

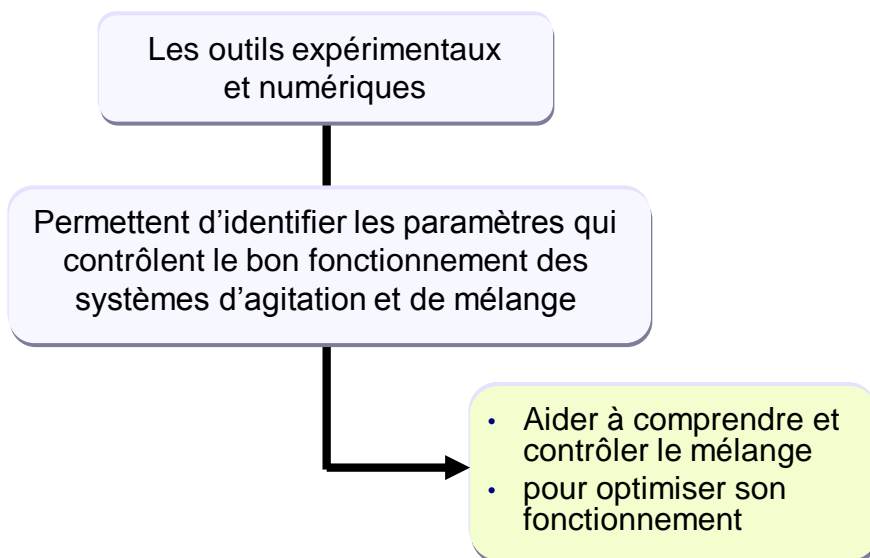
Accord-cadre de coopération internationale entre l'Université Paris Sud (France) et l'Université Félix Houphouët Boigny (Côte d'Ivoire)

3. Techniques de mélange de milieux liquides et visqueux de rhéologie complexe

Kawthar BOUCHEMAL

Faculté de Pharmacie, Université Paris Sud

1



2

Plan

- 1. Mise en œuvre du mélange
 - 1.1. Généralités sur les mélangeurs
 - 1.2. Transferts de matière
 - 1.3. Transferts thermiques
 - 1.4. Régimes d'écoulement

- 2. Appareillage
 - 2.1. Principe d'extrapolation du pilote à l'échelle industrielle
 - 2.2. Cuves agitées et mélange de milieux liquides
 - 2.3. Mélange de milieux pâteux de rhéologie complexe
 - 2.4. Représentation symbolique

- 3. Sécurité de l'opération de mélange
 - 3.1. L'incendie et l'explosion
 - 3.2. Danger dû aux poussières de poudres
 - 3.3. Analyse des risques d'explosion d'un mélange dans une cuve agitée

3

1. Mise en œuvre du mélange

- 1.1. Généralités sur les mélangeurs
- 1.2. Transferts de matière
- 1.3. Transferts thermiques
- 1.4. Régimes d'écoulement

1.1. Généralités sur les mélangeurs

- Paramètres caractérisant un dispositif de mélange

- Vitesse de rotation de l'agitateur
- Puissance d'agitation

- Environnement du mélangeur

- À l'échelle du laboratoire dans le cas d'une agitation magnétique ou mécanique, l'effet vortex est fréquent
- À l'échelle industrielle, on utilise des **contre-pales** pour éviter la création de l'effet vortex en favorisant le retour du mélange à l'intérieur du réacteur
- Le nombre de contre-pales est variable selon les appareils et selon les constructeurs

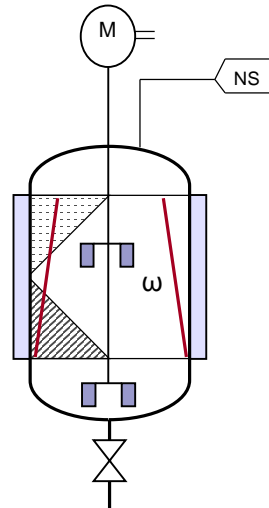


Schéma d'un dispositif type cuve agitée

5

1.1. Généralités sur les mélangeurs

- Alimentation du réacteur

- Alimentation en liquide :
- Le remplissage des réservoirs peut se faire à l'aide d'une pompe qui permet une alimentation jusqu'à une hauteur de quelques mètres
- Le remplissage peut se faire par la technique d'aspiration sous vide

- Alimentation en solides :
- Possibilité d'utiliser des « vis sans fin » en téflon pour l'introduction de produits solides dans le réacteur
- Les vis peuvent être guidées par un moteur pneumatique* (alimenté par une arrivée d'air)

- Alimentation en gaz :
- Par bullage de gaz dans le réacteur

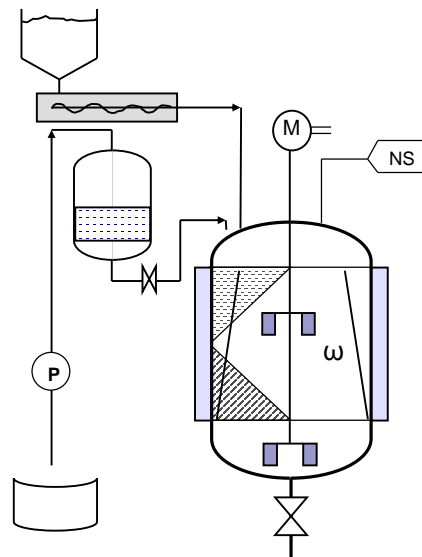


Schéma d'un dispositif type cuve agitée

6

*La pneumatique est la branche de la physique qui étudie la transmission de l'effort par gaz

1.1. Généralités sur les mélangeurs

□ Pourquoi faire appel à la modélisation pour les systèmes de mélange ?

- Calcul du temps nécessaire pour le mélange
- Calcul de la puissance d'agitation
- Comparaison des performances de 2 types d'agitateurs pour un même temps de mélange

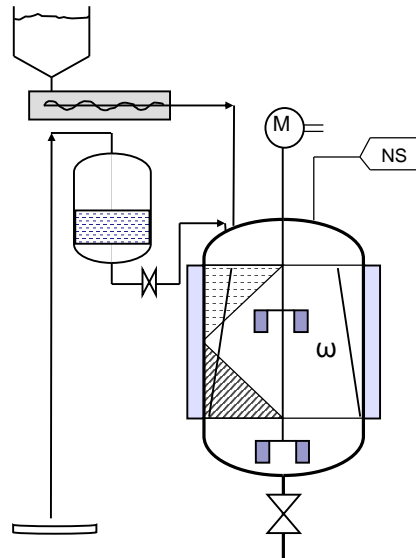


Schéma d'un dispositif type cuve agitée

7

1. Mise en œuvre du mélange

1.1. Généralités sur les mélangeurs

1.2. Transferts de matière

- Mélange liquide-solide
- Mélange liquide-gaz
- Transfert de matière et extrapolation

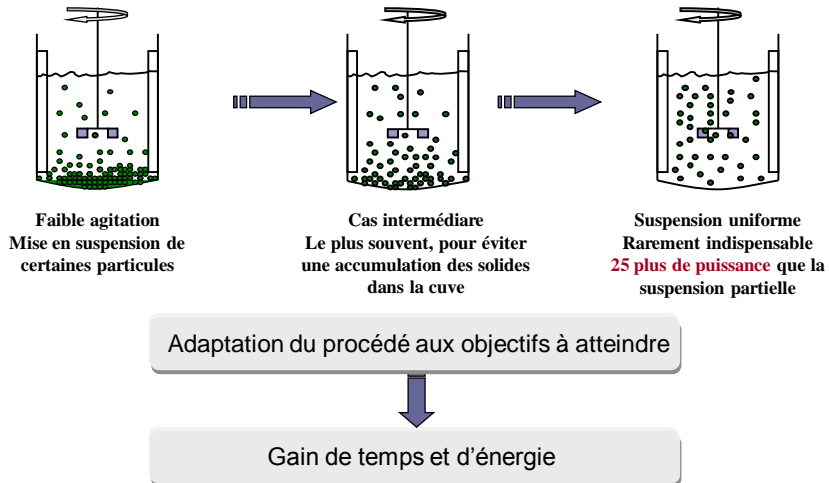
1.3. Transferts thermiques

1.4. Régimes d'écoulement

1.2. Transferts de matière

a. Mélange liquide-solide

- Cas rencontré dans les procédés de lixiviation (percolation), polymérisation, fermentation, cristallisation, réaction en présence de catalyseur, dissolution...etc

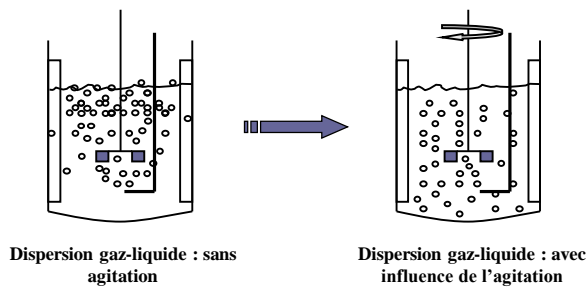


9

1.2. Transferts de matière

b. Mélange liquide-gaz

- Cas rencontré dans les procédés de fermentation, d'oxydation, d'hydrogénation...etc



- Deux sources d'énergie participent à la dispersion du gaz dans le liquide :
 - L'énergie propre du gaz traversant le liquide
 - L'énergie fournie par l'agitation

10

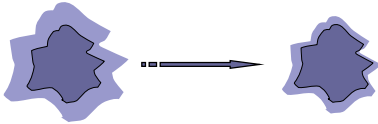
1.2. Transferts de matière

c. Transferts de matière et extrapolation

$N^{\circ} = k_L a_i (C_1 - C_2)$	N°	débit de matière transférée [mol.(m ³ .s) ⁻¹]
	k_L	coefficient de transfert de matière côté film liquide [m.s ⁻¹]
	a_i	aire interfaciale volumique d'échange [m ² .m ⁻³]
	$C_1 - C_2$	gradient de concentration ou facteur de potentialité [mol.m ⁻³]

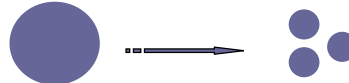
Mélange liquide-solide

k_L est fortement influencé par l'agitation
Notamment dans le cas où la concentration saturante est élevée
Elément important pour l'extrapolation



Mélange liquide-gaz

Agitation sans effet important sur le k_L
Influence considérable de l'agitation sur la surface d'échange a_i
Attention à l'effet d'échelle lors de l'extrapolation, taille bulles/taille agitateur



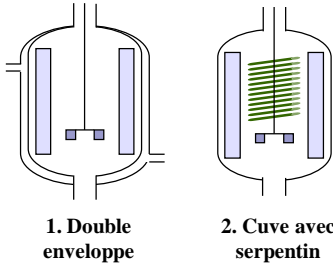
11

1. Mise en œuvre du mélange

- 1.1. Généralités sur les mélangeurs
- 1.2. Transferts de matière
 - a. Mélange liquide-solide
 - b. Mélange liquide-gaz
 - c. Transfert de matière et extrapolation
- 1.3. Transferts thermiques
- 1.4. Régimes d'écoulement

1.3. Transferts thermiques

- Le transfert de chaleur intervient pour le chauffage et le refroidissement d'une cuve, ainsi que pour l'évacuation du flux de chaleur réactionnel
- L'échange thermique se fait le plus souvent à la paroi de la cuve; double enveloppe dans laquelle circule le fluide caloporteur
- Il existe également des échanges thermiques par surfaces immergées; cuves équipées de serpentins



Comment avoir un agitateur optimal pour le transfert de chaleur dans les mélangeurs ?

Turbine de grand diamètre

Amélioration du régime d'écoulement et des turbulences au voisinage des surfaces d'échange

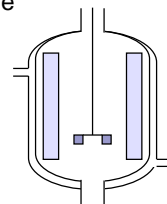
- Etudier avec précision :
 - Le nombre, la position et les dimensions des chicanes
 - Le diamètre et l'espacement des surfaces immergées

13

1.3. Transferts thermiques

• Chauffage d'un réacteur par double enveloppe

- Pour le chauffage d'un réacteur nous avons toujours intérêt à récupérer une source de chaleur: vapeur ou liquide provenant d'une autre opération.
- Sinon on utilise un bain-marie avec une huile, une résistance est plongée dans l'huile, la température est réglable.
- L'huile aspirée à l'aide d'une pompe, rentre dans le réacteur par le point bas et ressort par le point haut
- Il y a une perte de charge de plusieurs °C entre le point bas et le point haut du réacteur
- L'huile doit être bien chauffée sinon, des problèmes de viscosité peuvent être rencontrés et en conséquence, des problèmes de passage à travers la double enveloppe
- La pompe
 - Un moyen qui permet de limiter les pertes de charge dues au frottement
 - Permet de véhiculer les fluides par chauffage en circuit fermé
 - Possibilité de réglage du débit d'arrivée du fluide



Réacteur avec une double enveloppe

14

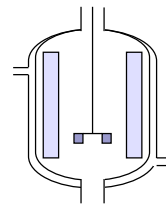
1.3. Transferts thermiques

- Refroidissement d'un réacteur

- Il faut toujours refroidir l'eau chaude avant de la jeter dans les canalisations
- Le refroidissement peut se faire à l'aide de l'azote liquide
- Utilisation de saumures : de l'eau dans laquelle du sel est présent en très grande concentration et qui permet d'avoir des températures de l'ordre de -10°C
- Possibilité d'utiliser d'autres fluides

- La double enveloppe du réacteur

- En verre : le verre n'est pas un bon conducteur
- En cuivre : l'inconvénient de ne pas pouvoir voir ce qui se passe dans le réacteur
- Possibilité d'utiliser d'autres matériaux selon les appareils et selon les constructeurs



Réacteur avec une double enveloppe

15

1. Mise en œuvre du mélange

1.1. Généralités sur les mélangeurs

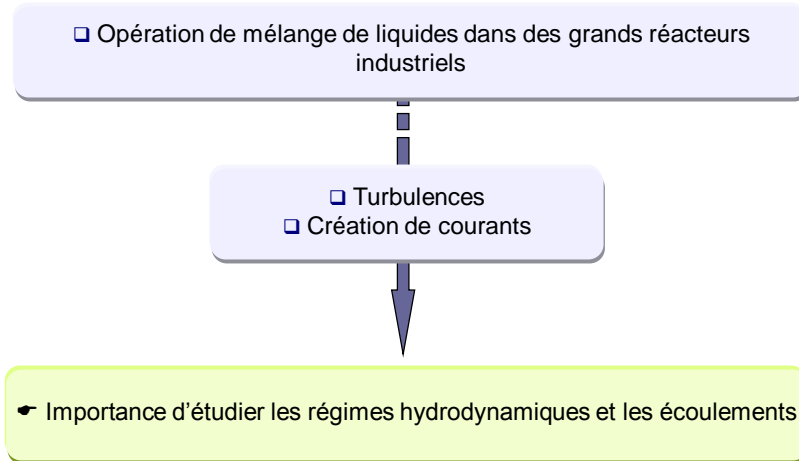
1.2. Transferts de matière

- Mélange liquide-solide
- Mélange liquide-gaz
- Transfert de matière et extrapolation

1.3. Transferts thermiques

1.4. Régimes d'écoulement

1.4. Régimes d'écoulement



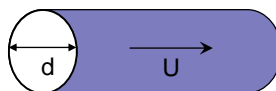
17

1.4. Régimes d'écoulement

- L'écoulement d'un fluide de vitesse U , de masse volumique ρ , de viscosité dynamique η , dans un tube de diamètre d , est caractérisé par le nombre de Reynolds Re

$$Re = \frac{Ud\rho}{\eta} = \frac{Ud}{\nu} \quad \nu = \frac{\eta}{\rho}$$

U	: vitesse d'écoulement du fluide	m.s^{-1}
ρ	: masse volumique	Kg.m^{-3}
η	: viscosité dynamique du fluide	Pa.s
d	: diamètre du tube	m
ν	: viscosité cinématique	$\text{Pa.s.kg}^{-1}.\text{m}^3$



18

1.4. Régimes d'écoulement

- Pour un mobile d'agitation de diamètre donné d , tournant à une fréquence N , le nombre de Reynolds est égal à :

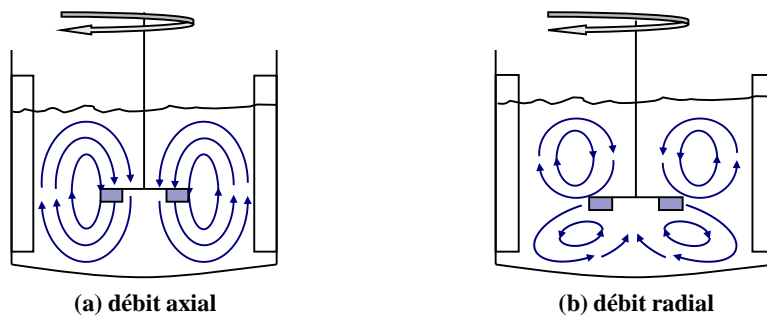
$$Re = \frac{Nd^2}{\nu}$$

N : fréquence de rotation du mobile d'agitation s^{-1}
 ν : viscosité cinématique $Pa.s.kg^{-1}.m^3$
 d : diamètre du mobil d'agitation m

19

1.4. Régimes d'écoulement

- Suivant le mouvement des fluides engendré dans la cuve par rapport à l'axe de rotation du mobile, il existe 2 classes de mobiles d'agitation :



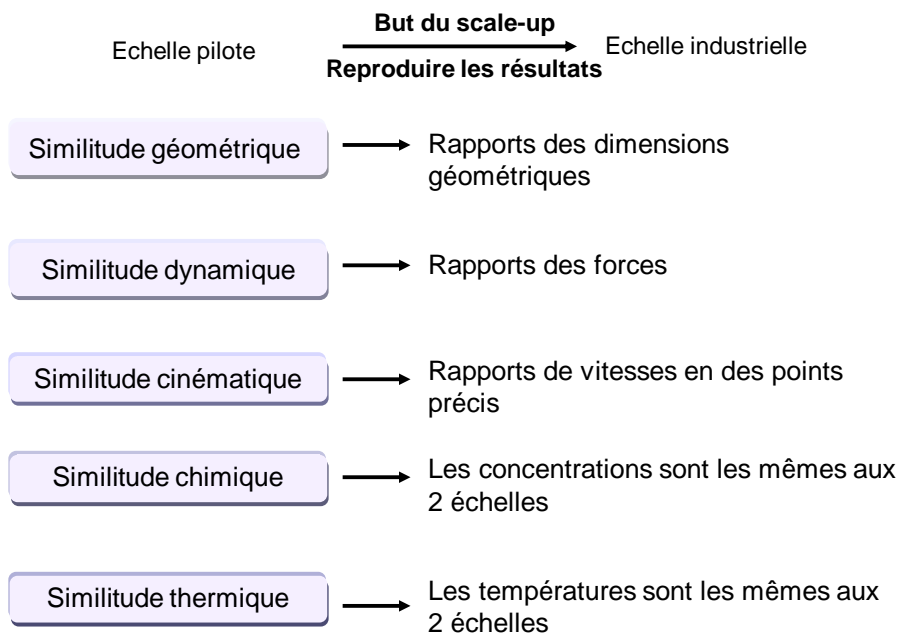
20

1. Mise en œuvre du mélange
2. Appareillage
3. Sécurité de l'opération de mélange

2. Appareillage

- 2.1. Principe d'extrapolation du pilote à l'échelle industrielle
- 2.2. Cuves agitées et mélange de milieux liquides
- 2.3. Mélange de milieux pâteux de rhéologie complexe
- 2.4. Représentation symbolique

2.1. Principes de l'extrapolation du pilote à l'échelle industrielle



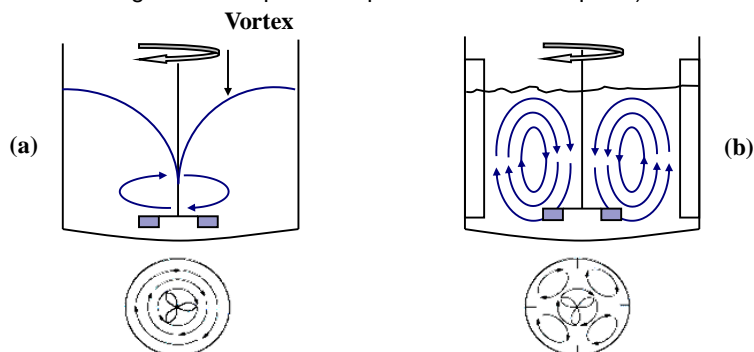
1. Mise en œuvre du mélange
2. Appareillage
3. Sécurité de l'opération de mélange

2. Appareillage

- 2.1. Principe d'extrapolation du pilote à l'échelle industrielle
- 2.2. Cuves agitées et mélange de milieux liquides
- 2.3. Mélange de milieux pâteux de rhéologie complexe
- 2.4. Représentation symbolique

2.2. Cuves agitées et mélange des milieux liquides






- Quelques règles simples concernant les agitateurs
 - En général, un agitateur tourne dans le sens d'une aiguille d'une montre
 - Un agitateur est conçu pour agiter un volume de fluide dont **la hauteur est égale au diamètre**. On mettra 2 mobiles d'agitation si la hauteur du liquide agité est au-dessus de 1,2 fois le diamètre du volume agité
 - Le mobile d'agitation doit fonctionner avec des contre-pales (sauf pour les cas particuliers des agitateurs de proximité pour les milieux visqueux)

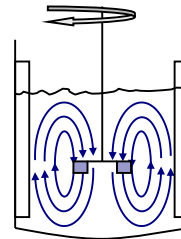


Turbulences provoquées par l'agitation avec et sans chicanes (contre-pales) (a) et (b)

2.2. Cuves agitées et mélange des milieux liquides

Tableau : Mobiles d'agitation à débits axial

Mobile	Exemple
Hélice marine $n_p = 3$ ou 4	
Turbine à pales inclinées $2 \leq n_p \leq 6$	
Hélice à double flux $n_p = 2$ ou 3	
Hélice à profil mince	
Mobile à disque et à 3 pales inclinées à 45° , utilisé pour l'agitation de fond de cuve	

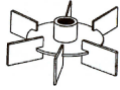




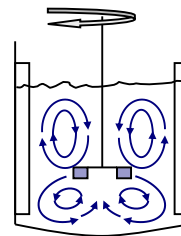
(a) débit axial

25

2.2. Cuves agitées et mélange des milieux liquides

Tableau : Mobiles d'agitation à débits radial et tangentiel

Mobile	Exemple
Turbine à disque type Rushton à n_p pales droites, inclinées, incurvées, ou concaves $4 \leq n_p \leq 12$	
Turbine à pales droites ou incurvées $2 \leq n_p \leq 6$	
Turbine fermée aspirant axialement et refoulant radialement	



(b) débit radial

26

1. Mise en œuvre du mélange
2. Appareillage
3. Sécurité de l'opération de mélange

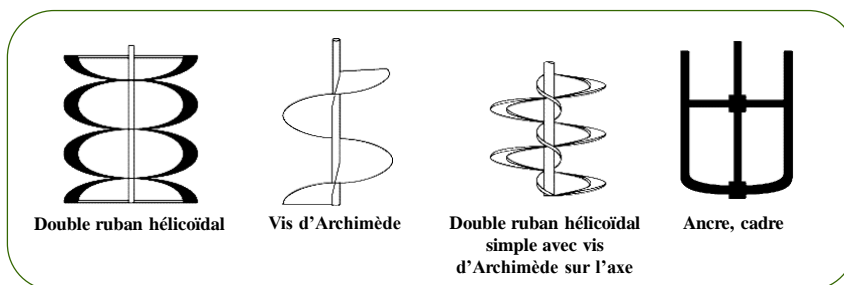
2. Appareillage

- 2.1. Principe d'extrapolation du pilot à l'échelle industrielle
- 2.2. Cuves agitées et mélange de milieux liquides
- 2.3. Mélange de milieux pâteux de rhéologie complexe
 - a. Mélangeurs en discontinu
 - b. Mélangeur horizontal en continue
- 2.4. Représentation symbolique

a. Mélangeurs en discontinu

- Agitateurs de proximité
- Pour les milieux fortement visqueux, il faut utiliser des mobiles d'agitation qui concernent tout le fluide

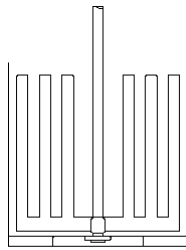
☛ Agitateurs de proximité
ancre, cadre, vis hélicoïdale simple ou double...



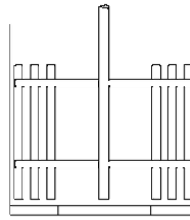
Principaux types de mobiles de proximité adaptés aux cuves agitées

a. Mélangeurs en discontinu

- Ces systèmes tentent de pallier les défauts des agitateurs classiques face aux milieux fortement visqueux en brassant l'ensemble du milieu et en agitant les zones pariétales (proches de la paroi) et le cœur de la cuve.
- Plusieurs fabricants proposent des mobiles de forme plus ou moins compliquée tels que l'agitateur-grille ou l'agitateur-herse



Agitateur grille

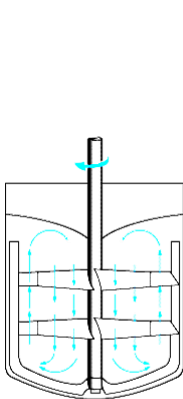


Agitateur-herse

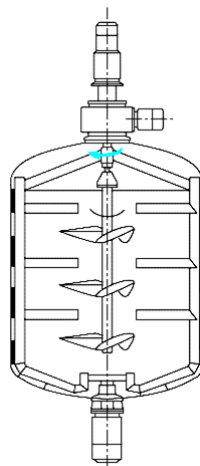
29

a. Mélangeurs en discontinu

- Mélangeurs à double mouvement



Mobiles couplés



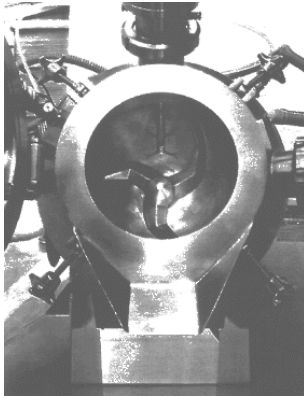
Mobiles découplés

- Combiner l'action de deux types d'agitateurs qui peuvent tourner en sens inverse
- Intéressants pour les réacteurs à grands volumes dans lesquels la viscosité varie avec des effets thermiques importants
- Il est difficile d'optimiser les caractéristiques géométriques et opératoires pour obtenir l'action la plus efficace, de deux types de mobiles agissant simultanément

30

a. Mélangeurs en discontinu

- Mélangeurs à larges turbines en fond de cuves cylindriques



Mélangeur Turbosphère

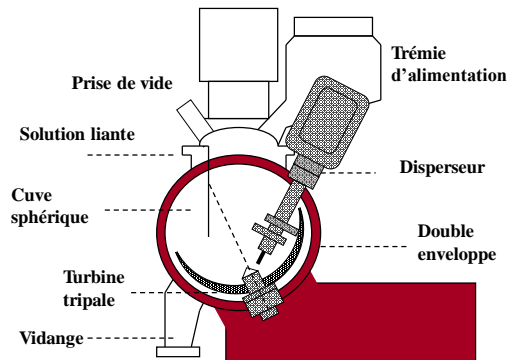
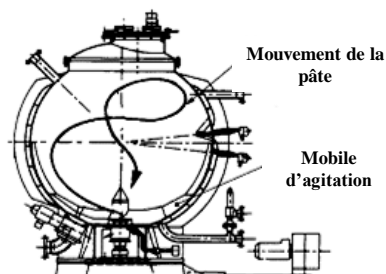


Schéma de principe du Turbosphère

31

a. Mélangeurs en discontinu

- Mélangeurs à larges turbines en fond de cuves cylindriques



Mélangeur Turbosphère

- Le mobile d'agitation est une turbine appelée « Turbine refoulante » constituée de 3 pales reliées entre elles au niveau de l'axe de rotation
- Le mobile d'agitation balaye le fond de la cuve; le milieu à mélanger remonte le long de la paroi puis redescend sur l'axe
- La forme sphérique de la cuve lui confère une haute résistance mécanique et une grande facilité de nettoyage

32

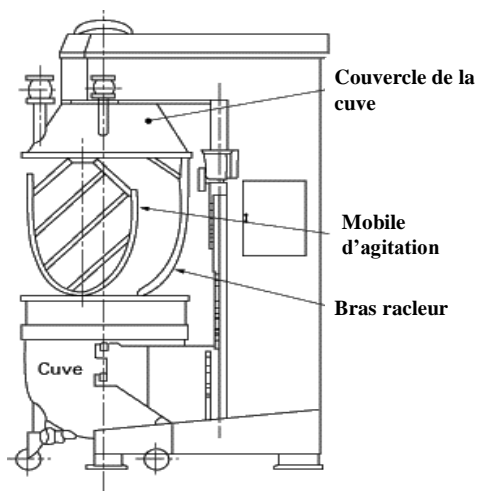
a. Mélangeurs en discontinu

- Mélangeurs à larges turbines en fond de cuves cylindriques
- Ce mélangeur est approprié pour les **pâtes très visqueuses** ($\eta > 100 \text{ Pa.s}$) ainsi que les **poudres** dans le cas de la granulation humide
- Ce mélangeur est aussi utilisé comme **mélangeur – granulateur – sécheur**
- La double enveloppe assure la variation de température pour le séchage et le refroidissement du mélange
- Le disperseur à couteaux placé latéralement permet la dispersion des agglomérats
- Cet appareil assure un mélange rapide mais une consommation énergétique très élevée

33

a. Mélangeurs en discontinu

- Mélangeurs planétaires

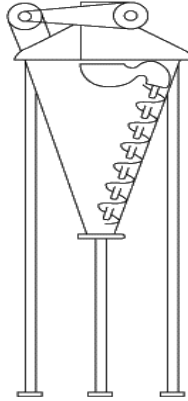


Mobile simple

34

a. Mélangeurs en discontinu

■ Mélangeurs planétaires



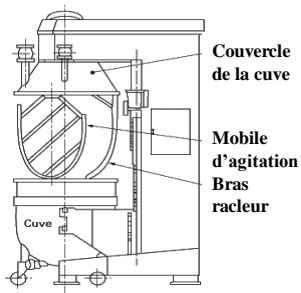
Nautamix

- L'agitateur planétaire de type Nautamix est constitué d'une vis d'Archimède en rotation se déplaçant le long de la paroi d'une cuve conique

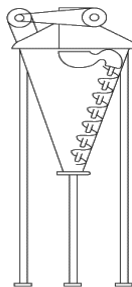
35

a. Mélangeurs en discontinu

■ Mélangeurs planétaires



Mobile simple
(doc Rayneri)

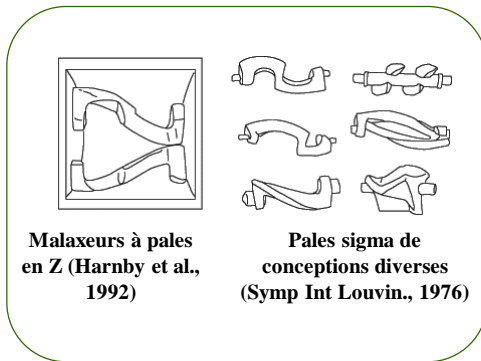


Nautamix

- Mouvement double puisque l'arbre du mobile suit lui-même un mouvement plus ou moins complexe autour de l'axe de la cuve; en général il s'agit d'une rotation à proximité de la paroi
- Appareils adaptés pour pétrir et mélanger des pâtes dont la viscosité peut atteindre 5000 Pa.s
- Volume du mélange limité à 1 m³ et nécessite une puissance d'au moins 4 kW.m⁻³

36

a. Mélangeurs en discontinu

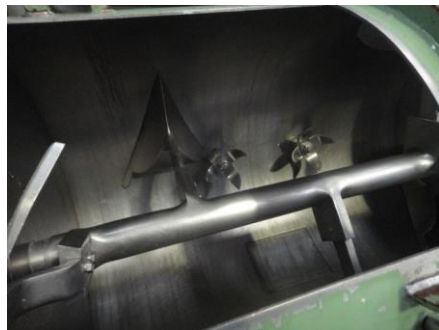
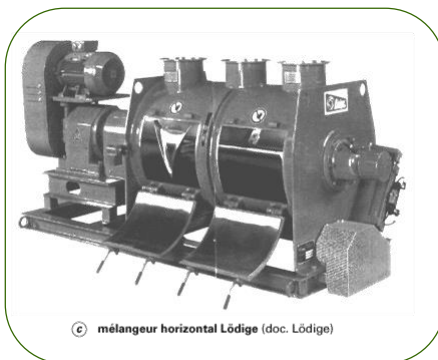


■ Malaxeurs horizontaux à pales sigma ou Z

- Utilisés pour le mélange de produits pâteux dans le domaine de viscosité ≈ 100 à ≈ 1000 Pa.s
- Ces mobiles d'agitation sont généralement utilisés par paire
- La consommation énergétique est élevée, elle peut atteindre plusieurs dizaines de kW.m⁻³

37

a. Mélangeurs en discontinu

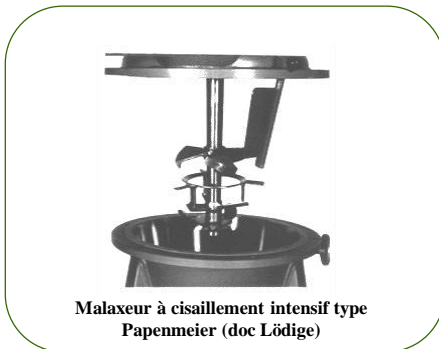


■ Malaxeurs à rubans horizontaux de type Lödige

- Malaxeurs horizontaux à soc de charrue
- Adaptés pour le fonctionnement des produits pâteux et leur transformation en produits pulvérulents

38

a. Mélangeurs en discontinu

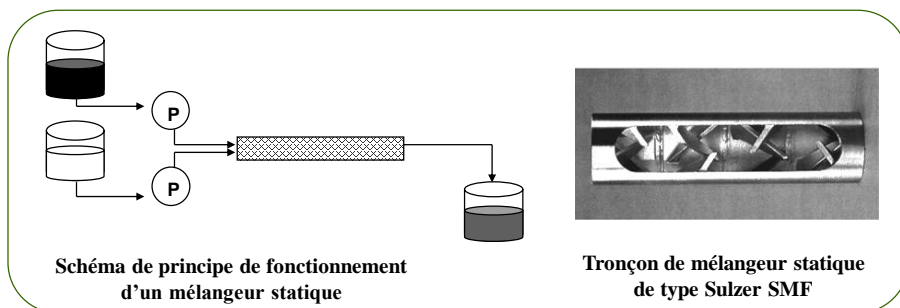


■ Mélangeurs intensifs à forts cisaillement

- Les vitesses des mobiles peuvent atteindre 40 m.s^{-1}
- La consommation énergétique est très élevée, elle peut atteindre une centaine de kW.m^{-3}
- Très efficaces pour la dispersion rapide des solides dans des liquides

39

b. Mélangeurs horizontaux en continu

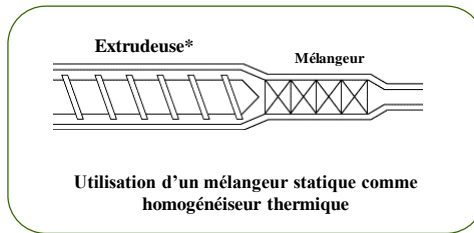


■ Mélangeurs statiques

- Constitués de tubes vides dans lesquels sont insérés des éléments diviseurs fixes appelés « tronçons » en nombre ajustable et de formes diverses
- Les fluides sont introduits à l'aide de pompes
- En régime laminaire ces géométries internes divisent le fluide en strates de plus en plus fines, donc un mélange d'autant plus efficace
- Avec certains mélangeurs, les strates sont à la fois divisés et mis en rotation sur elles mêmes => augmentation de la capacité d'homogénéisation de l'appareil
- Ces mélangeurs opèrent sur un vaste domaine de température et supportent de fortes pressions

40

b. Mélangeurs horizontaux en continu



■ Mélangeurs statiques

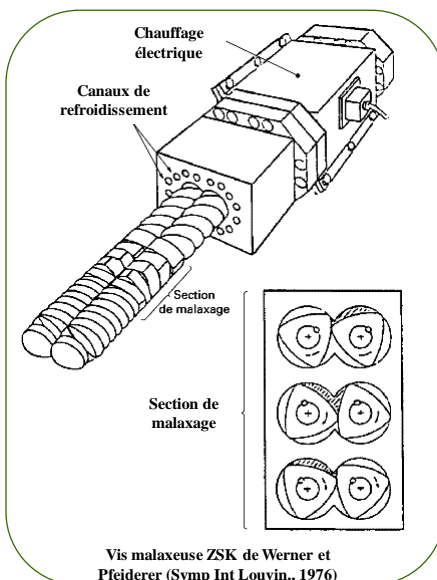
- Les mélangeurs statiques sont souvent utilisés comme homogénéiseurs thermiques à la sortie d'extrudeuses pour réaliser un bon transfert thermique avec la paroi
- Amélioration du coefficient de transmission thermique par rapport au tube sans tronçons de mélange

- Les mélangeurs statiques sont utilisés dans l'industrie des polymères, et dans l'homogénéisation thermique de milieux de haute viscosité
- De maintenance aisée, ils représentent un coût très inférieur aux mélangeurs dynamiques

*L'extrusion est un procédé mécanique par lequel un matériau mis sous pression est contraint de traverser une filière qui lui donnera la forme d'un profilé de grande longueur

41

b. Mélangeurs horizontaux en continu









■ Malaxeurs-extrudeurs* en ligne

- Particulièrement adaptés à l'incorporation d'additifs à des pâtes ou à l'homogénéisation de différents polymères,
- Ils peuvent être constitués de vis simple, double ou de géométrie modulable comme les vis-malaxieuses
- Ces vis-malaxieuses assurent également le déplacement du matériau

*L'extrusion est un procédé mécanique par lequel un matériau mis sous pression est contraint de traverser une filière qui lui donnera la forme d'un profilé de grande longueur

42




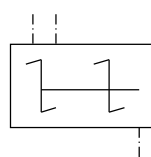
2.4. Représentation symbolique

	Désignation	Symbole NF E 04-202-3
Symboles généraux	Mobile (agitateur)	
Symboles particuliers	Hélice	
	Turbine ouverte	
	Turbine fermée	
	Pale plane	
	Ancre	



43

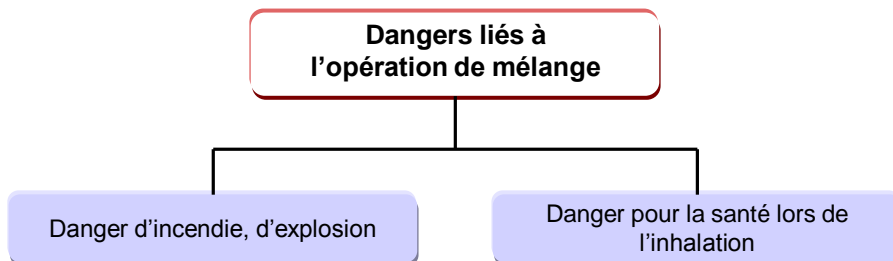
2.4. Représentation symbolique

	Désignation	Symbole NF E 04-202-3
Symboles particuliers	Agitateur à pales courbes	
	Vis	
Mobiles alternatifs	Disque perforé	
Mélangeurs	Malaxeur	

44

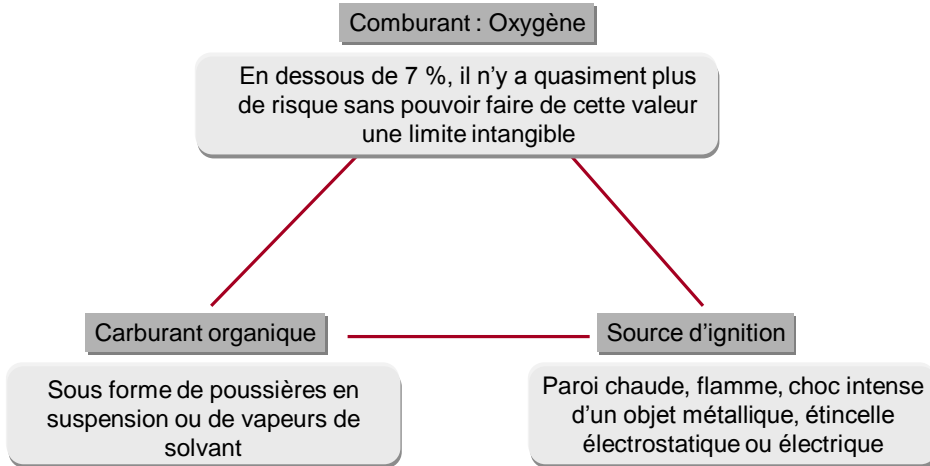
3. Sécurité de l'opération de mélange

- 3.1. L'incendie et l'explosion
- 3.2. Danger dû aux poussières de poudres
- 3.3. Analyse des risques d'explosion d'un mélange dans une cuve agitée



3.1. L'incendie et l'explosion

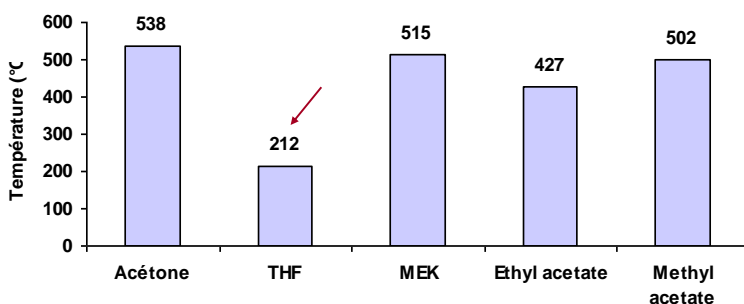
■ Conditions d'explosion



47

3.1. L'incendie et l'explosion

■ Dans le cas de solvants on définit la Température d'auto-inflammation



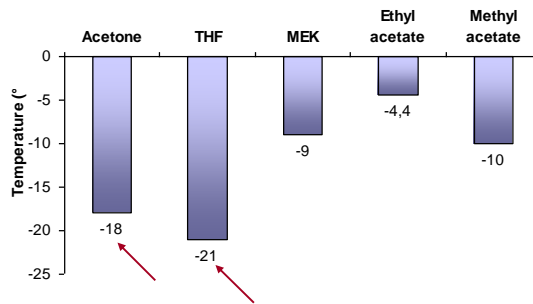
Comparaison de la température d'auto-inflammation des différents solvants

- La température d'auto-inflammation est la température minimale pour laquelle un mélange combustible de pression et de composition données s'enflamme spontanément sans autre apport d'énergie comme une flamme ou une étincelle.
- Plus cette température est faible, plus le produit est auto-inflammable

48

3.1. L'incendie et l'explosion

- Dans le cas de solvants on définit Le point éclair



Comparaison du point éclair de différents solvants

- Le point d'éclair correspond à la température la plus faible, normalisée à la pression barométrique de 1 atmosphère, à laquelle les vapeurs au-dessus de la surface d'un échantillon s'enflamment lorsqu'elles sont exposées à une source d'ignition, dans des conditions d'essai précises.
- Le risque d'inflammation est donc d'autant plus élevé que le point d'éclair est faible.

49

3.1. L'incendie et l'explosion

- La présence d'un solvant impose des équipements dont la sécurité électrique doit être améliorée ou même antidéflagrants.
- Dans le cas de la mise en œuvre d'un solvant, il est recommandé de travailler sous vide ou sous atmosphère inerte.
- Les atmosphères doivent être contrôlées, aussi bien au chargement qu'au déchargement du mélangeur.

• Les valeurs limites de concentration admissible dans l'atmosphère de travail sont régulièrement publiées pour de nombreux composés chimiques

• Ces valeurs sont prises en considération pour déterminer une ventilation correcte dans l'atelier où se trouve le mélangeur

50

3.2. Danger dû aux poussières de poudres

- Sont considérées comme poussières les particules solides qui ont une vitesse de chute inférieure à 0.25 m.s^{-1} ($d_p = 100 \text{ }\mu\text{m}$).
- Les particules dont le $d_p = 3 \text{ }\mu\text{m}$ peuvent atteindre les alvéoles et donc la zone pulmonaire d'échanges gazeux.

- Particules nocives pour l'organisme :
 - Soit par leur nature si elles sont irritantes, toxiques ou pathogènes.
 - Soit par seul effet de surcharge pulmonaire.

- Dans le cas de poussières combustibles, on définit La concentration minimale explosive CME
- La CME dépend de
 - la granulométrie de la poudre,
 - l'énergie de la source d'inflammation,
 - du volume et de la forme de l'enceinte.

- Pour des poussières de diamètre $d_p < 100 \text{ }\mu\text{m}$ la $10 < \text{CME} < 60 \text{ g.m}^{-3}$

51

3.2. Danger du aux poussières de poudres

- Au cours de la mise en œuvre d'opérations de mélange, les concentrations en poussières représentant des risques d'explosion et des risques pour la santé humaine ne peuvent être atteintes qu'au voisinage des trémies d'alimentation.

- Il est nécessaire d'entourer l'alimentation du mélangeur par des anneaux aspirants ou d'utiliser une trémie de chargement à aspiration intégrée.

52

3. Sécurité de l'opération de mélange

- 3.1. L'incendie et l'explosion
- 3.2. Danger dû aux poussières de poudres
- 3.3. Analyse des risques d'explosion d'un mélange dans une cuve agitée

3.3. Analyse des risques d'explosion d'un mélange dans une cuve agitée

- Chaque installation est un cas particulier puisque les dangers sont aussi dus à la composition des produits à mélanger

- Cas N° 1 : arrêt accidentel de l'alimentation en azote
 - Le concentration de l'oxygène dans le réacteur devient de plus en plus importante
 - Risque d'explosion

- Cas N° 2 : coupure d'électricité
 - Moteur électrique, arrêt de l'agitation
 - Création de gradient de concentration des produits dans le réacteur
 - Absence de chauffage ou de refroidissement du mélange
 - Si une réaction a lieu, elle peut continuer sans agitation
 - Risque d'explosion