

# Caractérisation de l'homogénéité de mélanges de poudres et étude poussée de la cinétique de mélange dans un mélangeur innovant: le TRIAXE®



Jean-François DEMEYRE  
11 juin 2004



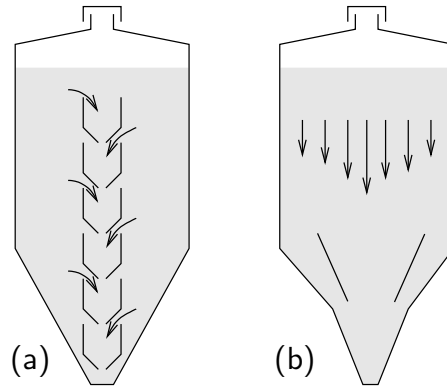
Bourse CIFRE - HOGNON SA

Encadrement: Cendrine GATUMEL & Henri BERTHIAUX

# Plan de l'exposé

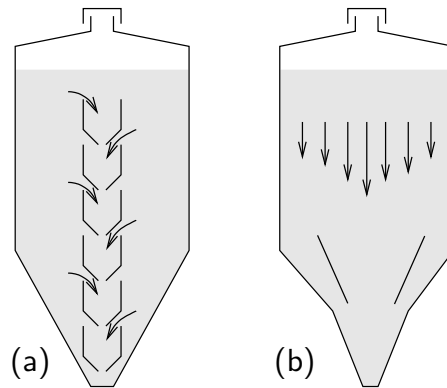
1. Les mélangeurs classiques
2. Le TRIAXE
3. Les objectifs de la thèse
4. Les aspects théoriques
5. Dispositif expérimental envisagé
6. Perspectives

# Les mélangeurs classiques

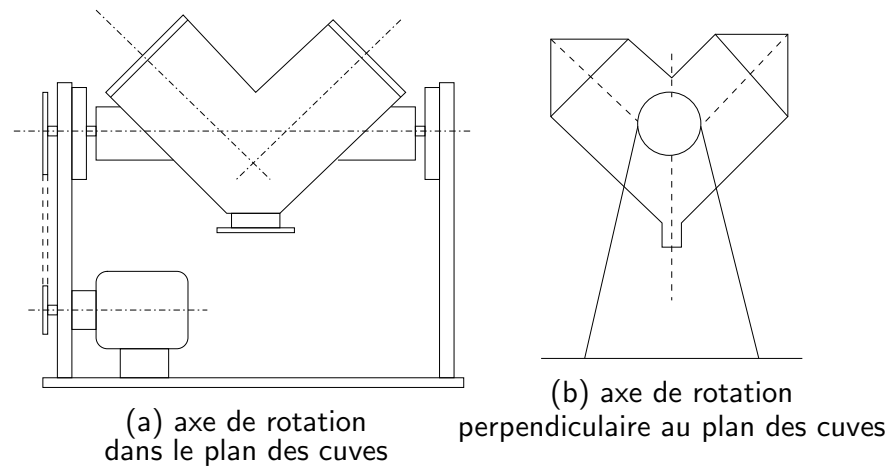


Silo-mélangeur : (a) plusieurs trémies internes, (b) une seule trémie interne

# Les mélangeurs classiques

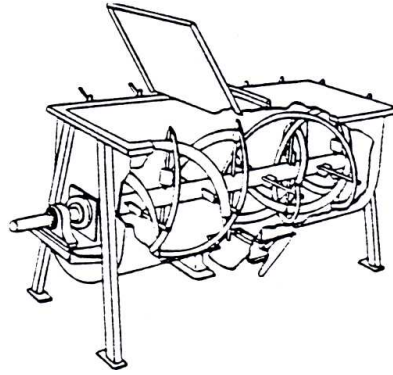


Silo-mélangeur : (a) plusieurs trémies internes, (b) une seule trémie interne



Quelques exemples de mélangeurs à cuves tournantes

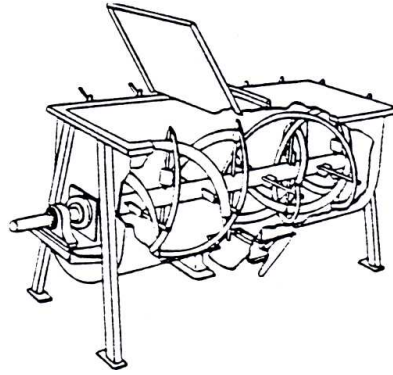
# Les mélangeurs classiques



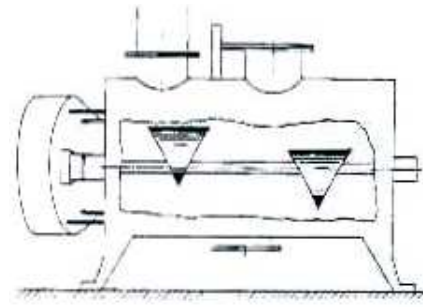
(a) mélangeur à rubans

Quelques exemples de mélangeurs convectifs.

# Les mélangeurs classiques



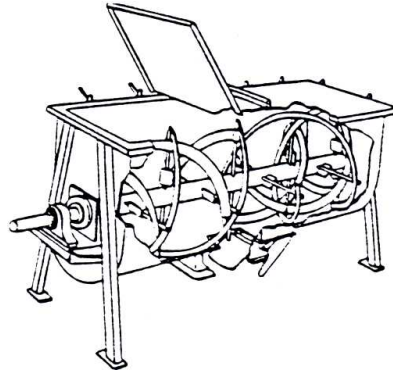
(a) mélangeur à rubans



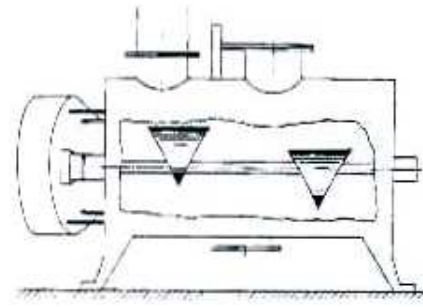
(b) mélangeur à socs

Quelques exemples de mélangeurs convectifs.

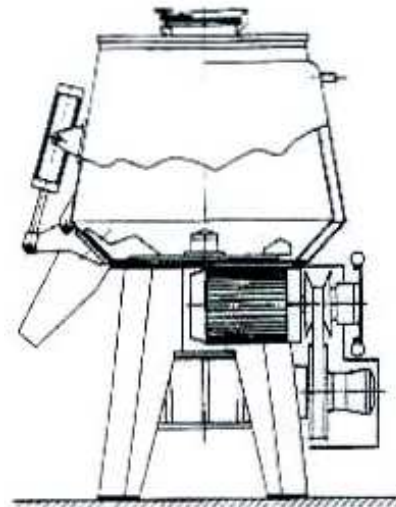
# Les mélangeurs classiques



(a) mélangeur à rubans



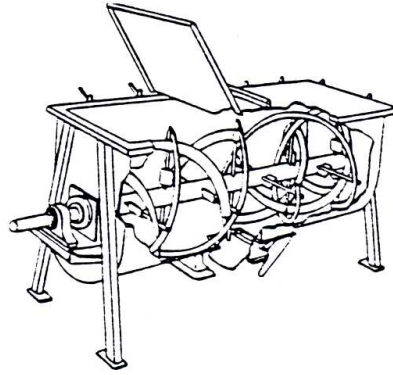
(b) mélangeur à socs



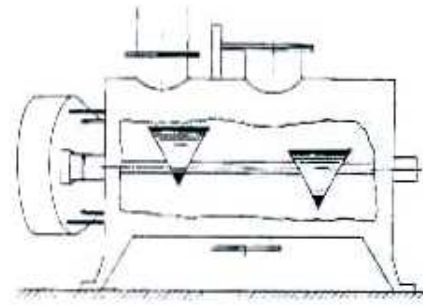
(c) mélangeur à turbine  
à cuve biconique

Quelques exemples de mélangeurs convectifs.

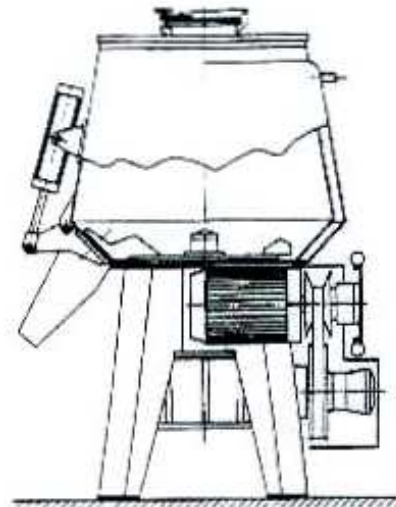
# Les mélangeurs classiques



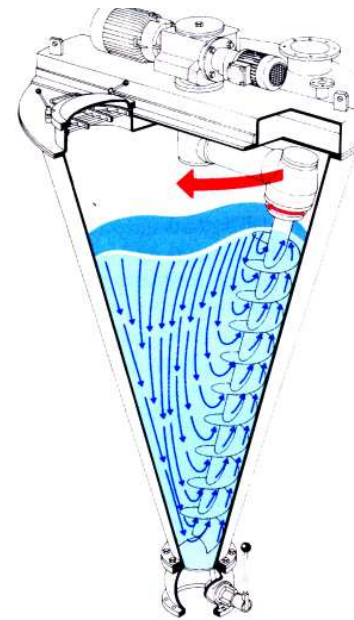
(a) mélangeur à rubans



(b) mélangeur à socs



(c) mélangeur à turbine  
à cuve biconique

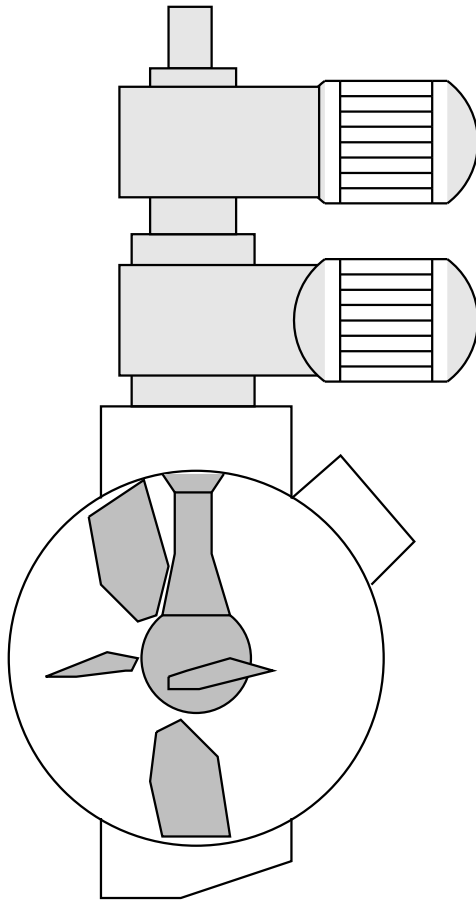


(d) mélangeur à vis

Quelques exemples de mélangeurs convectifs.



# Le TRIAXE

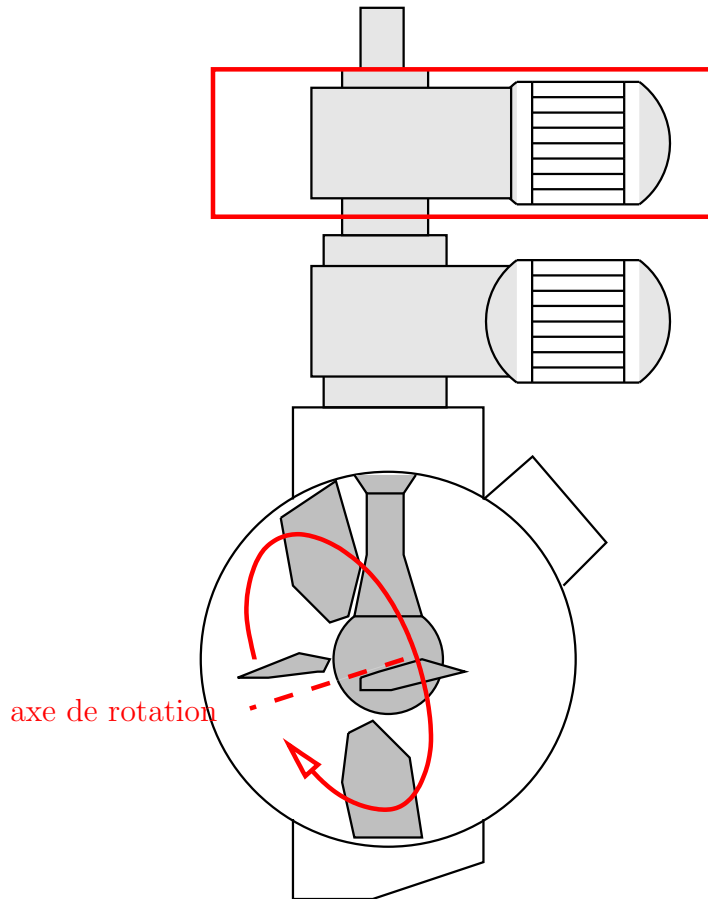


Le TRIAXE :

- 2 moteurs d'agitation,
- vitesses de rotation (0 à 90 tours par minutes),
- vitesses de giration (0 à 30 tours par minutes)
- la giration peut s'effectuer dans le sens horaire et dans le sens anti-horaire.

La combinaison des vitesses d'agitation et l'inclinaison des pâles doivent permettre de faire varier les conditions d'écoulement afin d'obtenir un mélange satisfaisant.

# Le TRIAXE

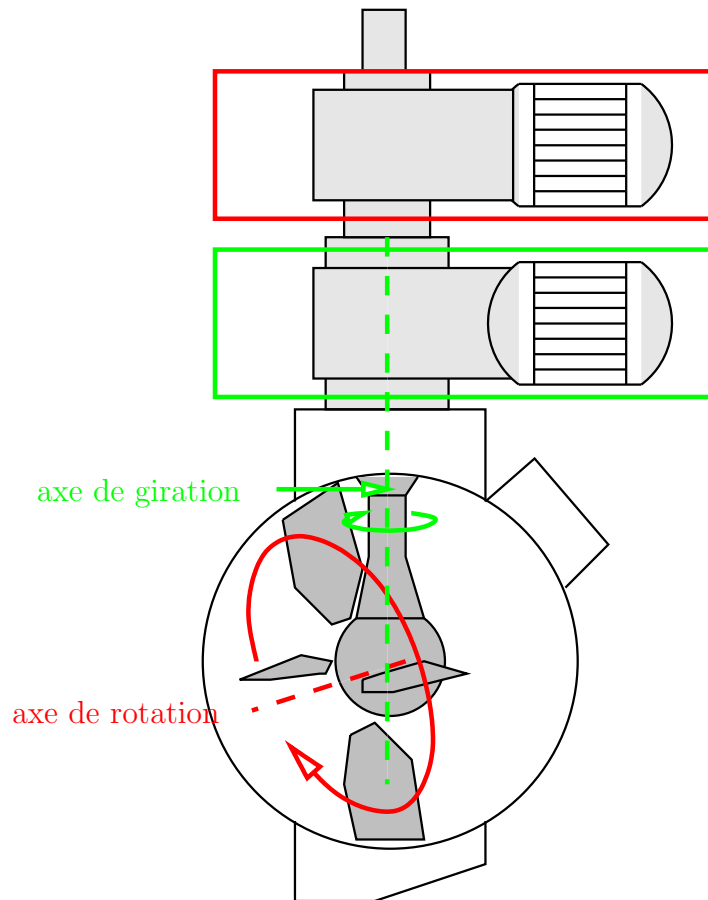


Le TRIAXE :

- 2 moteurs d'agitation,
- vitesses de rotation (0 à 90 tours par minutes),
- vitesses de giration (0 à 30 tours par minutes)
- la giration peut s'effectuer dans le sens horaire et dans le sens anti-horaire.

La combinaison des vitesses d'agitation et l'inclinaison des pâles doivent permettre de faire varier les conditions d'écoulement afin d'obtenir un mélange satisfaisant.

# Le TRIAXE

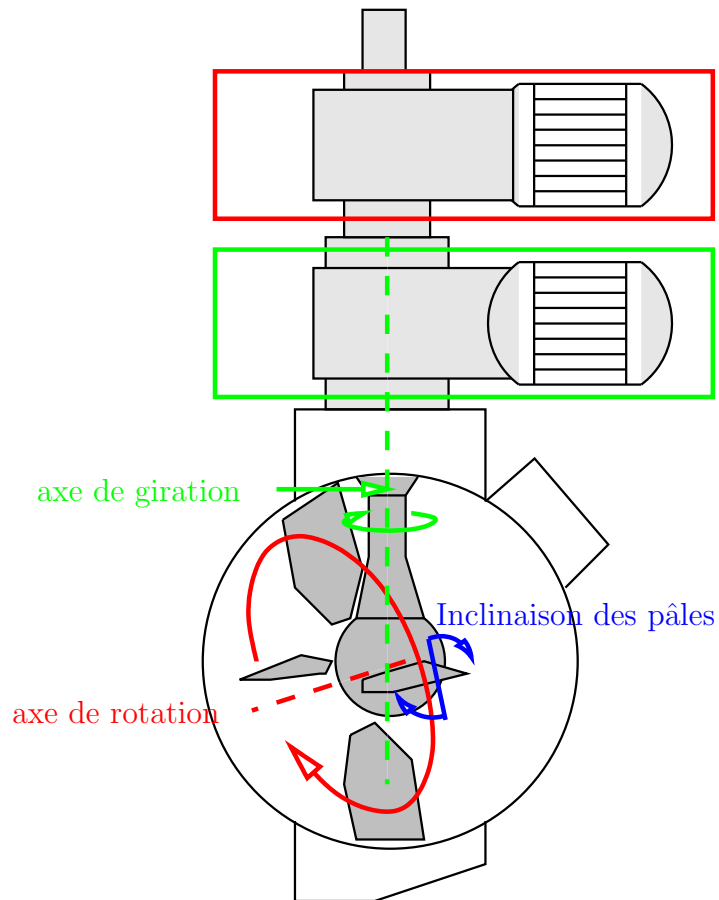


Le TRIAXE :

- 2 moteurs d'agitation,
- vitesses de rotation (0 à 90 tours par minutes),
- vitesses de giration (0 à 30 tours par minutes)
- la giration peut s'effectuer dans le sens horaire et dans le sens anti-horaire.

La combinaison des vitesses d'agitation et l'inclinaison des pâles doivent permettre de faire varier les conditions d'écoulement afin d'obtenir un mélange satisfaisant.

# Le TRIAXE

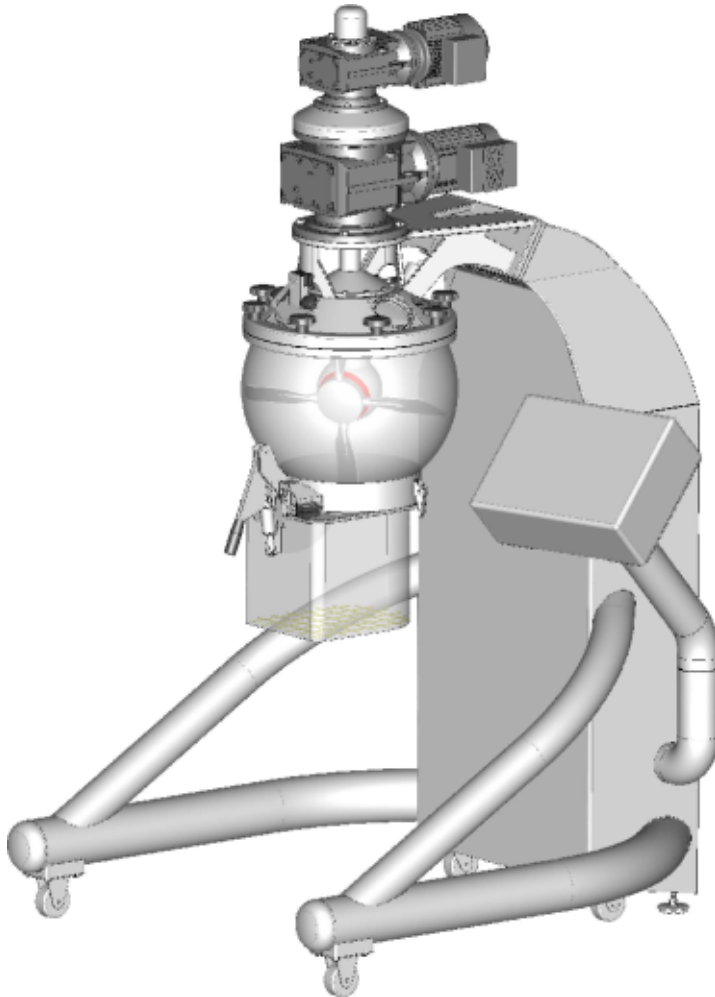


Le TRIAXE :

- 2 moteurs d'agitation,
- vitesses de rotation (0 à 90 tours par minutes),
- vitesses de giration (0 à 30 tours par minutes)
- la giration peut s'effectuer dans le sens horaire et dans le sens anti-horaire.

La combinaison des vitesses d'agitation et **l'inclinaison des pâles** doivent permettre de faire varier les conditions d'écoulement afin d'obtenir un mélange satisfaisant.

# Le TRIAXE



Dimensions [ m ] :  $1,25 \times 1,29 \times 2,04$

Volume utile : 50 l

2 moteurs de 375 W

2 couple-mètres

liaisons série vers le PC d'acquisition

Caractéristiques générales

Le TRIAXE prévu pour juin 2004

# Le TRIAXE

Une version prototype de ce mélangeur à déjà fait l'objet de différents travaux :

- Étude de la granulation humide des poudres par l'équipe de Pierre Guigon de l'UTC,

# Le TRIAXE

Une version prototype de ce mélangeur à déjà fait l'objet de différents travaux :

- Étude de la granulation humide des poudres par l'équipe de Pierre Guigon de l'UTC,
- Étude des performances du mélangeur dans le cas des bétons au LCPC de Nantes,

# Le TRIAXE

Une version prototype de ce mélangeur à déjà fait l'objet de différents travaux :

- Étude de la granulation humide des poudres par l'équipe de Pierre Guigon de l'UTC,
- Étude des performances du mélangeur dans le cas des bétons au LCPC de Nantes,
- Temps de mélange et puissance consommée dans le domaine des fluides visqueux par Guillaume Delaplace [Delaplace et al., 2004] de l'INRA :
  - Solution de sucre,
  - Temps de mélange inférieur à un mélangeur classique de  $3kW$  de Puissance.



# Le TRIAXE

Une version prototype de ce mélangeur à déjà fait l'objet de différents travaux :

- Étude de la granulation humide des poudres par l'équipe de Pierre Guigon de l'UTC,
- Étude des performances du mélangeur dans le cas des bétons au LCPC de Nantes,
- Temps de mélange et puissance consommée dans le domaine des fluides visqueux par Guillaume Delaplace [Delaplace et al., 2004] de l'INRA :
  - Solution de sucre,
  - Temps de mélange inférieur à un mélangeur classique de  $3kW$  de Puissance.

Le Triaxe acheté par l'EMAC va être utilisé sur différents types de poudres sèches.

# Les objectifs de la thèse

- Remonter aux caractéristiques du mélange  
Homogénéité du mélange

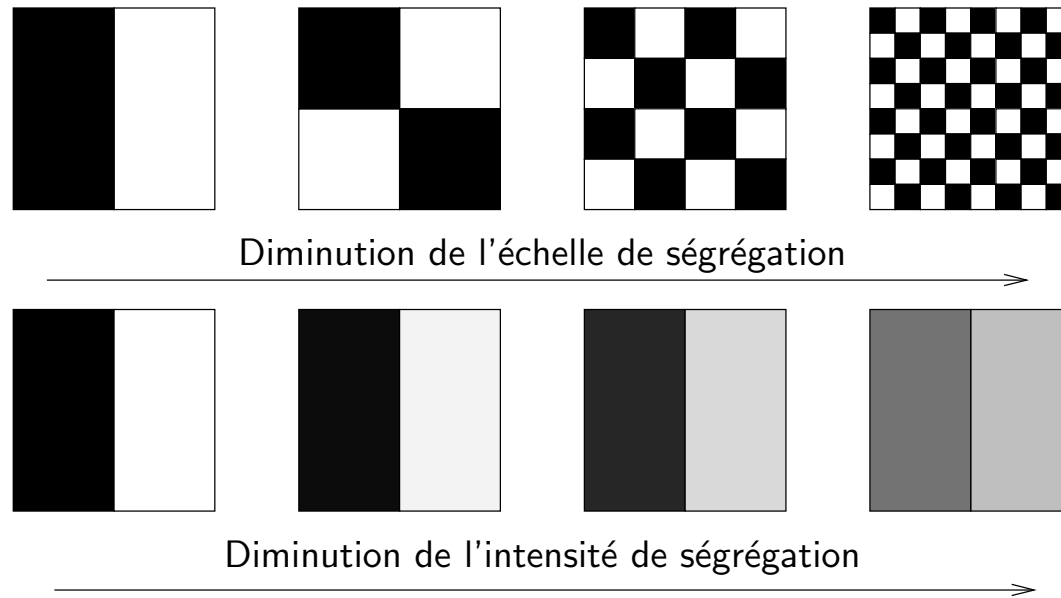
# Les objectifs de la thèse

- Remonter aux caractéristiques du mélange
  - Homogénéité du mélange
- Relier celles-ci aux conditions opératoires
  - Vitesses d'agitation et leur combinaison,
  - Sens de rotation,
  - Inclinaison des pâles et leur type,
  - Taux de remplissage de la cuve,
  - Type de poudre

# Les objectifs de la thèse

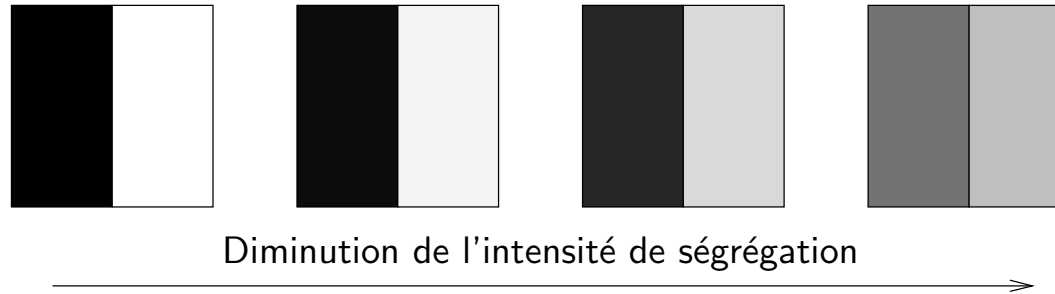
- Remonter aux caractéristiques du mélange
  - Homogénéité du mélange
- Relier celles-ci aux conditions opératoires
  - Vitesses d'agitation et leur combinaison,
  - Sens de rotation,
  - Inclinaison des pâles et leur type,
  - Taux de remplissage de la cuve,
  - Type de poudre
- Améliorer la connaissance des phénomènes de mélange dans le Triaxe
  - compétition entre des mécanismes de mélange et de ségrégation

# Les aspects théoriques : caractéristiques d'un mélange



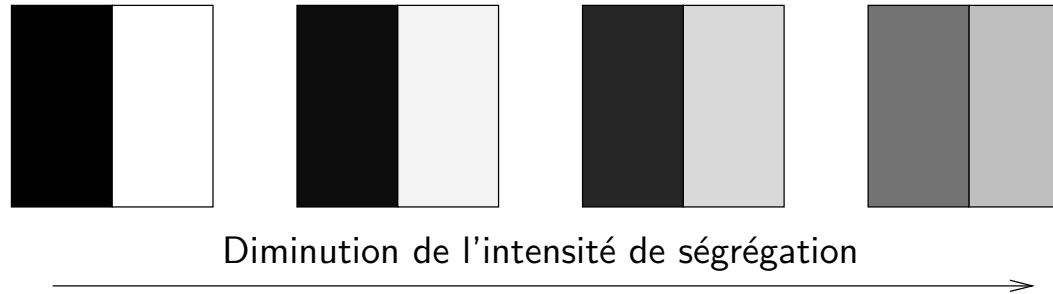
Notion d'échelle et d'intensité de ségrégation.

# Intensité de Ségrégation



Notion d'intensité de ségrégation

# Intensité de Ségrégation

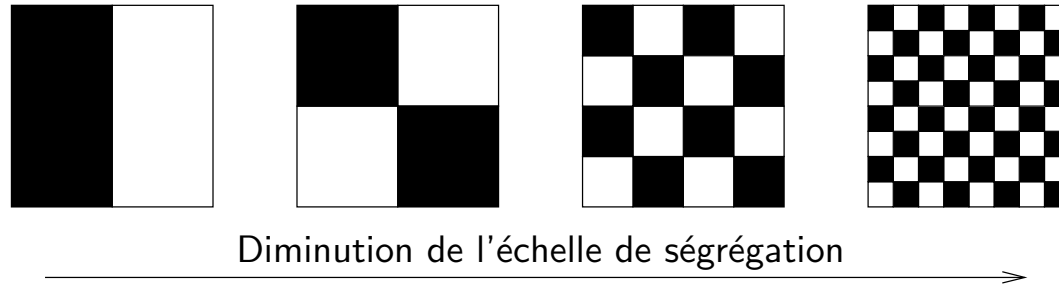


Notion d'intensité de ségrégation

$$\sigma^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2$$

Avec :  $N$  le nombre total d'échantillons,  
 $x_i$  la composition des échantillons en constituants clé,  
 $\mu$  la teneur moyenne.

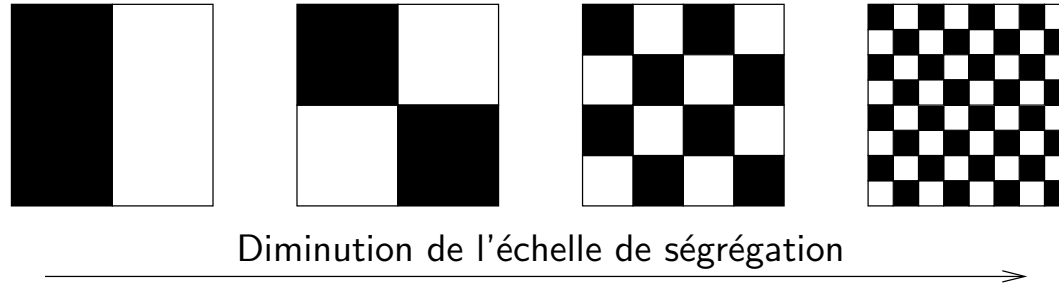
# Echelle de Ségrégation



Notion d'échelle de ségrégation



# Echelle de Ségrégation

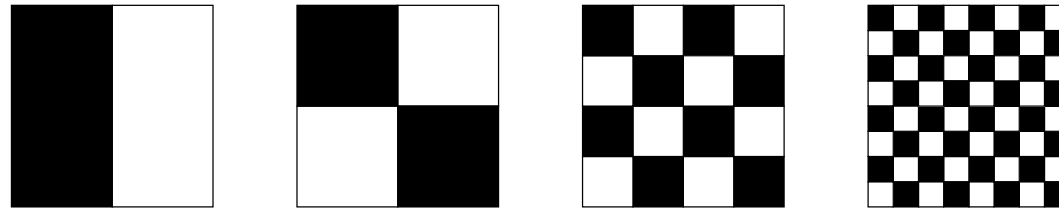


Notion d'échelle de ségrégation

$$R(r) = \frac{\sum_{i=1}^{N-r} (x_i - \mu) (x_{i+r} - \mu)}{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2}$$

$r$  : intervalle entre deux échantillons

# Echelle de Ségrégation

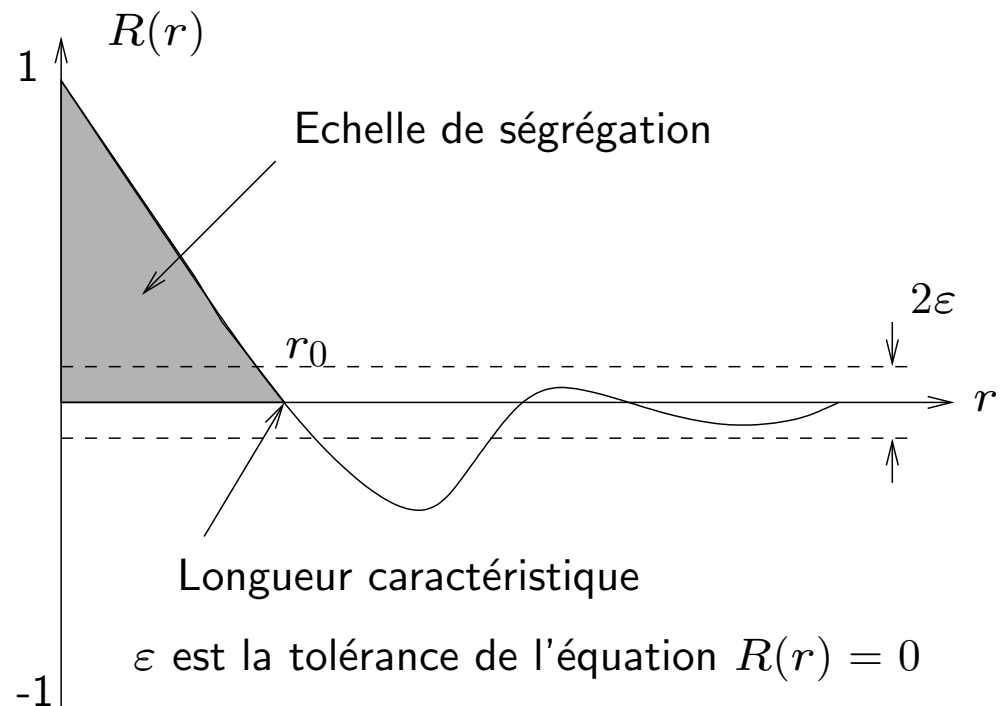


Diminution de l'échelle de ségrégation →

## Notion d'échelle de ségrégation

$$R(r) = \frac{\sum_{i=1}^{N-r} (x_i - \mu)(x_{i+r} - \mu)}{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2}$$

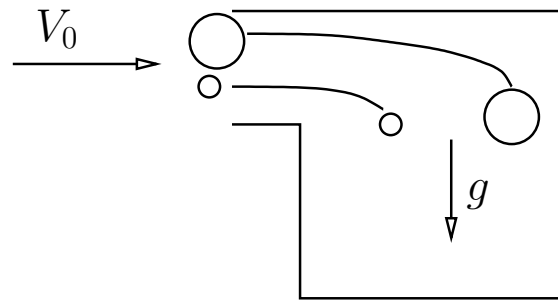
$r$  : intervalle entre deux échantillons



Allure typique d'un autocorrélogramme

# Mécanismes de Ségrégation

Williams [Williams, 1976] définit 3 types de ségrégation : due aux trajectoires, par percolation ou par élutriation

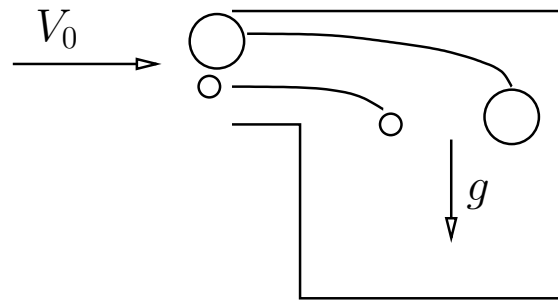


(a) Ségrégation due aux trajectoires

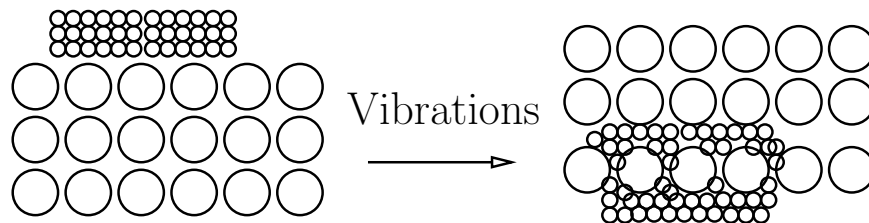
différents mécanismes de ségrégation

# Mécanismes de Ségrégation

Williams [Williams, 1976] définit 3 types de ségrégation : due aux trajectoires, par percolation ou par élutriation



(a) Ségrégation due aux trajectoires

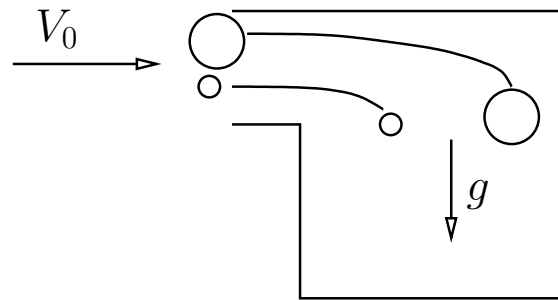


(b) Ségrégation par percolation des fines

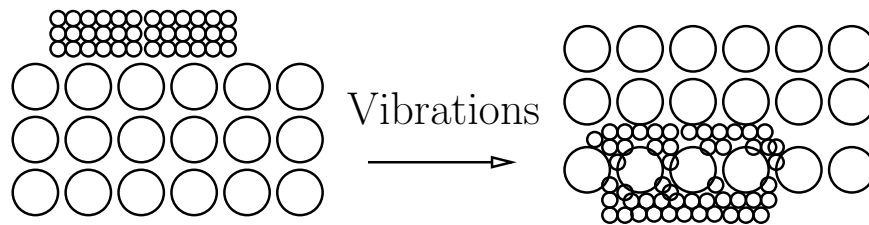
différents mécanismes de ségrégation

# Mécanismes de Ségrégation

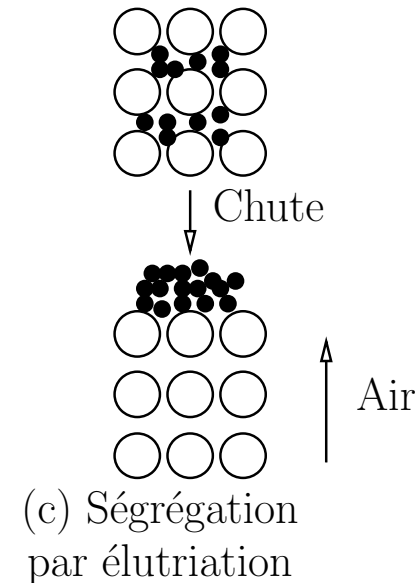
Williams [Williams, 1976] définit 3 types de ségrégation : due aux trajectoires, par percolation ou par élutriation



(a) Ségrégation due aux trajectoires



(b) Ségrégation par percolation des fines



(c) Ségrégation par élutriation

différents mécanismes de ségrégation

# Mécanismes de Mélange

Lacey [Lacey, 1954] distingue 3 mécanismes de mélange principaux : diffusion, convection et cisaillement

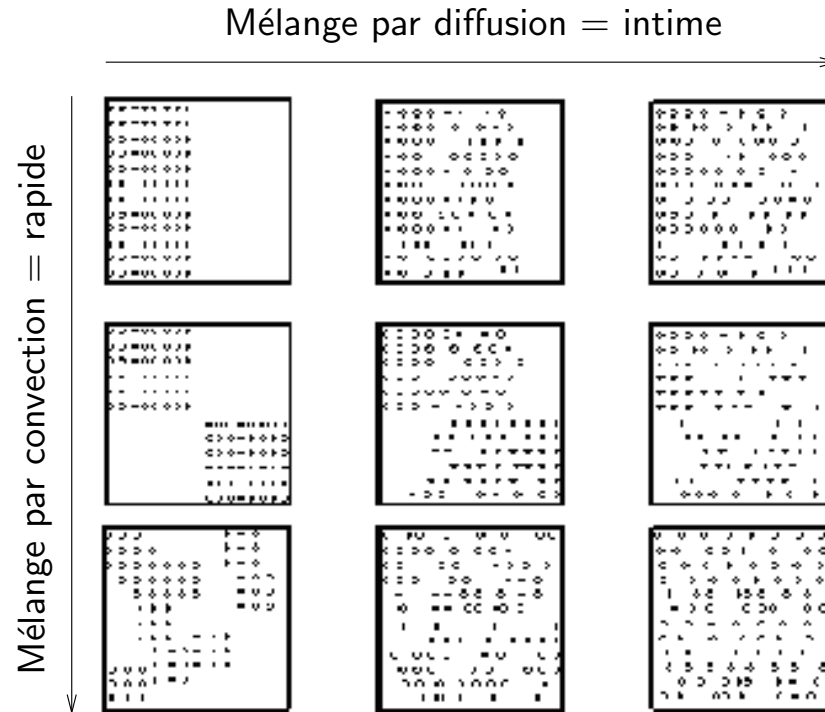


FIG. 1: Simulation du mélange d'un lot de particules par convection et/ou diffusion (d'après Schofield [Schofield, 1970]).

# Mécanismes de Mélange

Lacey [Lacey, 1954] distingue 3 mécanismes de mélange principaux : diffusion, convection et cisaillement

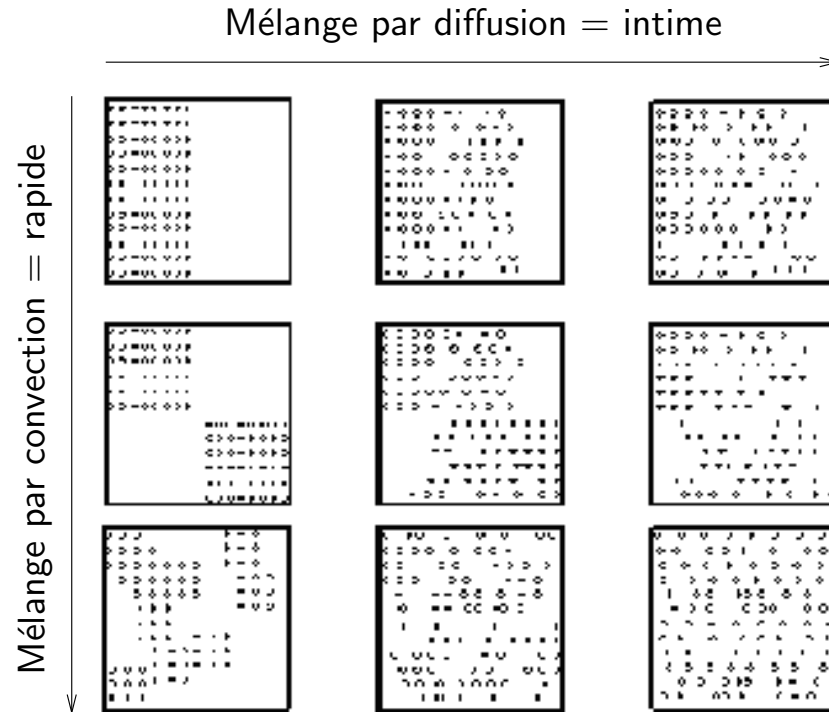


FIG. 1: Simulation du mélange d'un lot de particules par convection et/ou diffusion (d'après Schofield [Schofield, 1970]).

Un bon mélangeur est un mélangeur rapide et intime.

# Mise en place de l'expérimentation

Nous allons utiliser des produits appartenant aux deux groupes de poudres :

- écoulement libre : mélange bi-composant de semoule et de couscous coloré
- cohésif : mélange bi-composant de cellulose et de lactose
- des produits « réels » pour lesquels les industriels rencontrent des problèmes de mélanges.

Les colorations éventuelles sont obtenues par adsorption d'iode dissout dans une solution aqueuse ou alcoolique, ou par coloration au bleu de méthylène.



# Caractéristiques des produits [Marikh, 2003]

Masse Volumique [ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ]	Granulac 140	Semoule	Couscous
Vraie	1, 54	1, 47	1, 44
Aérée	0, 63	0, 76	0, 72
Tassée (500 coups)	0, 90	0, 82	0, 76

Porosité intergranulaire	Granulac 140	Semoule	Couscous
$\epsilon_{inter}$ (tassée)	0, 42	0, 44	0, 47
$\epsilon_{inter}$ (aérée)	0, 59	0, 48	0, 5

TAB. 1: Masse Volumique et porosité des produits

$$\epsilon_{inter} = \frac{\rho_{vraie} - \rho_{apparente}}{\rho_{vraie}}$$

# Caractéristiques des produits [Marikh, 2003]

Masse Volumique [ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ]	Granulac 140	Semoule	Couscous
Vraie	1, 54	1, 47	1, 44
Aérée	0, 63	0, 76	0, 72
Tassée (500 coups)	0, 90	0, 82	0, 76

Porosité intergranulaire	Granulac 140	Semoule	Couscous
$\epsilon_{inter}$ (tassée)	0, 42	0, 44	0, 47
$\epsilon_{inter}$ (aérée)	0, 59	0, 48	0, 5

TAB. 1: Masse Volumique et porosité des produits

$$\epsilon_{inter} = \frac{\rho_{vraie} - \rho_{apparente}}{\rho_{vraie}}$$

Diamètre [ $\mu\text{m}$ ]	Semoule	Couscous	lactose
$d_{10}$	20	200	1100
$d_{50}$	70	340	1400
$d_{90}$	140	840	1800
$Span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$	1, 71	1, 88	0, 5

TAB. 2: Différents diamètres caractéristiques de la distribution granulométrique

# Caractéristiques des produits [Marikh, 2003]

Masse Volumique [ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ]	Granulac 140	Semoule	Couscous
Vraie	1, 54	1, 47	1, 44
Aérée	0, 63	0, 76	0, 72
Tassée (500 coups)	0, 90	0, 82	0, 76

Porosité intergranulaire	Granulac 140	Semoule	Couscous
$\epsilon_{inter}$ (tassée)	0, 42	0, 44	0, 47
$\epsilon_{inter}$ (aérée)	0, 59	0, 48	0, 5

TAB. 1: Masse Volumique et porosité des produits

$$\epsilon_{inter} = \frac{\rho_{vraie} - \rho_{apparente}}{\rho_{vraie}}$$

Diamètre [ $\mu\text{m}$ ]	Semoule	Couscous	lactose
$d_{10}$	20	200	1100
$d_{50}$	70	340	1400
$d_{90}$	140	840	1800
$Span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$	1, 71	1, 88	0, 5

TAB. 2: Différents diamètres caractéristiques de la distribution granulométrique

Nous nous plaçons dans un cas favorisant la ségrégation par la taille.

# Caractérisation de l'homogénéité

Repose sur l'échantillonnage [Massol-Chaudeur, 2000]

# Caractérisation de l'homogénéité

Repose sur l'échantillonnage [Massol-Chaudeur, 2000]

$$\sigma_{exp}^2 = \sigma_{mel}^2 + \sigma_{ech}^2 + \sigma_{ana}^2$$

# Caractérisation de l'homogénéité

Repose sur l'échantillonnage [Massol-Chaudeur, 2000]

$$\sigma_{exp}^2 = \sigma_{mel}^2 + \sigma_{ech}^2 + \sigma_{ana}^2$$

# Caractérisation de l'homogénéité

Repose sur l'échantillonnage [Massol-Chaudeur, 2000]

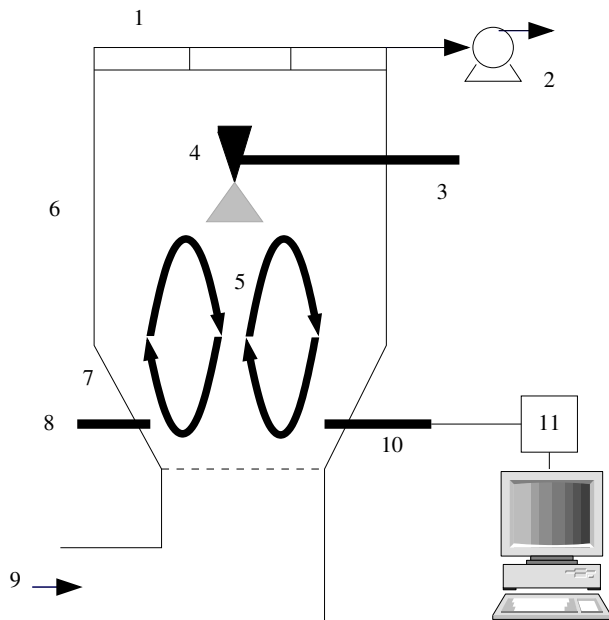
$$\sigma_{exp}^2 = \sigma_{mel}^2 + \sigma_{ech}^2 + \sigma_{ana}^2 \Rightarrow \text{Méthodes non intrusives :}$$

# Caractérisation de l'homogénéité

Repose sur l'échantillonnage [Massol-Chaudeur, 2000]

$$\sigma_{exp}^2 = \sigma_{mel}^2 + \sigma_{ech}^2 + \sigma_{ana}^2 \Rightarrow \text{Méthodes non intrusives :}$$

- Proche Infra Rouge :



Montage expérimental de Frake [Frake et al., 1997]

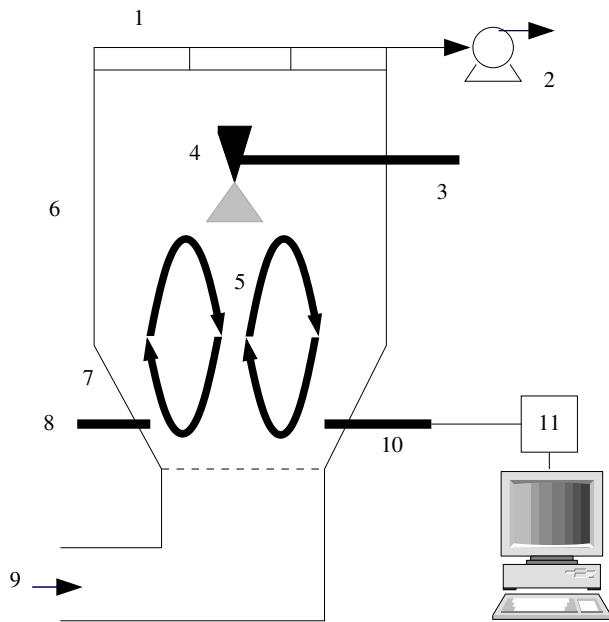


# Caractérisation de l'homogénéité

Repose sur l'échantillonnage [Massol-Chaudeur, 2000]

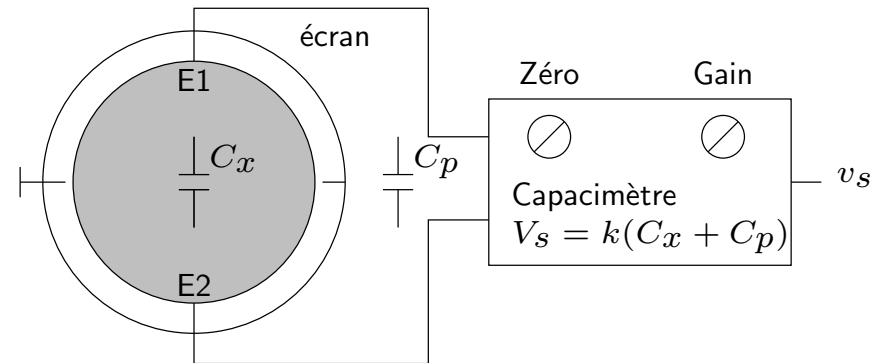
$$\sigma_{exp}^2 = \sigma_{mel}^2 + \sigma_{ech}^2 + \sigma_{ana}^2 \Rightarrow \text{Méthodes non intrusives :}$$

- Proche Infra Rouge :



Montage expérimental de Frake [Frake et al., 1997]

- Mesure de la permittivité



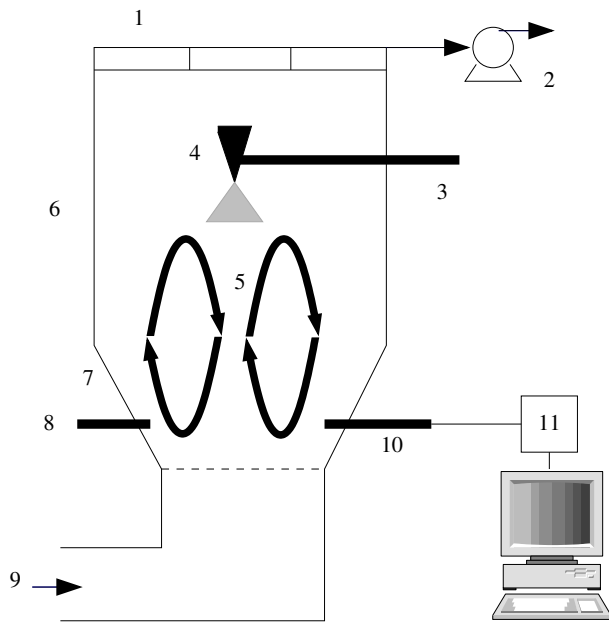
principe de mesure de la capacité électrique. [Ehrhardt et al., 2003]

# Caractérisation de l'homogénéité

Repose sur l'échantillonnage [Massol-Chaudeur, 2000]

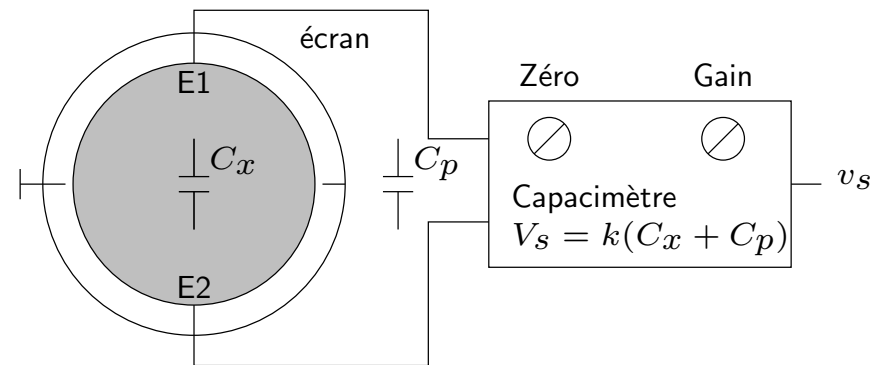
$$\sigma_{exp}^2 = \sigma_{mel}^2 + \sigma_{ech}^2 + \sigma_{ana}^2 \Rightarrow \text{Méthodes non intrusives :}$$

- Proche Infra Rouge :



Montage expérimental de Frake [Frake et al., 1997]

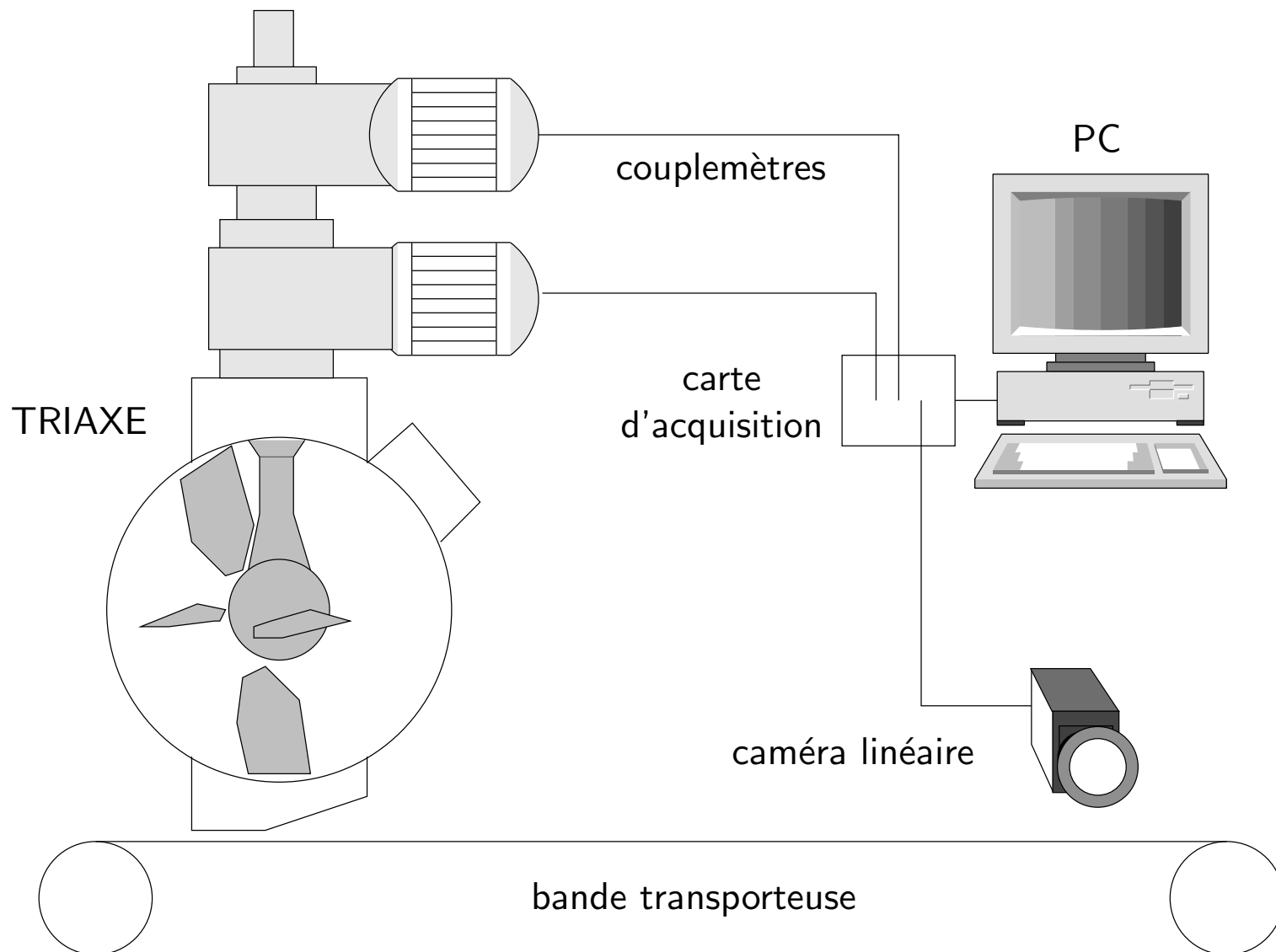
- Mesure de la permittivité



principe de mesure de la capacité électrique. [Ehrhardt et al., 2003]

$\Rightarrow$  Analyse d'images

# Dispositif expérimental



# Méthode de mesure

- Utilisation d'une caméra linéaire noir & blanc 12 bits d'une résolution de 4000 points et d'une fréquence de 20 Mhz.
- Analyse d'images grâce au logiciel LabVIEW et à la bibliothèque IMAQ vision :
  - histogramme de niveaux de gris
  - traitement spécifique éventuel [Realpe and Velazquez, 2003]
  - calcul de la proportion de chaque produit
  - calcul de la variance entre les échantillons
  - autocorrélogramme
- Collaboration avec Dr Mosorow, travaillant sur l'analyse d'images.

# Perspectives

- Réception du Triaxe fin juin 2004
- Mise en place de la méthode d'analyse dans le courant de l'été
- Campagne de manipulation sur le Triaxe dès la rentrée
- Participation au congrès SFGP 2005 et au World Congress of Chemical Engineering de Glasgow en 2005.

# Bibliographie

## Références

- [Delaplace et al., 2004] Delaplace, G., Bouvier, L., Moreau, A., Guérin, R., and Leuliet, J.-C. (2004). Determination of mixing time by colourimetric diagnosis : Application to a new mixing system. *Experiments in fluids*, 36(3) :437–443.
- [Ehrhardt et al., 2003] Ehrhardt, N., Berthiaux, H., Gatumel, C., and Dalloz-Dubrujeaud, B. (2003). Algorithme pour la mesure capacitive en ligne de la qualité de mélange de poudres en écoulement. In *9<sup>ème</sup> congrès français de génie des procédés à Saint Nazaire*.
- [Frake et al., 1997] Frake, P., Greenhalgh, D., Grierson, S., Hempenstall, J., and Rudd, D. (1997). 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.
- [Lacey, 1954] Lacey, P. (1954). Developments in the theory of particule mixing. *J. of Appl. Chem.*, 4 :527–268.
- [Marikh, 2003] Marikh, K. (2003). *Mélange des poudres en continu, dynamique et modélisation*. PhD thesis, INPL.
- [Massol-Chaudeur, 2000] Massol-Chaudeur, S. (2000). *Caractérisation de l'état de mélange de poudres -cas des mélanges faiblement dosés-*. PhD thesis, École des Mines d'Albi-Carmaux.
- [Realpe and Velazquez, 2003] Realpe, A. and Velazquez, C. (2003). Image processing and analysis for determination of concentrations of powder mixtures. *Powder Technology*, 134 :193–200.
- [Schofield, 1970] Schofield, C. (1970). Assessing mixtures by autocorrélation. *Trans. Instn. Chem. Engrs.*, 48 :T28–T34.
- [Williams, 1976] Williams, J. (1976). The segregation of particulate materials. *Powder Technology*, 15 :245–251.