

---

# Mécanismes et dynamique du mélange des poudres et caractérisation de l'homogénéité de mélanges de poudres

---



Jean-François DEMEYRE  
AVRIL 2004



École des Mines d'Albi  
Centre Poudres et Procédés  
81013 ALBI Cedex 09

# Table des matières

<b>Table des matières</b>	<b>i</b>
<b>Table des figures</b>	<b>ii</b>
<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Le mélange et les mélangeurs</b>	<b>2</b>
1.1 Introduction . . . . .	2
1.2 Mécanismes de mélange et de ségrégation . . . . .	2
1.2.1 Mécanismes de mélange . . . . .	2
1.2.2 Mécanismes de ségrégation . . . . .	3
1.2.3 Comment éviter la ségrégation . . . . .	5
1.3 Propriétés des poudres influençant leur écoulement . . . . .	6
1.4 Les différents types de mélangeurs . . . . .	9
1.4.1 Les mélangeurs convectifs . . . . .	9
1.4.2 Les cuves tournantes . . . . .	9
1.4.3 Les mélangeurs à impacts . . . . .	10
1.4.4 Les mélangeurs à haut cisaillement . . . . .	11
1.4.5 Les mélangeurs statiques . . . . .	11
1.4.6 Les combinaisons de mélangeurs . . . . .	12
<b>2 L'état de mélange</b>	<b>14</b>
2.1 Un concept à plusieurs échelles . . . . .	14
2.2 Échantillonnage : estimation de la qualité du mélange . . . . .	16
2.2.1 Estimation et statistiques . . . . .	16
2.2.2 Méthodes d'échantillonnage . . . . .	17
2.2.3 Conclusion . . . . .	18
<b>3 Les méthodes de mesures en ligne de l'homogénéité de mélange</b>	<b>19</b>
3.1 Les méthodes capacitives . . . . .	19
3.2 Les méthodes proche infrarouge . . . . .	19
3.3 Les méthodes par analyse d'images . . . . .	20
3.4 Conclusion . . . . .	22
<b>Bibliographie</b>	<b>23</b>

# Table des figures

1.1	Simulation du mélange par convection et/ou diffusion . . . . .	3
1.2	Schémas des différents mécanismes de ségrégation. . . . .	4
1.3	Mise en évidence des étapes ségrégantes . . . . .	6
1.4	Couche d'humidité adsorbée entre deux particules . . . . .	7
1.5	Relation entre la tension superficielle et la taille des particules . . . . .	9
1.6	Quelques exemples de mélangeurs convectifs. . . . .	10
1.7	Quelques exemples de mélangeurs à cuves tournante en V. . . . .	10
1.8	Broyeur à galets-meules. . . . .	11
1.9	Silo-mélangeur . . . . .	11
2.1	Mélanges à même homogénéité ayant des structures différentes . . . . .	15
2.2	Allure typique d'un autocorrélogramme . . . . .	15
2.3	Notion d'échelle et d'intensité de ségrégation. . . . .	16
2.4	Évolution des valeurs des bornes d'un intervalle de confiance . . . . .	17
2.5	Différentes étapes d'un prélèvement dans un mélange . . . . .	18
3.1	Schéma du principe de mesure de la capacité électrique. . . . .	19
3.2	Schéma du mélangeur Nauta muni de l'interface NIR . . . . .	21
3.3	Schéma du montage expérimental de fraike . . . . .	21

# Introduction

Le mélange des solides divisés (poudres, milieux granulaires) est une opération clé pour de nombreux domaines industriels (pharmacie, agro-alimentaire, ciments, matières plastiques. . .). Régulant l'homogénéité de composition à l'échelle requise, qui est souvent celle du conditionnement, elle est en effet la première responsable de l'atteinte des spécifications et propriétés d'usage des produits formulés. Mais la notion d'homogénéité d'un mélange de solides, indissociable de celles d'échelles d'observation et de ségrégation, reste difficile à atteindre par la mesure. Dans la plupart des cas, on doit en effet avoir recours à une estimation par le biais du prélèvement d'échantillons, ce qui pose des problèmes d'ordres techniques et statistiques. Le développement actuel de méthodes de mesures en ligne, non intrusives, devrait toutefois permettre prochainement une meilleure définition, et un meilleur contrôle, de l'homogénéité.

L'atteinte d'une certaine qualité de mélange est essentiellement due à des aspects dynamiques, eux-mêmes liés aux mécanismes qui président à la mise en mouvement des particules : convection, cisaillement et diffusion. Ces mécanismes sont le fait, non seulement des propriétés d'écoulement des produits, mais aussi des possibilités technologiques des appareils de mélange. De ce point de vue, les mélangeurs utilisés dans l'industrie sont de trois principaux types, selon que l'agitation est produite par 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). On peut employer aussi bien des procédés de mélange en continu qu'en discontinu, le choix s'effectuant selon les contraintes de production et l'usage des différents secteurs d'activité.

Comme c'est le cas pour d'autres opérations unitaires mettant en jeu des solides divisés, les connaissances scientifiques de base font encore défaut pour expliciter clairement la phénoménologie du mélange, ceci étant probablement le fait de la nature mésoscopique de ces milieux et notamment du manque de modèles pour décrire ces milieux à cette échelle. Dans le cadre d'une approche systémique de cette opération et donc macroscopique, puisqu'à l'échelle du réacteur, il est cependant possible de prendre en compte certains aspects dynamiques classiques en Génie des Procédés (cinétique de mélange, Distribution des Temps de Séjour, puissance consommée. . .) et de modéliser globalement l'opération. Enfin, il est nécessaire de considérer que la notion de qualité de mélange doit être intégrée au niveau de l'ensemble d'un procédé, la présence d'étapes induisant la ségrégation (transports, stockages) pouvant faire évoluer l'homogénéité d'un mélange au-delà du mélangeur.

# Chapitre 1

## Le mélange et les mélangeurs

### 1.1 Introduction

Le mélange des poudres diffère du mélange des liquides par quatre aspects [1] :

- Il n'y a pas de mouvement relatif des particules solides comme pour les liquides ou les gaz sans apport d'énergie. La vitesse d'homogénéisation des poudres ne dépend que des propriétés d'écoulement des particules et des conditions opératoires imposées extérieurement.
- 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 toujours accompagnée d'un processus de démixtion appelé ségrégation qui ne permet souvent pas l'obtention d'un mélange parfait. L'état final d'un mélange est un équilibre réversible entre un processus d'homogénéisation et un de démixtion. Ce phénomène de ségrégation est particulier dans le cas des solides et peut être induit par l'agitation.
- Enfin, la taille d'une particule solide est toujours largement plus élevée que n'importe quelle molécule de liquide ou de gaz. Ce qui 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. Par opposition au mélange de liquides ou de gaz, un mélange de poudre n'est jamais dans un état irréversible et tout mouvement peut entraîner un déplacement de l'équilibre ségrégation/mélange. 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.

Les phénomènes de mélange et de ségrégation des poudres étant intimement liés entre eux ainsi qu'aux propriétés physiques des constituants, une étude des mécanismes de ce processus dans le système étudié s'impose afin d'optimiser la qualité d'un mélange.

Ainsi, le phénomène de ségrégation est extrêmement lié aux propriétés d'écoulement des particules : une poudre qui ne s'écoule pas bien ne ségrége pas. Par contre, une poudre qui s'écoule très bien aura tendance à ségréger. Ces considérations sont essentielles dans le choix et le dimensionnement des mélangeurs.

### 1.2 Mécanismes de mélange et de ségrégation

#### 1.2.1 Mécanismes de mélange

Lacey [2] a distingué trois catégories de mécanismes de mélange :

- Mélange par diffusion : il s'agit d'un déplacement individuel des particules initié par des chocs et aboutissant à une redistribution individuelle des particules. 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, un ensemble de particules est mis en mouvement par un mobile au sein du mélangeur. Ceci nécessite le plus souvent l'intervention d'une force extérieure telle qu'une pale d'agitation pour amener une forte énergie au solide divisé.
- Mélange par cisaillement : dans ce cas, apparaissent des plans de glissement de couches de particules dans le mélange sous une action mécanique. Le mouvement relatif de 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 de ces mécanismes est imposée par le type de mélangeur utilisé mais aussi par la nature des particules. Le mélangeur privilégie un mécanisme selon son action mécanique. Seules des notions qualitatives peuvent être émises pour évaluer l'action des caractéristiques des poudres sur le type de mécanisme. La figure 1.1 représente l'évolution d'un lot soumis à un mécanisme de diffusion et/ou de convection. La synergie des deux mécanismes accélère fortement le processus de mélange.

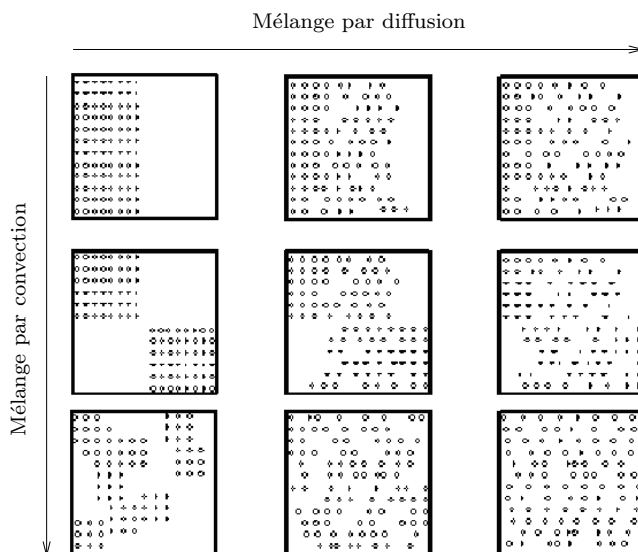


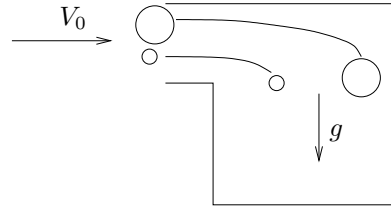
FIG. 1.1 – Simulation du mélange d'un lot de particules par convection et/ou diffusion (d'après Schofield [3]).

### 1.2.2 Mécanismes de ségrégation

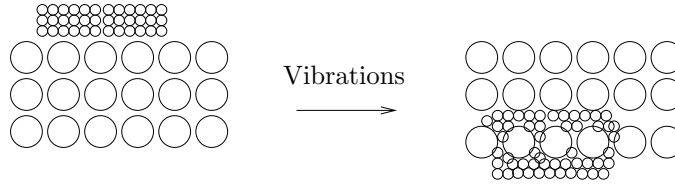
La ségrégation, aussi appelée dé-mélange, est le processus inverse du mélange. Les phénomènes de ségrégation apparaissent dans un mélangeur quand des différences de propriétés entre les particules imposent un mouvement préférentiel de certaines d'entre elles dans une certaine partie du mélangeur. Les propriétés suivantes sont données par ordre décroissant suivant leur sensibilité au phénomène de ségrégation :

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

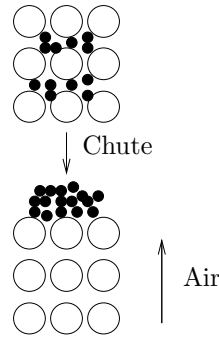
Williams [4] a différencié trois mécanismes de ségrégation : ségrégation due aux trajectoires, ségrégation par percolation, ségrégation par élutriation (cf. figure 1.2).



(a) Ségrégation due aux trajectoires



(b) Ségrégation par percolation des fines



(c) Ségrégation par élutriation

FIG. 1.2 – Schémas des différents mécanismes de ségrégation.

### 1.2.2.1 Ségrégation due aux trajectoires

Lors d'une opération de mélange ou de transport, les particules peuvent parfois se déplacer librement. Les vitesses terminales de chute atteintes peuvent être données par la loi de Stokes (cf. équation 1.1) sous certaines conditions. Si le Reynolds granulaire (cf. équation 1.2)  $Re_g < 1$  i.e. si le régime est dit laminaire.

$$V_{max} = \frac{g}{18\mu} (\rho_s - \rho_l) d^2 \quad (1.1)$$

Avec :	$V_{max}$	la vitesse maximale de chute,	$[m \cdot s^{-1}]$
	$g$	l'accélération,	$[m \cdot s^{-2}]$
	$\mu$	la viscosité du fluide,	$[Pa \cdot s]$
	$\rho_s$	la masse volumique du solide,	$[kg \cdot m^{-3}]$
	$\rho_l$	la masse volumique du fluide,	$[kg \cdot m^{-3}]$
	$d$	le diamètre de la particule.	$[m]$

$$Re_g = \frac{\rho_{fluide} U d_g}{\mu} \quad (1.2)$$

Avec :	$\rho_{fluide}$	la masse volumique du fluide,	$[kg \cdot m^{-3}]$
	$U$	la vitesse relative,	$[m \cdot s^{-1}]$
	$d_g$	le diamètre du grain,	$[m]$
	$\mu$	la viscosité du fluide.	$[Pa \cdot s]$

Ainsi, les vitesses de chute sont forcément influencées par le diamètre des particules. Si des particules ont un rapport de diamètre égal à 2 (valeur couramment rencontrée), le rapport des vitesses est de 4. On peut montrer qu'une particule de diamètre  $d_p$  et de densité  $\rho_s$ , projetée horizontalement à une vitesse initiale  $u_0$ , depuis une hauteur infinie parcourt donc au maximum une distance  $D$  (cf. équation 1.3).

$$D = \frac{u_0 \rho_s d_p^2}{18 \mu} \quad (1.3)$$

Avec :  $\mu$  la viscosité du fluide. [ Pa · s ]

La distance parcourue augmente avec le carré du diamètre. C'est pourquoi, en bout de bande transporteuse, il existe un phénomène de ségrégation important : les grosses particules vont plus loin dans le bac de stockage que les fines.

### 1.2.2.2 Ségrégation par percolation des fines

Au cours du mélange ou de tout mouvement de particules, des lacunes inter-particulaires 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 est prépondérant lors du déversement en tas de mélanges, où les grosses particules se retrouvent préférentiellement sur les bords du tas. 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 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 et donc de bloquer le système.

### 1.2.2.3 Ségrégation par élutriation

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'accroît dans une enceinte fermée sans circulation d'air.

## 1.2.3 Comment éviter la ségrégation

Les poudres à écoulement libre présentent de nombreux avantages non seulement au point de vue technique mais également au point de vue commercial. En effet, leur taille souvent plus grossière facilite leur écoulement non seulement 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 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,
- Redessiner l'équipement de la chaîne de production.

En ce qui concerne la formulation, il faut réduire l'écart entre les caractéristiques des particules. Par exemple, les distributions granulométriques doivent être peu dispersées à l'aide d'un procédé contrôlé de granulation ou de cristallisation. De même, on peut envisager de réduire cette taille 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 particules qui ne favorise pas la mobilité, telle que des aiguilles, pour stabiliser le mélange.

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, le mélangeur doit privilégier le déplacement de groupes de particules et limiter le mouvement individuel des particules. 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 1.3).

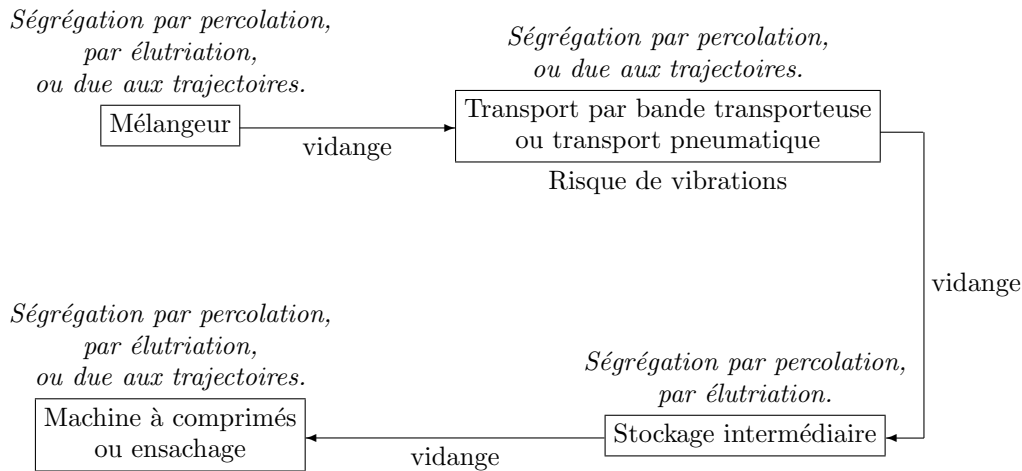


FIG. 1.3 – Exemple type de production de médicament et mises en évidence des étapes ségrégentes

### 1.3 Propriétés des poudres influençant leur écoulement

Les systèmes particuliers sont classés selon leurs propriétés de taille, forme, porosité des grains, porosité d'un ensemble de particules... Deux grandes catégories sont distinguées :

- Les poudres à écoulement libre : en général, leur diamètre moyen est supérieur à  $100\ \mu m$ . 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. Ces poudres ont donc une forte tendance à ségréger.
- Les poudres cohésives : leur diamètre moyen est en général inférieur à  $30\ \mu m$ . Ces poudres possèdent de fortes liaisons inter-particulaires tels que les forces de van der Waals, les forces électrostatiques..., qui peuvent entraîner la formation d'agglomérats. Si de telles poudres posent des problèmes d'écoulement ou de stockage, elles n'ont pas de fortes tendances à ségréger.

Le mélange des poudres est fortement dépendant des propriétés d'écoulement des constituants, elles-mêmes liées directement aux caractéristiques des poudres, telles que :

- Cohésion : Plus la taille des particules est petite (environ inférieur à  $30\ \mu m$ ), plus les forces inter-particulaires sont importantes devant leur poids et plus les poudres ont tendance à être cohésives. Pour des poudres de taille supérieure à  $100\ \mu m$ , les poudres sont dites à écoulement libre et ont une forte tendance à ségréger.
- Distribution granulométrique : Ségrégation par la taille, les fines occupent les interstices laissés par les particules plus grosses. C'est pour cela que les grosses particules remontent à la surface d'un mélange lors de vibrations par exemple. Plus l'écart de taille entre les particules est grand, plus le phénomène de ségrégation est important.
- Densité vraie et apparente : comme dans le cas précédent, une différence de densité vraie entre les constituants est défavorable au mélange.
- Forme et propriétés de surface des particules : elles influent directement sur les caractéristiques d'écoulement des produits.

- Friabilité : la formation de poussière est gênante dans plusieurs procédés, le choix du mélangeur doit donc tenir compte de la friabilité des poudres.

Les paramètres ambiants comme l'humidité et la température jouent aussi un rôle important car ils peuvent modifier les caractéristiques des poudres au cours du mélange. Ces différents paramètres influent sur les liaisons inter-particulaires et interviennent sur l'équilibre des forces appliquées aux particules. Les forces inter-particulaires peuvent être classées en trois catégories selon qu'elles sont causées par :

- L'humidité : Dans des conditions d'équilibre, la forme d'humidité retenue par une poudre est fonction de la nature des solides, de l'humidité ambiante, de la température et de la pression. Si l'humidité relative est inférieure à la 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 ponts liquides. Dans le premier cas, la liaison inter-particulaire 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 et la rugosité des particules. Dans le cas de deux sphères indéformables de diamètres différents, l'aire de contact est donnée par (cf. figure 1.4) :

$$S = 4\pi \left( \delta - \frac{y}{2} \right) R_2 \left( \frac{m}{m+1} \right) \quad (1.4)$$

Avec :	$\delta$	l'épaisseur de la couche adsorbée,	[ m ]
	$y$	la distance entre les deux sphères,	[ m ]
	$R_2$	le diamètre de la sphère la plus petite,	[ m ]
	$m = R_1/R_2$	le rapport des diamètres des deux sphères.	[ - ]

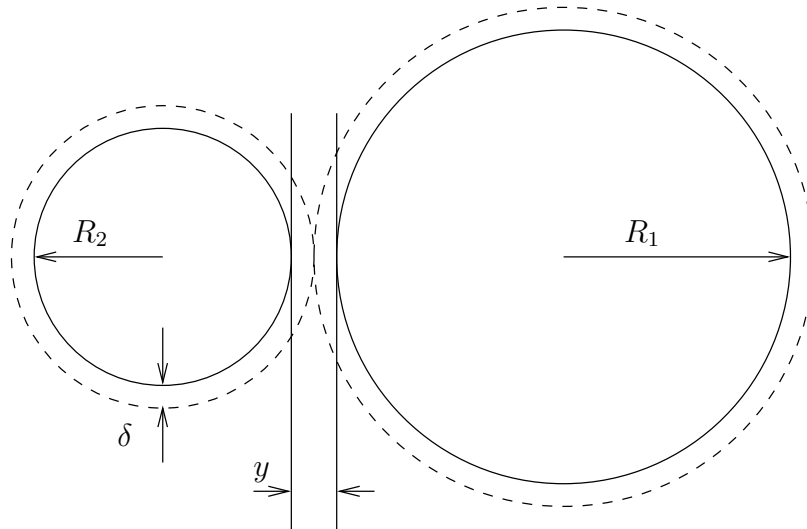


FIG. 1.4 – Couche d'humidité adsorbée entre deux particules de diamètres distincts d'après Harnby [5].

Dans le cas de l'eau comme liquide adsorbé et en considérant le poids de la plus petite particule comme unité de force, la force adimensionnelle de liaison  $f$  est donnée par :

$$f = \frac{3 \times 10^5 (\delta - y/2)}{\gamma R_2^2} \left( \frac{m}{m+1} \right) \quad (1.5)$$

Avec :	$\delta$	l'épaisseur de la couche adsorbée,	[ Å ]
	$y$	la distance entre les deux sphères,	[ Å ]
	$R_2$	le diamètre de la sphère la plus petite,	[ µm ]
	$m$	le rapport des diamètres des deux sphères.	[ - ]
	$\gamma$	la masse spécifique du liquide adsorbé.	[ kg · m <sup>-3</sup> ]

Si une des particules est très grande, la force de liaison s'accroît. Ainsi, 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.

L'humidité relative atmosphérique permet de déterminer la transition entre la liaison par couche adsorbée et la liaison par pont liquide. Quelques approches théoriques [6] 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 particulières favorisant une nature cohésive. Ce phénomène favorise la restructuration de l'arrangement de 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.

- Les charges électrostatiques : Des charges électrostatiques peuvent se concentrer à la surface de particules suite à leurs divers contacts/séparation avec les parois des installations ou entre elles (si de natures différentes). Ainsi, 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. Les effets de ce phénomène électrostatique sont encore difficilement appréhendés.
- Les forces de Van der Waals : Les forces de Van der Waals sont des forces attractives entre des molécules séparées par une distance grande devant leur taille. Ces forces décroissent avec la distance selon une loi puissance. Lifshitz [7] a étendu cette théorie dans le cas des solides divisés et a proposé la relation suivante dans le cas de l'attraction entre une sphère et une paroi plane :

$$F_{vdW} = \frac{\overline{hw}}{8\pi Z_0^2} R \quad (1.6)$$

Avec :  $R$  le rayon de la sphère, [ Å ]  
 $Z_0$  la distance entre la sphère et la paroi, [ Å ]  
 $\overline{hw}$  constante du système qui dépend de sa densité [ - ]  
 optique,

Cette relation peut s'étendre à l'interaction entre deux sphères :

$$F_{vdW} = \frac{\overline{hw}}{8\pi Z_0^2} \left( \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} \right) \quad (1.7)$$

D'après ces relations, le champ d'action de cette force est bien inférieur à celui imposé par les forces électrostatiques. Par contre, les forces électrostatiques sont beaucoup plus dépendantes de la nature du matériau, de ses propriétés de surfaces et des impuretés. Les forces de Van der Waals sont, elles, dépendantes de la compacité du lit de poudre affectant directement les distances inter-particulaires. A partir d'une certaine distance critique,  $Z_R$ , entre les particules, les forces d'attraction sont compensées par le poids des particules :

$$\frac{\overline{hw}}{8\pi Z_0^2} R = \frac{4}{3} \pi R^3 \rho g \quad (1.8)$$

Ainsi, pour les grosses particules, le champ d'attraction est du même ordre de grandeur que la rugosité de surface, si bien que les liaisons de Van der Waals peuvent être considérées comme négligeables (cf. figure 1.5).

Chacune des propriétés des poudres favorise un type d'écoulement. Pour un produit donné, il faut donc contrôler les mécanismes de mélange pour obtenir les caractéristiques du mélange voulues, en choisissant un mélangeur adapté.

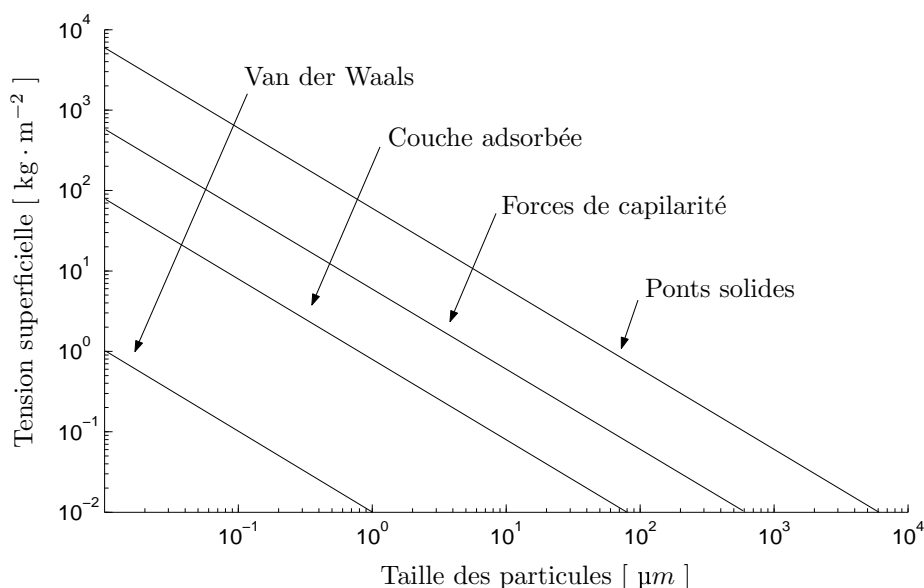


FIG. 1.5 – Relation entre la tension superficielle théorique des agglomérats en fonction de la taille des particules (d’après Rumpf [8]).

## 1.4 Les différents types de mélangeurs

Il existe de nombreux mélangeurs sur le marché mais ils peuvent néanmoins être classés dans quelques groupes génériques :

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

### 1.4.1 Les mélangeurs convectifs

Dans la majorité des mélangeurs convectifs, un système d’agitation est installé dans un appareil statique et les particules se déplacent par groupes d’un endroit à un autre dans la cuve de mélange. Les vitesses de rotation varient de 20 à 60 *tours/min* pour une capacité de cuve allant de quelques litres à plusieurs dizaines de  $\text{m}^3$ . Le mélangeur à ruban (cf. figure 1.6 (a)) est l’exemple le plus courant. Certains de ces mélangeurs fonctionnent à des vitesses d’agitation beaucoup plus élevées, comme les mélangeurs à turbine (cf. figure 1.6 (d)). Ainsi, ce système tend à fluidiser le lit de particules. Il faut toutefois surveiller de rapides montées en température. Dans les mélangeur à vis (cf. figure 1.6 (c)), la vis d’agitation peut se déplacer en périphérie de la cuve conique pour agrandir la zone de mélange.

### 1.4.2 Les cuves tournantes

Les mélangeurs par retournement 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, surtout dans l’industrie pharmaceutique. Une enceinte fermée est mise en rotation (vitesse de rotation de 3 à 100 *tours/min*) autour d’un axe forçant les particules à rouler les unes par rapport aux autres à la surface du mélange. Les mélangeurs par retournement les plus utilisés sont les mélangeurs cubiques, cylindriques en V ou en Y (cf. figure 1.7).

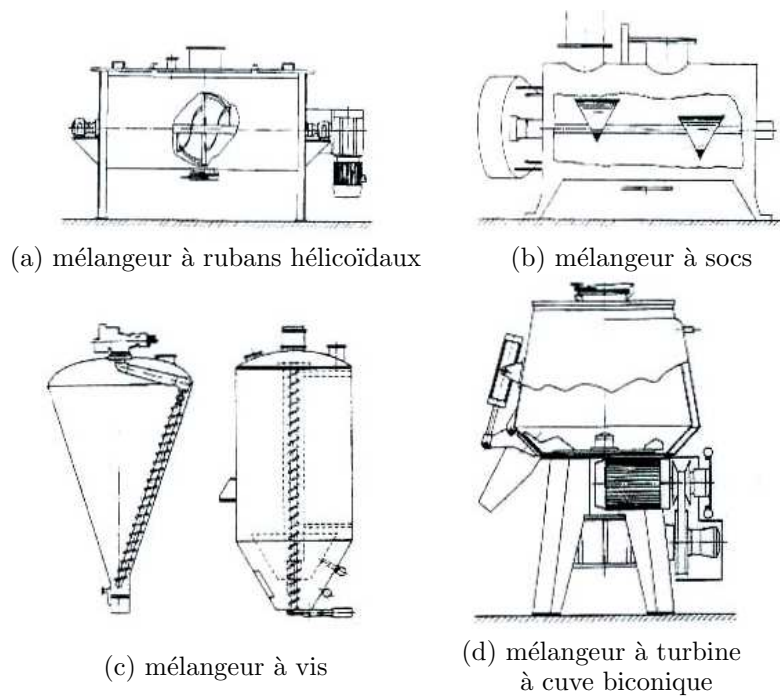


FIG. 1.6 – Quelques exemples de mélangeurs convectifs.

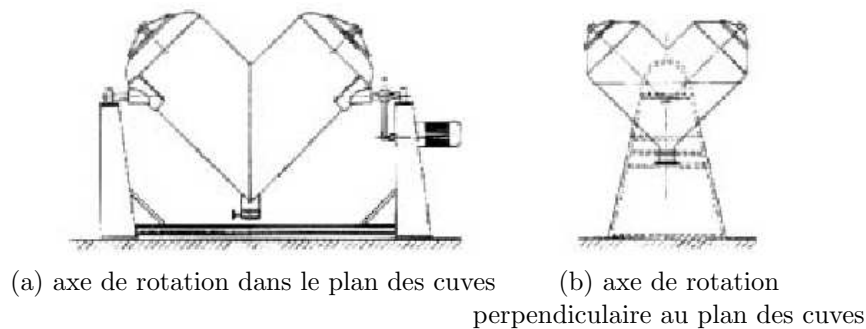


FIG. 1.7 – Quelques exemples de mélangeurs à cuves tournante en V.

### 1.4.3 Les mélangeurs à impacts

Les mélangeurs à impacts sont typiquement constitués d'un container statique dans lequel une lame, ou une barre intensificatrice tourne à des vitesses allant de 1000 à 3000 *tours/min*. La capacité de ces mélangeurs varie de 1 à 3  $m^3$  et en utilisation en continue, les débits peuvent aller jusqu'à 250 *tonnes/h*.

Avantages :

- utilisation possible en granulateur,
- utilisation possible pour le transfert thermique,
- nettoyage facile avec peu de démontage,
- l'énergie mise en jeu casse la plupart des structures,
- adaptation possible pour une utilisation en continue.

Inconvénients :

- capacité des batchs relativement faible,
- détérioration possible des particules,

- pas adapté aux mélanges ségrégants,
- les poudres cohésives peuvent stagner dans des zones mortes.

#### 1.4.4 Les mélangeurs à haut cisaillement

Pour ce type de mélangeurs un peu particuliers, le mécanisme peut s'apparenter à celui d'un mortier et d'un pilon. De forts cisaillements sont appliqués à la poudre entraînant le mélange. Ce type de mélangeur, comparable à certains broyeurs comme les broyeurs à broches ou à marteaux, permet de briser certains agglomérats de poudres très cohésives et d'améliorer leur qualité de mélange (cf. figure 1.8).

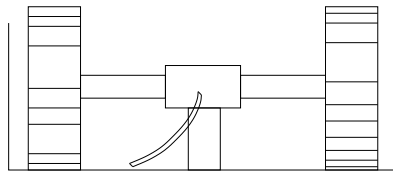


FIG. 1.8 – Broyeur à galets-meules.

Avantages :

- peut réduire la taille des particules,
- réduit les agrégats en particules primaires, même dans les systèmes très cohésifs,
- améliore la texture de la mixture.

Inconvénients :

- nécessité d'un pré-mélange,
- nettoyage difficile,
- non approprié pour les poudres à écoulement libre.

#### 1.4.5 Les mélangeurs statiques

Les mélangeurs statiques permettent de mélanger de grandes quantités de poudres par la circulation de celle-ci à travers des éléments fixes placés à l'intérieur d'enceintes à configuration simple. 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 doivent être utilisés que pour des poudres à écoulement très libre (cf. figure 1.9).

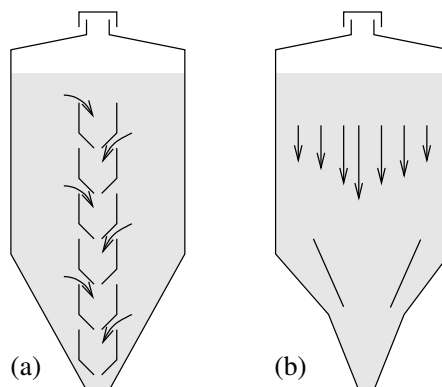


FIG. 1.9 – Silo-mélangeur : (a) plusieurs trémies internes, (b) une seule trémie interne.

### 1.4.6 Les combinaisons de mélangeurs

Les installations de mélange qui sont une combinaison de plusieurs mélangeurs peuvent offrir une certaine flexibilité au niveau des mécanismes de mélange et peuvent être très pratique pour des problèmes de mélange séquentiel ou dans les cas où la formulation du mélange est très variable. On obtient souvent des systèmes complexes difficiles à nettoyer.

Avantages :

- convient aux mélanges séquentiels,
- ajout à la flexibilité des procédés.

Inconvénients :

- le *scaling-up* est plus difficile à réaliser,
- les avantages procédés des mélangeurs simples peuvent être perdus.

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 <sup>3</sup>	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 possible au nettoyage	0, 5 à 4 kW	10 à 15000 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 10000 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 ségrégantes	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		silos	2 à 3 recyclages

TAB. 1.1 – Performances des mélangeurs



# Chapitre 2

## L'état de mélange

### 2.1 Un concept à plusieurs échelles

D'après Henri Berthiaux [9], l'objectif de toute opération de mélange de solides divisés consiste à produire, soit à partir de différents courants de solides (en continu), soit à partir de différentes couches de solides (en discontinu), ou bien encore à partir d'un pré-mélange de ces constituants, une certaine quantité de matière dont l'homogénéité doit satisfaire un usage particulier.

Pour une application donnée, il n'est donc pas utile de réaliser un mélange intime à l'échelle des particules, mais directement à celle qui confère les propriétés d'usage attendues, et 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, gellule, 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.

$$\sigma^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2 \quad (2.1)$$

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

Plus cette dernière 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.

Deux mélanges de mêmes variances peuvent avoir des structures totalement différentes (cf. figure 2.1), celles-ci pouvant avoir une répercussion sur la propriété d'usage du produit. Il est donc bien nécessaire de définir un critère macroscopique retranscrivant 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 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. Cet effet peut être quantifié par l'étude de la fonction d'auto-corrélation normalisée par la variance (ou de sa représentation graphique, un autocorrélogramme), définie par :

$$R(r) = \frac{\sum_{i=1}^{N-r} (x_i - \mu)(x_{i+r} - \mu)}{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2} \quad (2.2)$$

Avec :  $r$  l'intervalle entre deux échantillons.

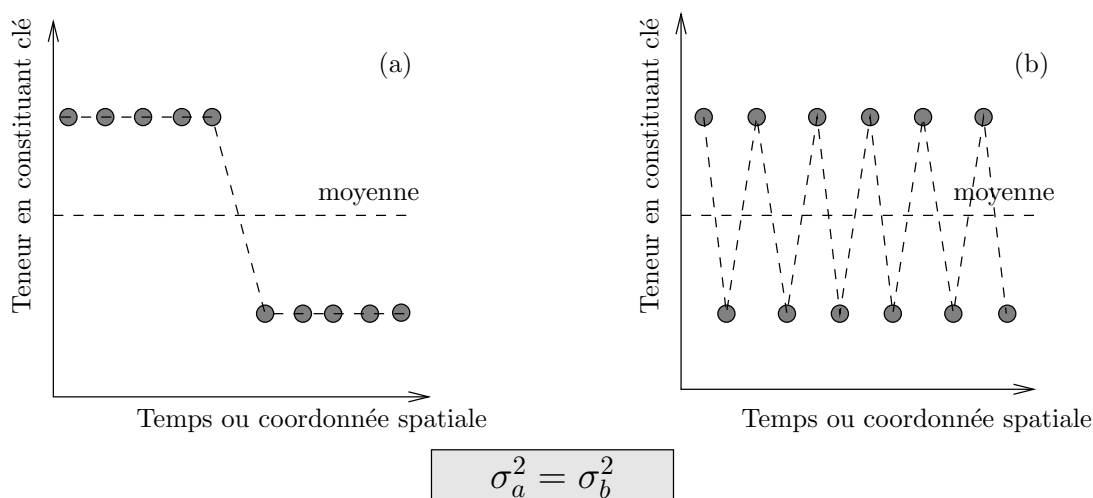


FIG. 2.1 – Deux mélanges ayant la même homogénéité globale peuvent avoir des structures radicalement différentes.

Lorsque cette fonction s'annule, les compositions des échantillons situés à la « distance »  $r_0$  correspondante se compensent et peuvent être considérées indépendantes : un écart, même important, 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 d'un autocorrélogramme (cf. figure 2.2), est appelée « échelle de ségrégation ».

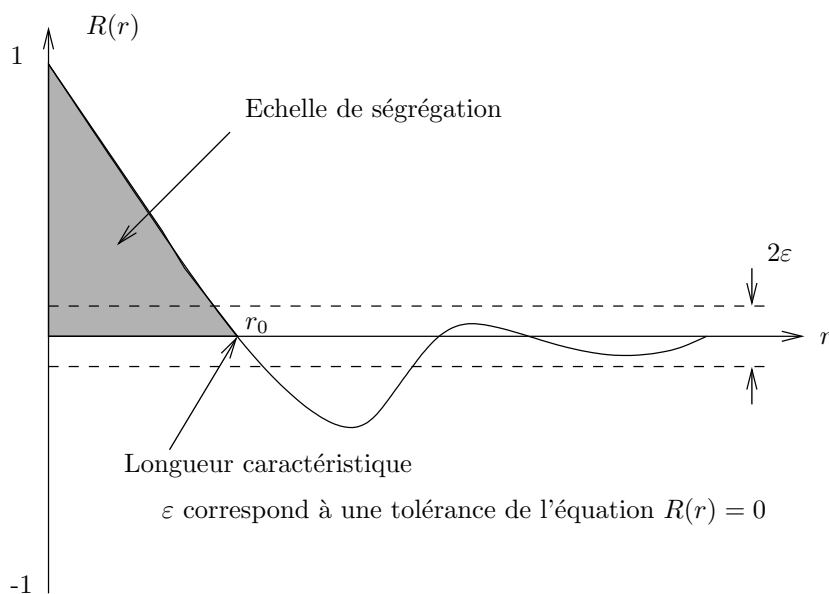


FIG. 2.2 – Allure typique d'un autocorrélogramme montrant les différentes notions associées.

La notion d'homogénéité de mélange est donc intimement liée à la manipulation de deux échelles (cf. figure 2.3) :

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.

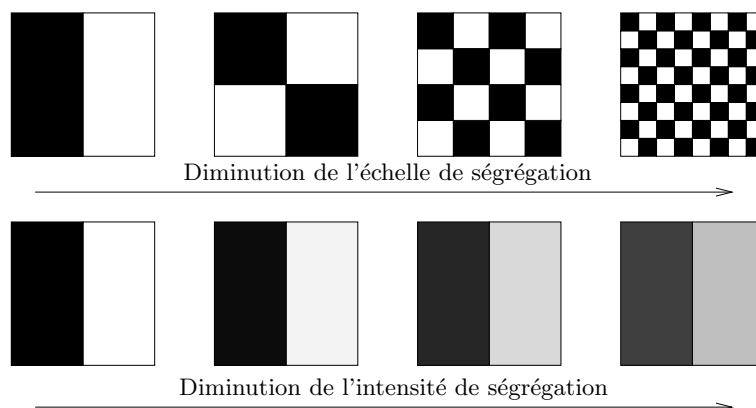


FIG. 2.3 – Notion d'échelle et d'intensité de ségrégation.

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.

## 2.2 Échantillonnage : estimation de la qualité du mélange

### 2.2.1 Estimation et statistiques

Il faut utiliser une technique de prélèvement adaptée et s'assurer de la validité statistique de la mesure. Estimer la qualité d'un mélange c'est donc avant tout extrapoler les valeurs mesurées de la teneur moyenne et de la variance (ou de tout autre critère global) à leurs valeurs vraies. Mais ce processus comporte deux écueils importants qui sont la taille des prélèvements et, surtout, le nombre d'échantillons prélevés.

En premier lieu, et afin de réduire les coûts associés au contrôle, on peut être tenté de diminuer le nombre d'échantillons à prélever en augmentant la taille de ces prélèvements. Mais ceci est une « fausse bonne idée », car ce faisant, on obtiendra une estimation de l'homogénéité à une échelle plus grande que celle d'observation, et on courra le risque de ne pas atteindre les propriétés recherchées à celle-ci. La seule alternative possible est donc de prélever un nombre suffisant d'échantillons. Dans ce cas, pour  $n$  échantillons considérés à la « taille » de l'échelle d'observation, nous pouvons à nouveau définir :

$$x_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (2.3)$$

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - x_m)^2 \quad (2.4)$$

Avec :  $n$  le nombre d'échantillons prélevés,  
 $x_m$  la teneur moyenne observée dans les  $n$  échantillons,  
 $s$  l'écart-type observé.

En tout état de cause, en ne prélevant que  $n$  échantillons parmi  $N$ , on commet une certaine erreur que l'on peut étudier 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, il est coutume d'utiliser la fonction discriminante  $\chi^2$ , ce qui définit un intervalle de confiance sur la variance qui n'est pas centré :

$$I_{\alpha}^X = \left[ s^2 \frac{n-1}{\chi_{inf}^2(\alpha)}; s^2 \frac{n-1}{\chi_{sup}^2(\alpha)} \right] \quad (2.5)$$

Avec :  $\alpha$  le risque lié à l'estimation,  
 $\chi_{inf}^2$  la valeur inférieure de la fonction discriminante,  
 $\chi_{sup}^2$  la valeur supérieure de la fonction discriminante.

Dans ce cas, il faut avoir recours à des tables pour avoir accès aux valeurs des paramètres  $\chi_{inf}^2$  et  $\chi_{sup}^2$  selon le risque fixé. Mais l'erreur dans l'estimation de la qualité du mélange possède un autre aspect : non seulement elle peut être très importante, mais aussi on ne peut la réduire significativement qu'en augmentant  $n$  d'une manière drastique. Ainsi comme le montre la figure 2.4, le gain de réduction d'un intervalle de confiance à 95% défini par la loi du  $\chi^2$  devient minime pour  $n \geq 100$ .

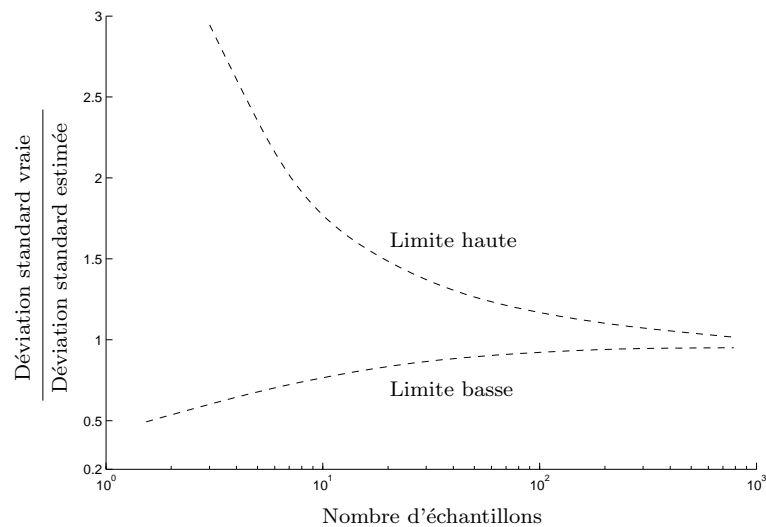


FIG. 2.4 – Évolution selon la loi du  $\chi^2$  et avec le nombre d'échantillons, des valeurs des bornes d'un intervalle de confiance (normé par la variance vraie) à 95%.

## 2.2.2 Méthodes d'échantillonnage

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

1. 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.
2. De manière dynamique, en prélevant dans l'écoulement survenant au moment de la vidange d'un mélangeur discontinu, ou encore en sortie d'un mélangeur (ou d'une ligne) en continu.

Dans le cadre d'une méthodologie statique, on a souvent recours à des sondes voleuses 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.

Mais quel que soit l'outil de prélèvement, celui-ci se décompose en trois étapes (cf. figure 2.5) :

1. l'intégration qui consiste à sélectionner les points de prélèvement,
2. la découpe qui est la matérialisation géométrique de ces points (définissant un prélèvement modèle),
3. la prise qui est la matérialisation physique de ces points (définissant le prélèvement réel).

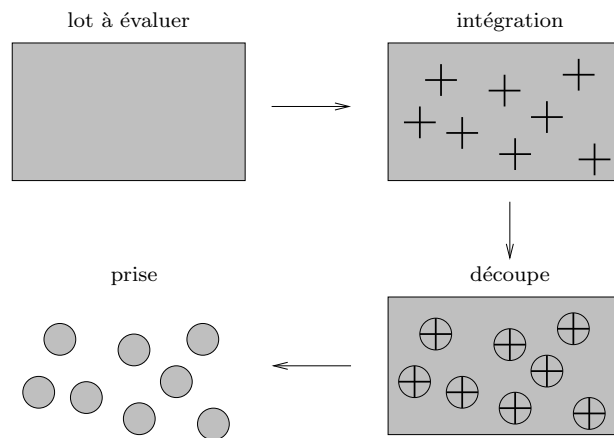


FIG. 2.5 – Différentes étapes d'un prélèvement dans un mélange

La nature discrète des solides divisés fait que ces trois phases engendrent des erreurs qui viennent s'ajouter à celles préalablement commentées. Ainsi, lors de la découpe, il existe une incertitude quant aux particules qui se trouvent sur le tranchant de l'outil de prélèvement. De même, la prise d'un échantillon par une sonde provoque un entraînement des particules se situant sur le trajet de celles-ci, ce qui vient parfois fausser lourdement les résultats.

D'après Muzzio [10], les deux règles d'or de l'échantillonnage des poudres sont :

1. une poudre ne doit être échantillonnée qu'en mouvement,
2. un échantillon doit être pris sur l'intégralité d'une ligne du procédé pendant un moment de temps.

L'utilisation des sondes voleuses enfreint ces deux règles. L'échantillonnage par sonde voleuse est une technique laborieuse. Du fait de contraintes physiques, il est rarement pratique de prendre plus de 10 ou 20 échantillons dans un équipement industriel, ce qui rend impossible toute caractérisation représentative de l'ensemble des régions du mélangeur. Lors d'un échantillonnage classique, la variance expérimentale,  $\sigma_e^2$ , est une combinaison de la variance vraie résultante du procédé de mélange,  $\sigma_m^2$ , de la variance introduite par l'erreur d'échantillonnage,  $\sigma_s^2$ , et de la variance de l'analyse de l'échantillon,  $\sigma_a^2$ .

$$\sigma_e^2 = \sigma_m^2 + \sigma_s^2 + \sigma_a^2 \quad (2.6)$$

Dans un cas idéal,  $\sigma_s^2$  et  $\sigma_a^2$  sont négligeables et  $\sigma_e^2$  est environ égale à  $\sigma_m^2$ . Malheureusement, une sonde voleuse peut biaiser très fortement la mesure. Deux types d'erreurs sont souvent introduites par ces sondes :

1. le mélange est fortement perturbé par l'insertion de la sonde dans le lit de poudres,
2. les particules de tailles différentes n'ont pas les mêmes probabilités de s'écouler dans les cavités de la sonde.

D'autres part, 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.

### 2.2.3 Conclusion

La meilleure façon d'échantillonner est de prélever dans l'écoulement et de prendre le maximum d'échantillons possible. Pour éviter un temps d'analyse trop important, l'idéal est de pouvoir analyser en ligne. L'analyse en ligne permet en outre le calcul en temps réel des grandeurs qui caractérisent l'état de mélange. Il devient alors imaginable d'utiliser ces techniques pour contrôler et réguler les propriétés de mélange.

## Chapitre 3

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

### 3.1 Les méthodes capacitives

Nicolas Ehrardt et al. [11] ont développé une telle méthode à la décharge d'un mélangeur statique. Cette méthode est en cours de développement et permet de remonter aux propriétés globales (composition) d'un mélange en écoulement à partir de la mesure de permittivité du milieu circulant entre deux électrodes (cf. figure 3.1) et de la connaissance des permittivités denses des matériaux en présence. Ces méthodes présentent des résultats très encourageants, moyennant quelques restrictions. En effet, les mélanges ayant des constituants proches en termes de permittivité ne peuvent être analysés.

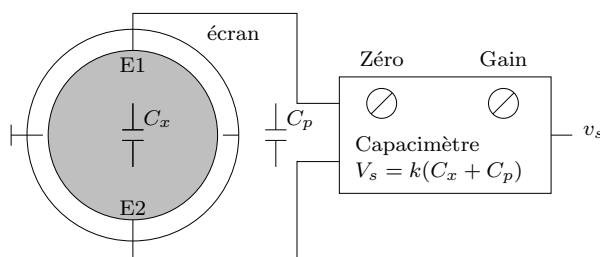


FIG. 3.1 – Schéma du principe de mesure de la capacité électrique.

### 3.2 Les méthodes proche infrarouge

La spectroscopie proche infrarouge est une technique d'analyse qui permet de connaître la composition chimique beaucoup plus rapidement que les dosages biochimiques 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  $1100\text{ nm}$  à  $2500\text{ nm}$ , on y trouve les harmoniques d'élongation et de vibration des liaisons de nombreux 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. L'absorbance est donc la différence d'intensité entre le signal émis et le signal réfléchi ou transmis. Cette absorbance est proportionnelle à la quantité de liaisons qui absorbent, elle suit une loi de Beer-Lambert :  $A = \log \frac{I_0}{I_t}$  où  $A$  est la concentration de la substance qui absorbe,  $I_0$  est l'intensité du rayon incident, et  $I_t$  l'intensité du rayon réfléchi ou transmis.

Bakeev [12] présente les applications en proches infra rouge pour les industries pharmaceutiques. Quelques exemples d'utilisation de la spectroscopie en proches infra rouge sont donnés : mesure de l'humidité, suivi de réactions et détermination des polymorphes.

Berntsson [13] a réalisé un suivi de mélange de poudres dans un mélangeur Nauta® grâce à la spectroscopie proche infrarouge (cf. figure 3.2). Le mélange était constitué d'une poudre fine (taille des particules inférieure à 200  $\mu m$ ) et d'une poudre brute (taille des particules supérieure à 300  $\mu m$ ). 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, un bon suivi du mélange est possible dans ce procédé ayant une lente évolution. 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 (surface d'analyse de 0,12  $cm^2$ ) du procédé de mélange.

Frake [14] a développé une application en ligne de spectroscopie proche infra rouge afin de mesurer l'évolution taille et l'humidité des particules dans un procédé de granulation en lit fluidisé. Cette technologie permet un suivi du procédé en temps réel autorisant ainsi un contrôle de celui-ci et détermine la fin du procédé lorsque les consignes sont atteintes (cf. figure 3.3).

Rielly [15] détermine la fin de mélange en utilisant une système basé sur la fibre optique. Une première envoie un signal lumineux, une deuxième récupère ce signal dont la différence avec le signal émis peut être relié à la quantité de particules noires dans le mélangeur.

### 3.3 Les méthodes par analyse d'images

Le système développé par Realpe [16] 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. La base de ce travail est la numérisation d'une image du mélange en cours. L'image numérisée en niveaux de gris est représentée par une matrice, dans laquelle chaque élément est la valeur de niveaux de gris (de 0 à 255) d'un pixel de l'image. La valeur de niveau de gris contient les informations sur la quantité de lumière réfléchié par le composant du mélange. Ces valeurs de niveaux de gris sont analysées et organisées 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. équations 3.1 et 3.2). Le mélange est considéré achevé lorsque la moyennne des valeurs de niveaux de gris de l'histogramme ne change plus significativement.

$$DMGV = |MGV_1 - MGV_2| \quad (3.1)$$

$$MGV_i = \frac{\sum_{j=0}^{255} \phi_j \cdot j}{\sum_{j=0}^{255} \phi_j} \quad (3.2)$$

Avec :  $MGV_i$  La valeur moyenne de niveaux de gris du composant  $i$ ,  
 $\phi_j$  le nombre de pixels dans une image avec un niveau de gris égal à  $j$  (fréquence de chaque niveau de gris),  
 $j$  la 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 obtenus en utilisant la fréquence de chaque

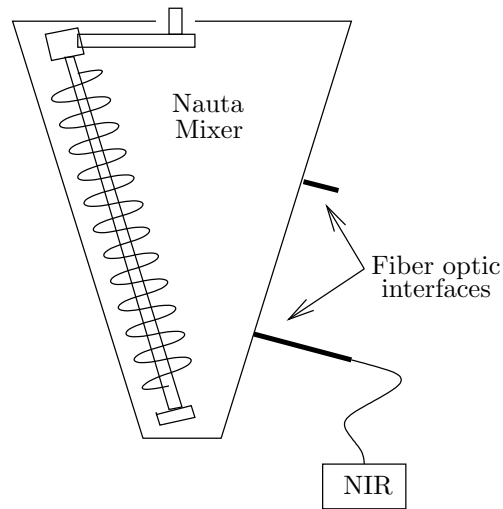


FIG. 3.2 – Schéma du mélangeur Nauta muni de l'interface AIR, avec la sonde dans la position la plus basse des deux possibles.

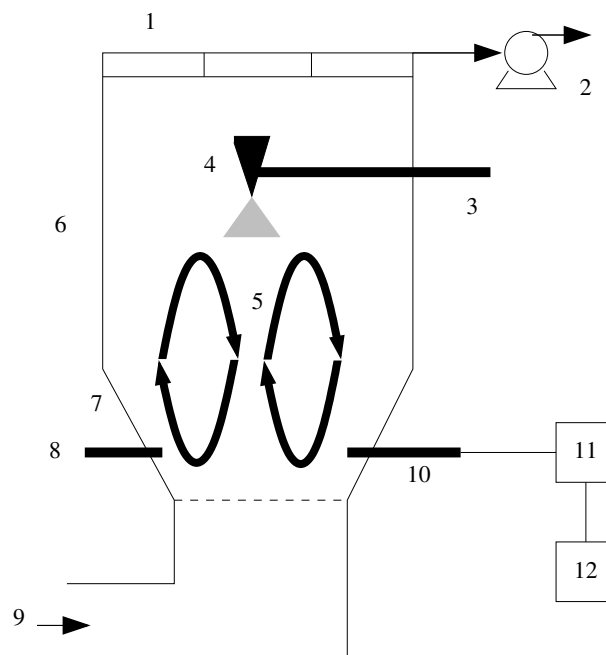


FIG. 3.3 – Schéma du montage expérimental. 1- filtres, 2- ventilateur, 3- bras de pulvérisation, 4- buse, 5- direction du mouvement du lit, 6- Chambre d'expansion, 7- bol de production, 8- sonde d'échantillonnage, 9- flux d'air chaud et sec, 10- sonde NIR, 11 monochromato NIR, 12- PC.



valeur de niveau de gris en tant que variable indépendante ont obtenus les meilleurs résultats en terme de prédiction. Les valeurs renvoyées par le système d'imagerie et par la spectroscopie proche infra rouge sont du même ordre de grandeur. 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.

## 3.4 Conclusion

Après avoir testé la faisabilité d'un traitement hors ligne du suivi de l'homogénéité d'un mélange de poudres filmé par un caméscope numérique, nous nous orientons vers le traitement en ligne d'une image en couleur (ligne de pixels) capturée par une caméra linéaire. Le traitement en ligne sera effectué par un logiciel type LabView®. Le logiciel développé renverra les coordonnées RVB (Rouge Vert Bleu) ou ITS (Intensité Teinte Saturation) à partir des quelles nous serons en mesure de calculer les grandeurs caractéristiques du mélange.

# Bibliographie

- [1] Sandra Massol-Chaudeur. *Caractérisation de l'état de mélange de poudres -cas des mélanges faiblement dosés-*. PhD thesis, École des Mines d'Albi-Carmaux, 2000.
- [2] P.M.C. Lacey. Developments in the theory of particule mixing. *J. of Appl. Chem.*, 4 :527–268, May 1954.
- [3] C. Schofield. Assessing mixtures by autocorrélation. *Trans. Instn. Chem. Engrs.*, 48 :T28–T34, 1970.
- [4] J.C. Williams. The segregation of particulate materials. *Powder Technology*, 15 :245–251, 1976.
- [5] N. Harnby, M.F. Edwards, and A.W. Nienow. *Mixing in the process industries*. Butterworth/Heinemann, 2<sup>nd</sup> edition, 1985.
- [6] M.C. Coelho and N. Harnby. The effect of humidity on the form of water retention in a powder. *Powder Technology*, 20 :197–200, 1978.
- [7] E.M. Lifshitz. Soviet physics. *J.E.T.P.*, 2 :73, 1956.
- [8] H. Rumpf. Agglomeration. *Wiley, New York*, page 379, 1962.
- [9] Henri Berthiaux. Mélange et homogénéisation des solides divisés. *Techniques de l'ingénieur*, 397, 2002.
- [10] Fernando Muzzio, Priscilla Robinson, Carolyn Wightman, and Deane Brone. Sampling practices in powder blending. *International journal of pharmaceuticals*, 155 :153–178, 1997.
- [11] Nicolas Ehrhardt, Henri Berthiaux, Cendrine Gatamel, and Blanche Dalloz-Dubrujeaud. 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*, septembre 2003.
- [12] Katherine A. Bakeev. Near infra red spectroscopy as a process application tool. *Pharmaceutical Technology Europe*, 15(9) :27–32, September 2003.
- [13] O. Berntsson, L.-G. Danielson, B. Lagerholm, and S. Folestad. Quantitative in-line monitoring of powder blending by near infrared reflection spectroscopy. *Powder Technology*, 123 :185–193, 2002.
- [14] P. Frake, D. Greenhalgh, S.M. Grierson, J.M. Hempenstall, and 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.
- [15] C. D. Rielly, D. L. O. Smith, J. A. Lindley, K. Niranjana, and V. R. Phillips. Mixing processes for agricultural and food materials : Part4, assessment and monitoring of mixing systems. *J. agric. Engng Res.*, pages 1–18, 1994.
- [16] Alvaro Realpe and Carlos Velazquez. Image processing and analysis for determination of concentrations of powder mixtures. *Powder Technology*, 134 :193–200, 2003.