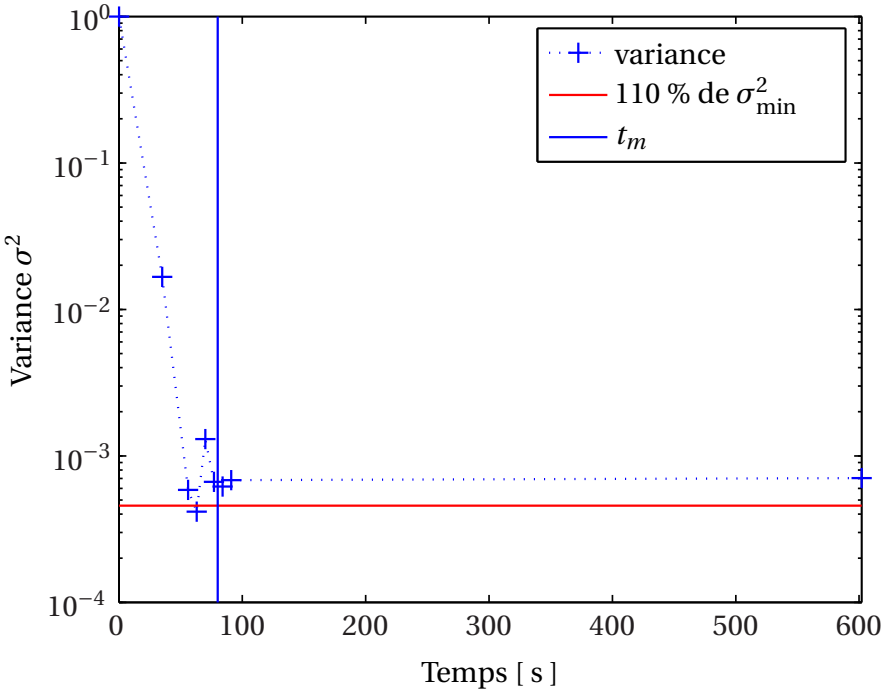


FIG. E.14: Cinétique pour un mélange couscous/semoule:
$N_{\text{M}_\text{G}} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{\text{M}_\text{R}} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

E.2 Les mélanges couscous/lactose

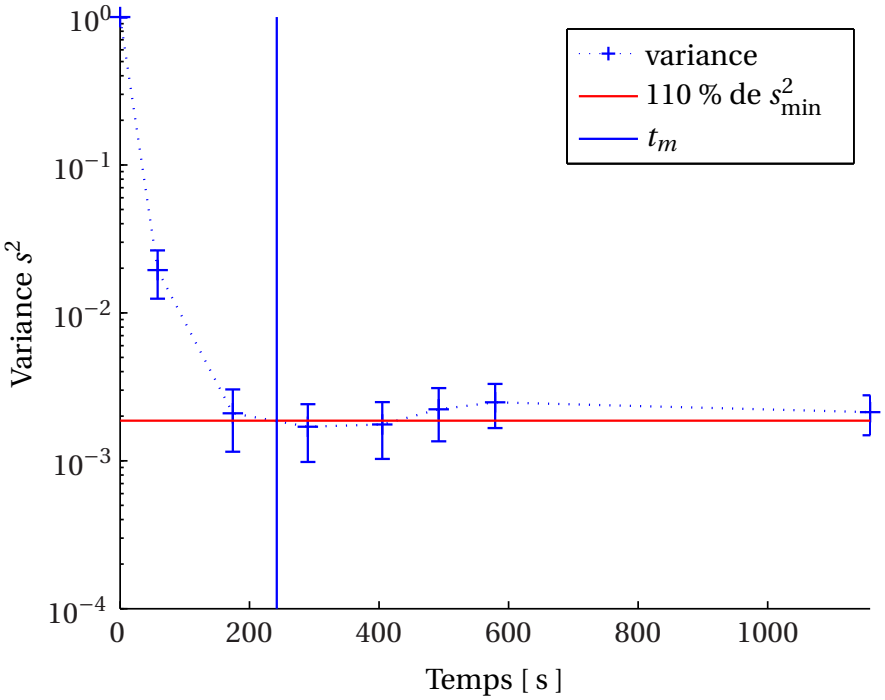


FIG. E.15: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{\text{M}_\text{G}} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{\text{M}_\text{R}} = 300\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

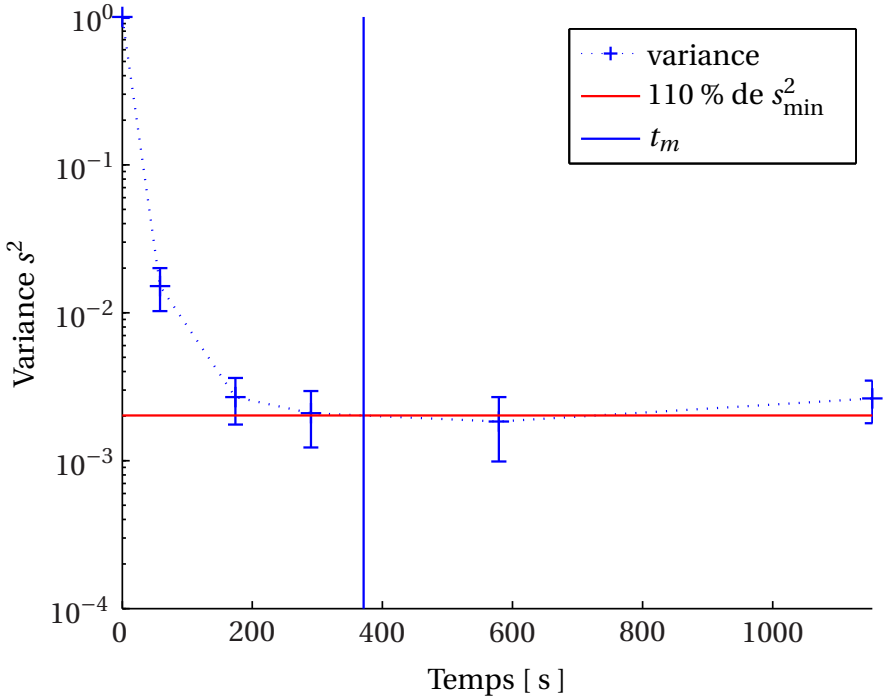


FIG. E.16: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 900\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

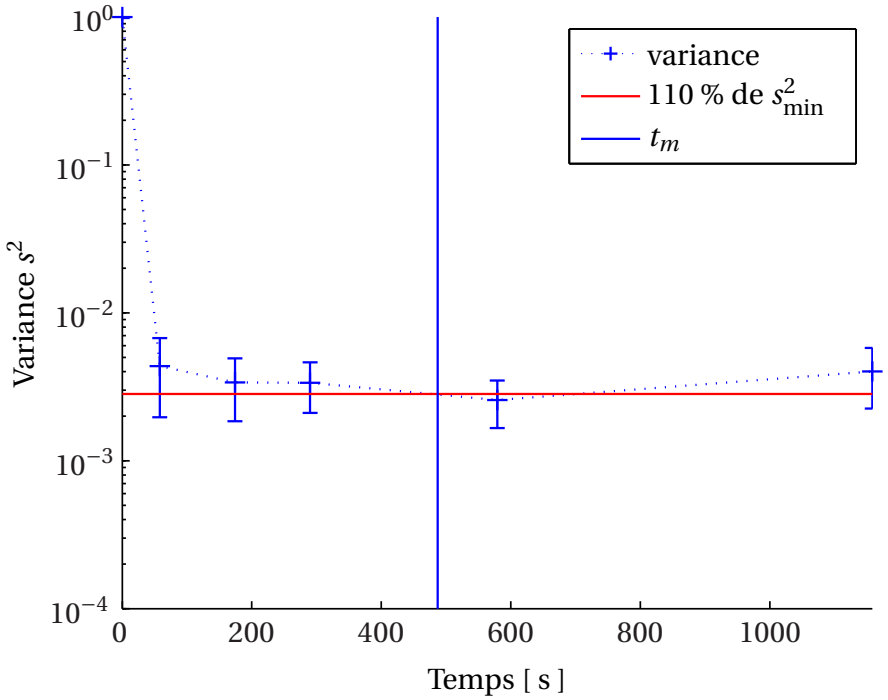


FIG. E.17: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

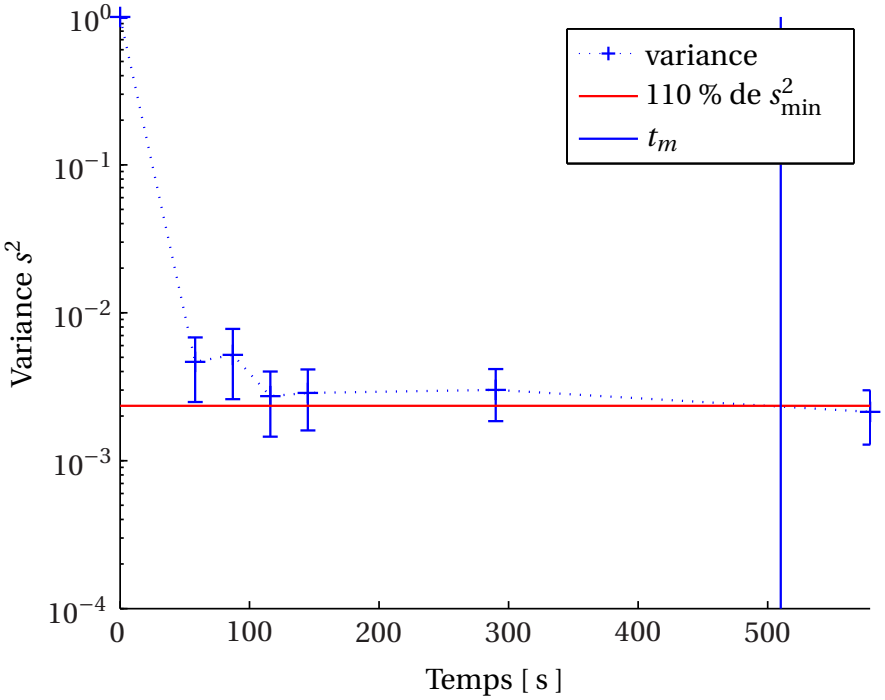


FIG. E.18: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 300\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

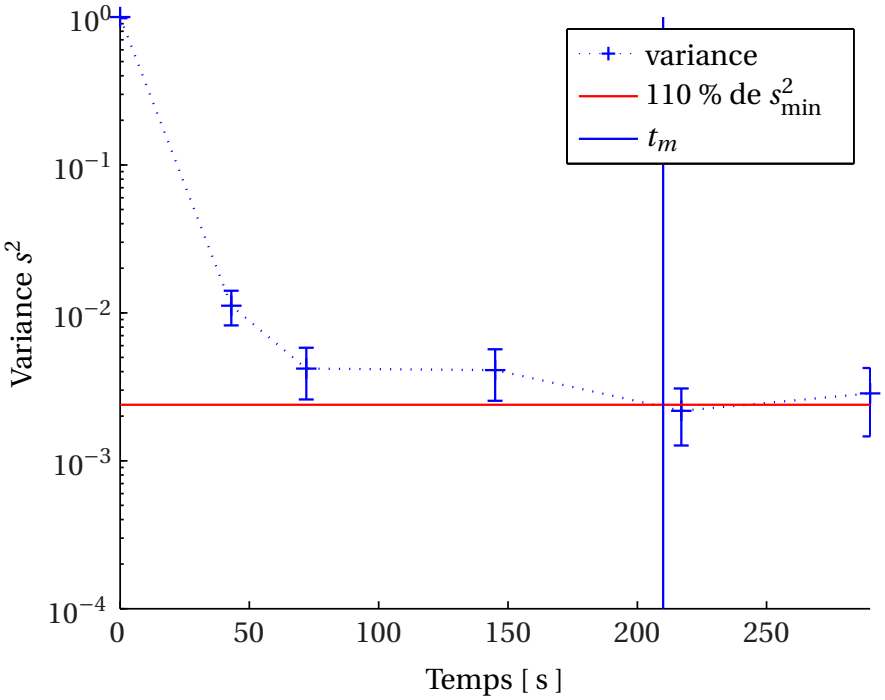


FIG. E.19: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 150\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

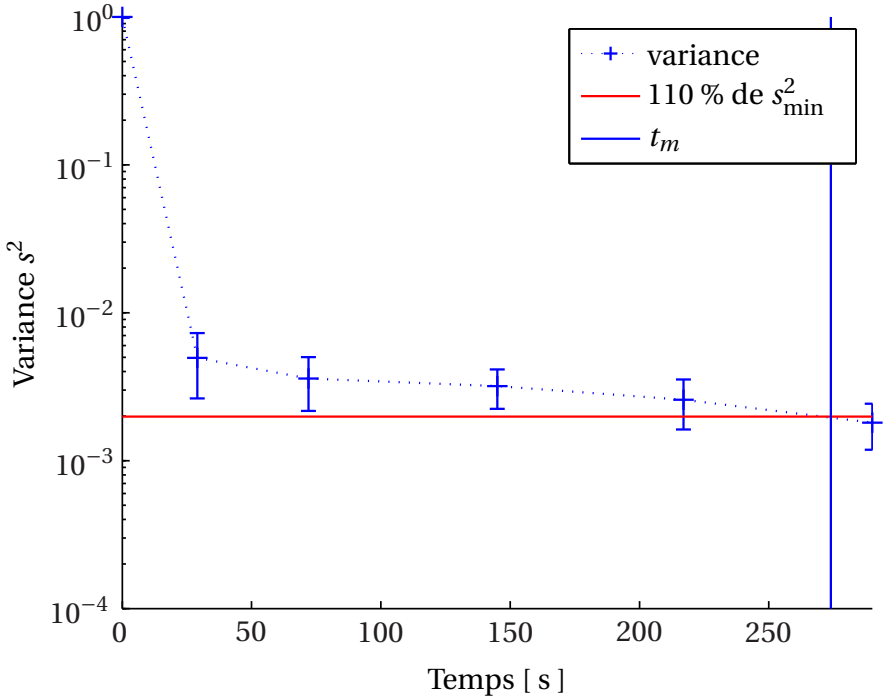


FIG. E.20: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

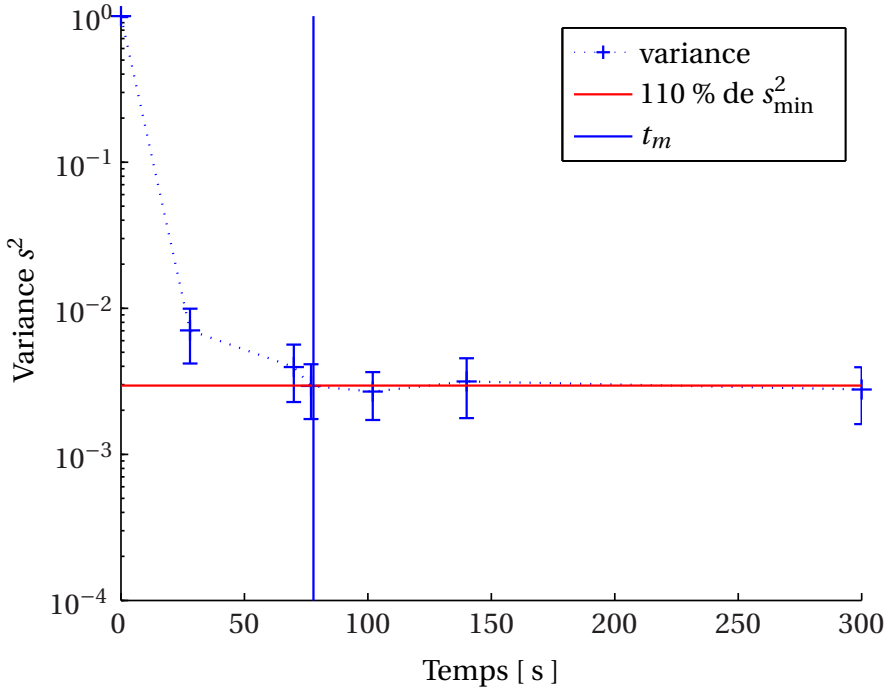


FIG. E.21: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

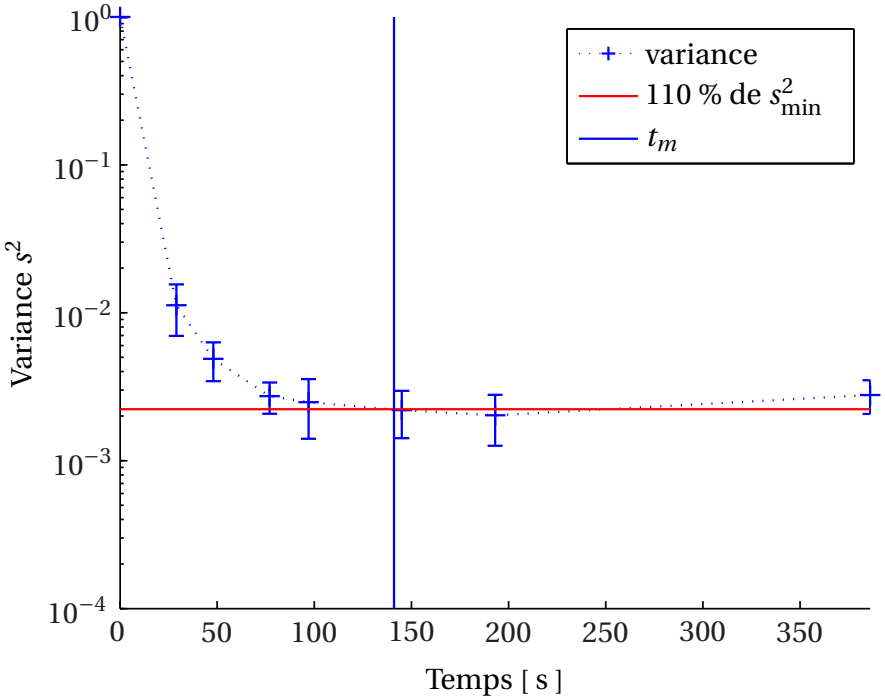


FIG. E.22: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 900\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 225\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

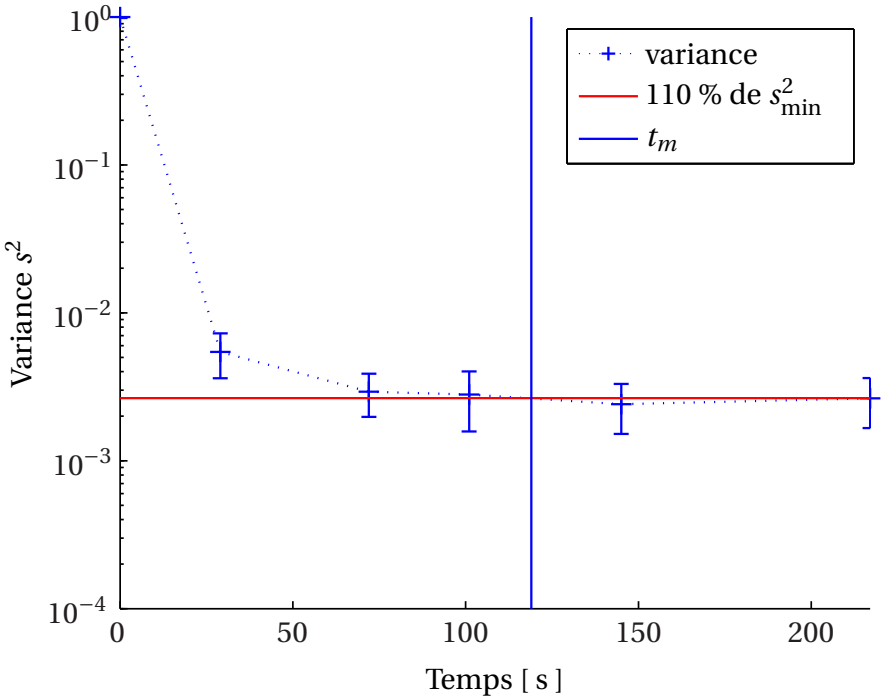


FIG. E.23: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

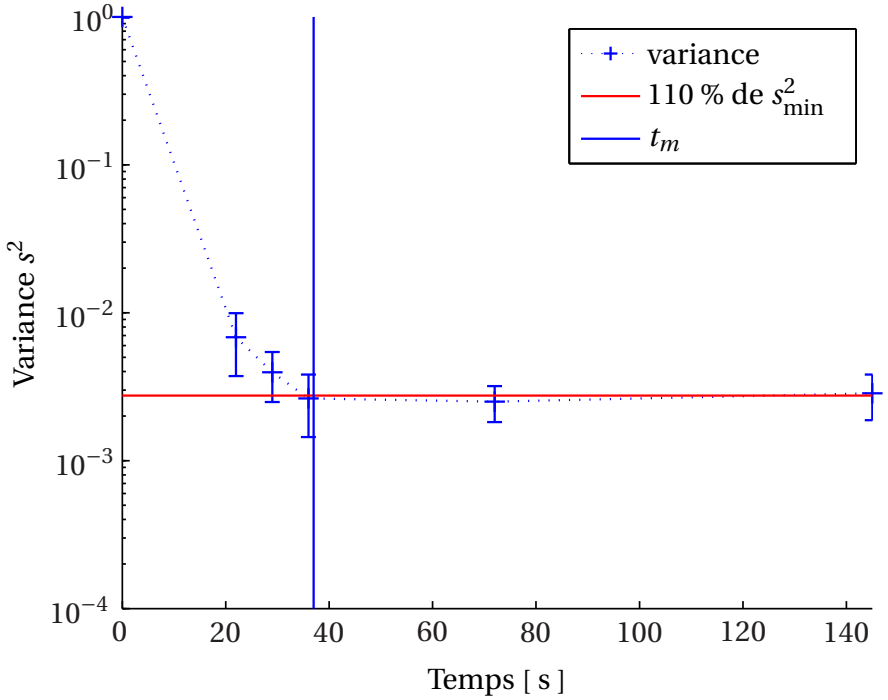


FIG. E.24: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 1200\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

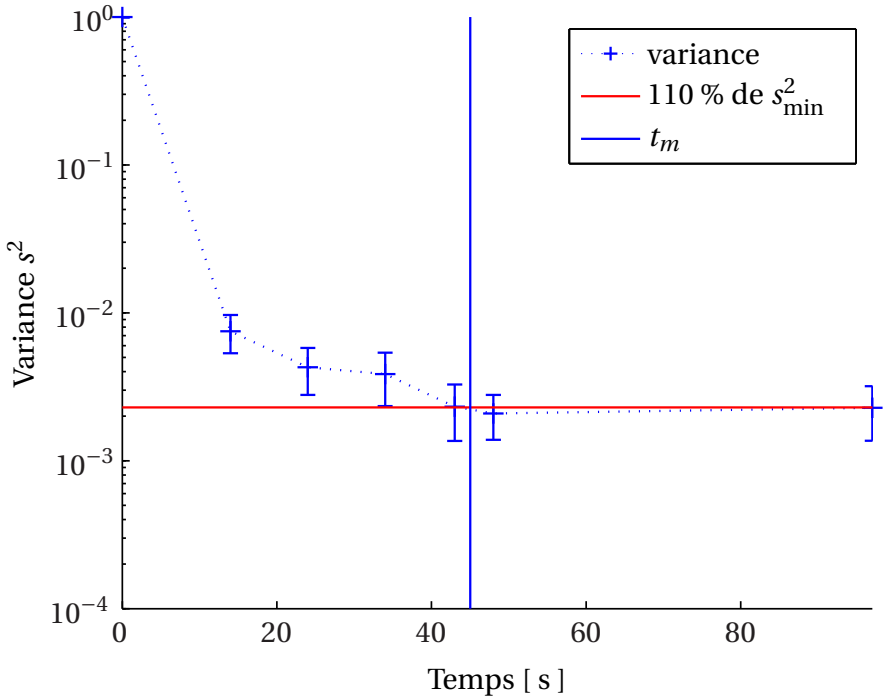


FIG. E.25: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 450\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

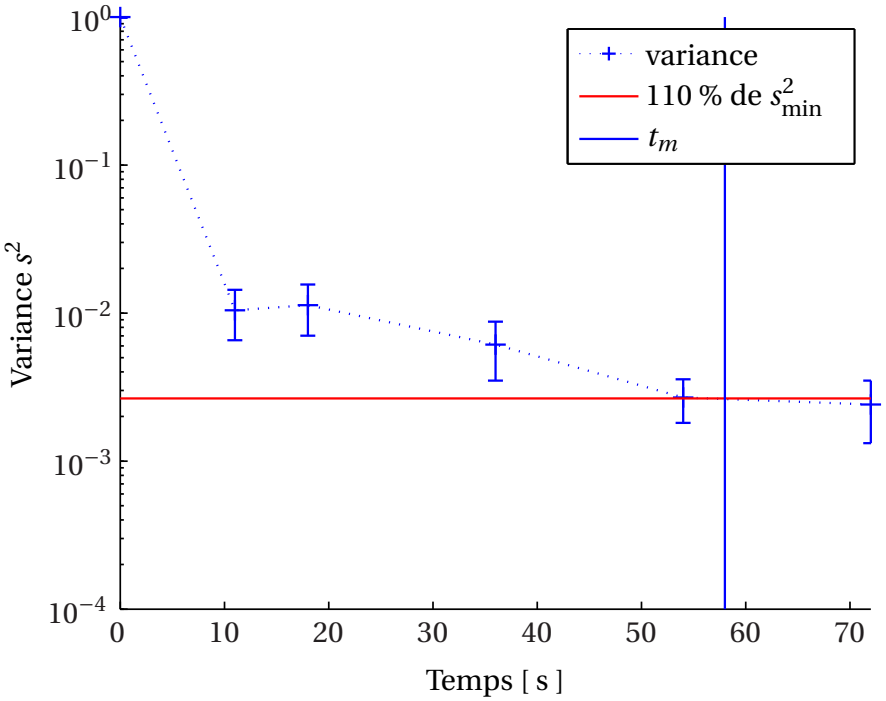


FIG. E.26: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 225\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

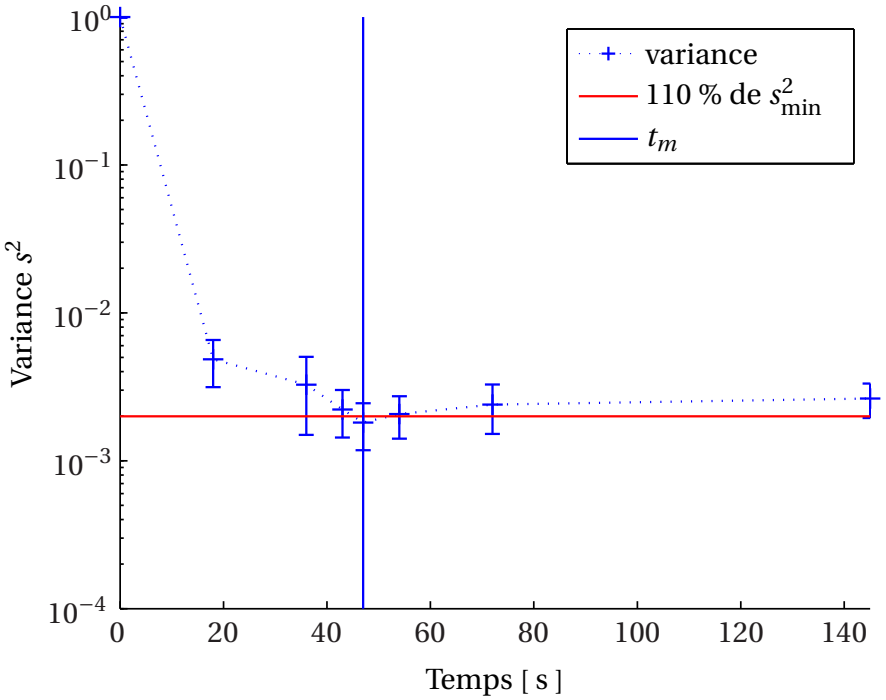


FIG. E.27: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{M_G} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{M_R} = 600\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

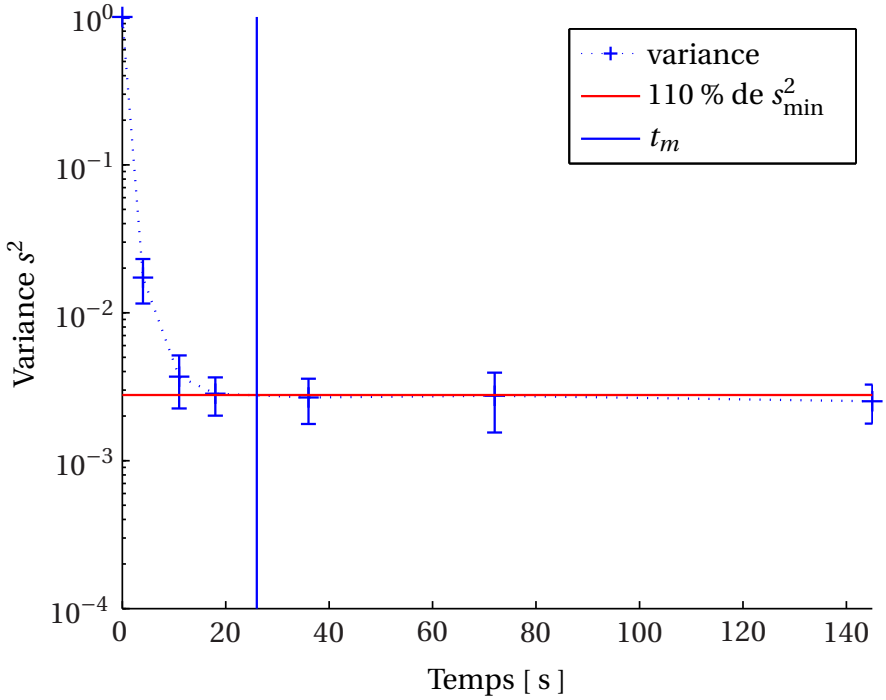


FIG. E.28: Cinétique pour un mélange couscous/lactose:
$N_{\text{M}_\text{G}} = 2400\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$ et $N_{\text{M}_\text{R}} = 1800\,\text{tr}\cdot\text{min}^{-1}$

Caractérisation de l'homogénéité de mélange de poudres et de l'agitation en mélangeur Triaxe®

Résumé :

Afin de caractériser l'agitation et le mélange en mélangeur Triaxe® nous avons mis au point un logiciel capable de piloter le mélangeur, de suivre les conditions opératoires — vitesses d'agitation et couples développés par les moteurs — et d'analyser la qualité du mélange obtenu en temps réel.

Le suivi des couples développés par les moteurs lors du mélange a permis d'identifier les régimes d'écoulements présents dans ce type de mélangeur.

La mise en œuvre et la validation de la méthode d'analyse d'image pour mesurer la qualité du mélange ont permis de suivre l'évolution cinétique de mélanges binaires de deux poudres à écoulement libre — couscous/semoule — et d'une poudre à écoulement et d'une poudre cohésive — couscous/lactose.

Cette étude a permis de caractériser ce nouvel équipement de mélange, de définir les protocoles opératoires à utiliser en fonction des propriétés des poudres afin d'obtenir un mélange efficace à la fois en terme de temps de mélange court et de puissance consommée faible. Des corrélations basées sur des nombres adimensionnels ainsi qu'une corrélation liant le temps de mélange et les vitesses d'agitation ont été déterminées.

Mots-clés : *agitation, mélange, homogénéité, analyse d'image, triaxe, poudre*

Characterisation of agitation and homogeneity of powder mixtures in a Triaxe®

Abstract:

In order to characterize agitation and mixing in the Triaxe® mixer, we developed a software which is able to control the mixer, to follow the operating conditions (stirring velocities and torque developed by the engines) and to analyze the quality of the mixture in real time.

The measurment of the torque developped by the engines at the time of the mixture made it possible to identify the modes of flows present in this type of mixer.

The implementation and the validation of the image analysis method to measure the quality of the mixture made it possible to follow the kinetic evolution of binary mixtures of two free flowing powders (couscous and semolina) and a free flowing powder and a cohesive powder (couscous and lactose).

This study allowed to characterize this new mixing equipment, to define the operational protocols to use, according to the properties of the powders, in order to obtain an effective mixture in term of short mixing time and low power consumption. Correlations based on adimensional numbers as well as a correlation linking time of mixture and the stirring velocities were given.

Keywords: *agitation, mixing, homogeneity, image analysis, triaxe, powder*

Centre de Recherche d'Albi en Génie des Procédés des Solides Divisés,
de l'Énergie et de l'Environnement, UMR CNRS 2392, École des Mines d'Albi-Carmaux
Campus Jarlard, 81 013 ALBI CT Cedex 09 – FRANCE.
Tél. : +33 (0)5 63 49 30 07 — Fax : +33 (0)5 63 49 30 25 — `http://www.enstimac.fr`