POLYPUBLIE
Polytechnique Montréal

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
UNIVERSITÉ D'INGÉNIERIE

Titre: Title:	Développement de méthodes basées sur des mesures de pression pour la caractérisation de mélanges non-réactifs solide-liquide en cuve agitée
Auteur: Author:	Olivier Bertrand
Date:	2017
Type:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Bertrand, O. (2017). Développement de méthodes basées sur des mesures de pression pour la caractérisation de mélanges non-réactifs solide-liquide en cuve agitée [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/2823/

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/2823/
Directeurs de recherche: Advisors:	François Bertrand, & Louis Fradette
Programme: Program:	Génie chimique

Ce fichier a été téléchargé à partir de PolyPublie, le dépôt institutionnel de Polytechnique Montréal
This file has been downloaded from PolyPublie, the institutional repository of Polytechnique Montréal

https://publications.polymtl.ca

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

DÉVELOPPEMENT DE MÉTHODES BASÉES SUR DES MESURES DE PRESSION POUR LA CARACTÉRISATION DE MÉLANGES NON-RÉACTIFS SOLIDE-LIQUIDE EN CUVE AGITÉE

OLIVIER BERTRAND

DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

(GÉNIE CHIMIQUE)

DÉCEMBRE 2017

© Olivier Bertrand, 2017.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

DÉVELOPPEMENT DE MÉTHODES BASÉES SUR DES MESURES DE PRESSION POUR LA CARACTÉRISATION DE MÉLANGES NON-RÉACTIFS SOLIDE-LIQUIDE EN CUVE AGITÉE

présenté par : BERTRAND Olivier

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. HARVEY Jean-Philippe, Ph. D., président

M. BERTRAND François, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. FRADETTE Louis, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. DUBOIS Charles, Ph. D., membre

DÉDICACE

J’aimerais dédier ce travail à mes parents qui n’ont jamais perdu espoir en moi.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, j'aimerais remercier mon directeur de recherche Professeur François Bertrand et mon co-directeur de recherche Professeur Louis Fradette qui m'ont accompagné tout au long de ma formation. Leur disponibilité et leurs généreux secours au cours de certains de mes moments difficiles ont été d'une très grande qualité, et d'un immense réconfort.

Aucun remerciement ne pourrait suffire pour reconnaitre l'aide de Monsieur Bruno Blais dans l'élaboration de ce travail. Il a été un mentor et un ami hors du commun.

Mes sincères remerciements aux techniciens de laboratoire Daniel Pilon et Jean Huard pour leur aide.

Merci également à Madame Bouchra Ourabi et Monsieur Gilles Lenfant pour leur aide dans différentes parties du projet.

J'aimerais aussi remercier tous les membres de l'URPEI pour deux années pleines de bonheur et d'apprentissage.

RÉSUMÉ

Le mélange solide-liquide est un procédé fortement utilisé en industrie. Couramment, il consiste en une cuve mécaniquement agitée par une turbine, soit à pales inclinées, soit Rushton ou soit hydrofoils. Malgré cet usage fréquemment retrouvé en industrie, un montage alternatif peut augmenter l'efficacité du système. Par exemple, l'agitateur raclant, initialement conçu pour des mélanges hautement visqueux, peut s'avérer avantageux pour le mélange solide-liquide.

Ce travail de maîtrise a pour objectif de développer une méthode permettant de caractériser un système utilisant un agitateur raclant, le ruban hélicoïdal spécifiquement, pour la suspension de particules solides non-diluées en régimes d'écoulement laminaire et transitoire. Le paramètre d'intérêt dans ce cas-ci est la vitesse minimale de suspension complète (N_{js}). Celle-ci est définie comme étant la vitesse minimale à laquelle toutes particules sont en suspension. La technique de pression de jauge (« Pressure Gauge Technique », PGT) est une méthode pour la détermination de N_{js} basée sur des mesures de pression. Elle a initialement été développée pour l'utilisation d'agitateurs axiaux ou radiaux en milieu turbulent. Pour appliquer cette méthode au système présenté dans ce travail, quelques modifications doivent être effectuées, notamment en lien avec l'isolement de la pression dynamique de la pression totale.

Ainsi, la méthode développée a pour fonction de mesurer N_{js} pour le montage spécifié. Divers facteurs sont à l'étude afin de valider le fonctionnement de la méthode : le diamètre des particules d_p, la fraction volumique des particules X_{VS} et la viscosité du liquide μ_L.

Après l'obtention de résultats préliminaires, deux nouvelles méthodes basées sur des mesures de pression ont été développées : la méthode de la différence de pression et la méthode de sédimentation. Leur fonctionnement implique qu'elles doivent être utilisées en tandem. La première estime une plage de vitesses où pourrait potentiellement se trouver N_{js}. La deuxième, en utilisant les résultats de la première méthode, donne une valeur plus précise de N_{js}. Des résultats obtenus, il est possible d'observer certaines tendances des effets des facteurs étudiés sur le système de mélange. Ce qui est conclu, est qu'une augmentation de la valeur de chacun des facteurs résulte en l'augmentation de N_{js}. Il est cependant impraticable de déterminer une relation spécifique entre les résultats obtenus et le système de mélange étant donné le nombre limité d'observations recueillies. Enfin, en développant ces deux méthodes basées sur des mesures de pression, il est désormais possible de déterminer N_{js} pour un système de mélange qui suspend une concentration non-diluée de particules solides en régime laminaire ou transitoire avec un agitateur raclant.

Mots-clefs : mélange solide-liquide – fluide visqueux – suspensions non-diluées – cuve mécaniquement agitée – vitesse minimale de suspension complète – sédimentation

ABSTRACT

Solid-liquid mixing is a process frequently used in industry. It is often accomplished by using a mechanically agitated vessel equipped with a turbine, either pitched-blade, Rushton or hydrofoil. Despite the wide range use of this technic, alternative setups could increase general efficiency. For example, the close-clearance impeller, initially used for high viscosity mixes, could be advantageous for solid-liquid mixing.

The objective of the present study is to develop a novel method leading to the characterization of a mixing system that is agitated by means of a close-clearance impeller, the helical ribbon, to suspend non-dilute solid particles in laminar and transitional flow regimes. The parameter of interest in this study is the just-suspended speed (N_{js}). It is defined as being the minimal speed at which all particles are suspended. The Pressure Gauge Technique (PGT) is a pressure based method used for the determination of N_{js}. It was initially developed for the use of axial and radial flow impellers in the turbulent regime. To apply this method to the presented system, certain modifications must be made, notably with regards to the isolation of the dynamic pressure from the total pressure.

In this manner, the function of the developed method is to measure N_{js} for the studied system. Different factors are studied to validate the developed method: the particle diameter d_p, the volumetric fraction of particles X_{VS} and the liquid viscosity μ_L.

After obtaining preliminary results, two novel pressure based methods were developed: the pressure difference method and the sedimentation-based method. Their functionality requires that they work in tandem. The first of the two, estimates a range of speeds that could potentially contain N_{js}. The second, by using the results of the first method, measures a more accurate value of N_{js}. From there, it is possible to identify certain effects of specific factors on the mixing system. What is concluded is that the increase in value of each factor results in the increase of N_{js}. On the other hand, it is unfeasible to determine a specific relation between the experimental results and the mixing system given the limited amount of observations. Finally, by developing these two pressure based methods, it is now possible to determine N_{js} for a mixing system which suspends a non-dilute concentration of particles in laminar and transitional regimes with a close-clearance impeller.

Keywords: solid-liquid mixing – viscous fluids – non-dilute suspensions – mechanically agitated vessel – just-suspended speed – sedimentation

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ V

ABSTRACT VI

TABLE DES MATIÈRES VII

LISTE DES FIGURES XI

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XV

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE 3

2.1 Processus de mélange 3

2.2 Les régimes d'opération 5

2.2.1 Le régime turbulent 6

2.2.2 Le régime laminaire 6

2.2.3 Le régime transitoire 7

2.3 Types d'agitateur 7

2.3.1 Agitateurs axiaux 7

2.3.2 Agitateurs radiaux 8

2.3.3 Agitateurs raclants 8

2.4 Rhéologie 9

2.4.1 Choix d'agitateur en fonction de la rhéologie 11

2.4.2 Rhéologie des suspensions 12

2.5 Calcul de puissance 14

2.6 Suspension de particules solides 15

2.6.1 États de suspension 15
2.6.2 La vitesse minimale de suspension complète : N_{js} 16
2.7 Les forces de suspension 21
2.7.1 La force gravitationnelle 22
2.7.2 La force de flottabilité 22
2.7.3 Les forces de portance 22
2.7.4 La force de trainée 23
2.8 Hauteur de suspension 24
2.9 Sédimentation 25
2.10 Effets des facteurs expérimentaux en régime laminaire 26
2.10.1 Concentration particulaire 27
2.10.2 Viscosité 27
2.10.3 Diamètre des particules 28
2.10.4 Agitateurs 28
2.11 Objectifs et résumé 29
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE 31
3.1 Stratégie expérimentale 31
3.2 Systèmes de mélange 33
3.2.1 Fluides et solides utilisés 33
3.2.2 Géométrie de la cuve et de l'agitateur 33
CHAPITRE 4 NOUVELLES MÉTHODES POUR LA DÉTERMINATION DE N_{JS} 36
4.1 La méthode de la différence de pression 38
4.2 La méthode de sédimentation 39
CHAPITRE 5 PRÉSENTATION DE L'ARTICLE 43

CHAPITRE 6 ARTICLE 1: COMPLEMENTARY METHODS FOR THE DETERMINATION OF THE JUST-SUSPENDED SPEED AND SUSPENSION STATE IN A VISCOUS SOLID-LIQUID MIXING SYSTEM 44

6.1 Abstract 44

6.2 Introduction 45

6.3 Methodology 46

6.3.1 The pressure gauge technique 46

6.4 Experimental set-up 47

6.5 Results and Discussion 49

6.5.1 Methods for determining N_{js} in the laminar regime 50

6.5.2 Reproducibility and error analysis 61

6.5.3 Discussion 63

6.5.4 Just-suspended speeds determined using the proposed methods 65

6.5.5 Comparison between the helical ribbon (DHR) and the pitched blade turbine (PBT) 66

6.6 Conclusion 68

6.7 References 69

CHAPITRE 7 RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES 71

7.1 Étude de la sédimentation des particules 71

CHAPITRE 8 DISCUSSION GÉNÉRALE 75

CHAPITRE 9 CONCLUSION ET RECOMMENDATIONS 77

BIBLIOGRAPHIE 79

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1 : Corrélations théoriques du coefficient de trainée selon le régime d'écoulement (Atiemo-Obeng et al., 2004). 24

Tableau 2-2 : Corrélations théoriques de l'index m (Peker & Helvaci, 2008). 25

Tableau 3-1 : Modalités des facteurs expérimentaux. 31

Tableau 3-2 : Modèle expérimental. 32

Tableau 3-3 : Dimensions et ratio des grandeurs par rapport au diamètre de la cuve du montage expérimental. 34

Table 6-1: Dimensions and ratios to tank diameter of the experimental setup. 47

Table 6-2: Results of N_{js} taken from Figure 6-10 to Figure 6-12. 59

Table 6-3: Comparison of the effect of three parameters on N_{js} using the PBT or a helical ribbon. 67

LISTE DES FIGURES

Figure 2-1 : Représentation de la dispersion et de la distribution comme mécanismes de mélange (Kresta & Brodkey, 2004). 4

Figure 2-2 : Illustration de la différence entre (a) un CoV constant et (b) une échelle de ségrégation constante (Aubin & Kresta, 2016). 5

Figure 2-3 : Illustration d'une hélice marine ("propeller") et d'un agitateur à pales inclinées ("pitched blade turbine") (Hemrajani & Tatterson, 2004). 8

Figure 2-4 : Illustration d'un agitateur à pales plates ouvertes ("open flat blade") et d'une turbine Rushton (Hemrajani & Tatterson, 2004). 8

Figure 2-5 : Illustration d'un ruban helicoidal (Hemrajani & Tatterson, 2004). 9

Figure 2-6 : Représentation de différents types de comportement rhéologique avec le taux de cisaillement en abscisse (shear rate) et la contrainte de cisaillement en ordonnée (shear stress) (Brown et al., 2004). 11

Figure 2-7 : Schématisation des différentes formes de cavernes (Spicer & Gilchrist, 2016). 12

Figure 2-8 : Variation de la viscosité apparente en fonction de la fraction volumique de solides selon l'équation de Krieger-Dougherty et l'équation de Batchelor et Green (Spicer & Gilchrist, 2016). 13

Figure 2-9 : Variation du nombre de puissance en fonction du nombre de Reynolds pour différents types d'agitateurs (Hemrajani & Tatterson, 2004). 15

Figure 2-10 : Schémas des états de suspension (Lassaigne, Blais, Fradette, & Bertrand, 2016)... 16

Figure 2-11 : Augmentation de la pression (a) et fraction de particules suspendues (b) en fonction de la vitesse d'agitation (Lassaigne et al., 2016). 21

Figure 2-12 : Représentation de l'effet de Magnus sur le champ de vitesse V et de la force F résultante (Kosiorek, 2007). 23

Figure 3-1 : Schéma des dimensions du montage expérimental. 34

Figure 3-2 : Photo du montage expérimental en fonction. 35

Figure 4-1 : Résultats préliminaires pour le ruban hélicoïdal, de la variation de la pression totale au fond de la cuve de mélange, avec suspension de particules solides, en fonction de la vitesse d'agitation, pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 1 Pa.s.....37

Figure 4-2 : Résultats préliminaires pour le ruban hélicoïdal, de la variation de la pression hydrodynamique au fond de la cuve de mélange, sans suspension de particules solides, en fonction de la vitesse d'agitation, pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 1 Pa.s. 38

Figure 4-3 : Résultats préliminaires, avec l'utilisation du ruban hélicoïdal, de la variation de la pression hydrostatique, en présence de particules, au fond de la cuve de mélange en fonction de la vitesse d'agitation, en soustrayant la pression hydrodynamique de la pression totale, pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 1 Pa.s. 39

Figure 4-4 : Exemple d'utilisation de la méthode de sédimentation pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 0.2 Pa.s.....40

Figure 4-5 : Différence de pression hydrostatique entre la valeur théorique d'une suspension complète et les valeurs expérimentales avec une viscosité de glucose de 0.2 Pa.s et avec des particules de 500 µm et de 5 %v. 42

Figure 6-1: Illustration of the experimental mixing tank, including the double helical.....48

Figure 6-2: Increase of the bottom pressure as a function of the impeller speed for a vessel agitated with.....49

Figure 6-3: Pressure variation in the mixing tank as a function of the impeller speed with a PBT, (from Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016)). The measured experimental points (white diamonds) represent the results obtained with the same experimental setup used in the present work. The corrected results were generated using the PGT (black triangles).....50

Figure 6-4: Variation of total pressure as a function of impeller speed for a system for a system with a viscosity of 1 Pa.s 52

Figure 6-5: Pressure difference results for a viscosity of 0.2 Pa.s and for 500 and 900-µm-diameter particles, at 5 and 10%v. The theoretical static pressure is indicated by the continuous black and gray lines that correspond to 5 and 10%v, respectively. 53

Figure 6-6: Pressure difference results for a viscosity of 1 Pa.s and for 500 and 900-µm-diameter particles, at 5 and 10%v. The theoretical static pressure is indicated by the continuous black and gray lines that correspond to 5 and 10%v, respectively. 54

Figure 6-7: Pressure difference results for a viscosity of 3 Pa.s and for 500 and 900-µm-diameter particles, at 5 and 10%v. The theoretical static pressure is indicated by the continuous black and gray lines that correspond to 5 and 10%v, respectively. 55

Figure 6-8: Pressure variation as a function of sedimentation time with no agitation in the mixing tank containing 500-µm-diameter particles at 5%v. The illustration depicts the sedimentation of particles within the tank. 56

Figure 6-9: Zoom of Figure 6-8, with the representation of the linear function used to determine the hydrostatic pressure of the suspension, which corresponds to the intercept of the y-axis. 57

Figure 6-10: Difference between the theoretical and experimental suspension pressures of 500 and 900-µm-diameter glass beads at 5 and 10%v, and a fluid viscosity of 0.2 Pa.s. 58

Figure 6-11: Difference between the theoretical and experimental suspension pressures of 500 and 900-µm-diameter glass beads at 5 and 10%v, and a fluid viscosity of 1 Pa.s. 59

Figure 6-12: Difference between the theoretical and experimental suspension pressures of 500 and 900-µm-diameter glass beads at 5 and 10%v, and a fluid viscosity of 3 Pa.s. 59

Figure 6-13 : Analysis of variability of the results obtained with the pressure difference method. Average of three experiments with 500-µm-diameter glass beads at 5%v and a fluid viscosity of 1 Pa.s. The error bars represent the standard deviation of the pressure points, with an average of 6.77. 61

Figure 6-14 : Analysis of the variability of the results from the sedimentation-based method. Average of three experiments with 500-µm-diameter glass beads at 5 %v and a fluid viscosity of 1 Pa.s. The error bars represent the standard deviation of the pressure points, with an average of 6.76. 62

Figure 6-15: Summary of the N_{js} results as a function of the parameters studied. The error bars represent the range of N_{js} determined using the sedimentation-based method. Note the superposition of the results for N_{js} in the case of 500-µm-diameter particles and a fluid viscosity of 0.2 Pa.s. 65

Figure 7-1 : Variation du temps de sédimentation en fonction de la viscosité du liquide, du diamètre des particules et de la fraction volumique des particules. 72

Figure 7-2 : Variation théorique et expérimentale du temps de sédimentation en fonction du nombre de Reynolds particulaire pour une fraction volumique de 5 et 10 %. Les valeurs théoriques ont été déterminées à l'aide de la corrélation de Richardson et Zaki. 73

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

Abréviations	Signification
URPEI	Unité de Recherche en Procédés d'Écoulement Industriels
PBT	Pitched Blade Turbine
PGT	Pressure Gauge Technique

Symboles	Signification
d_p	Diamètre des particules de suspension (m)
g	Constante gravitationnelle (m/s^2)
h	Hauteur de liquide (m)
m	Valeur empirique de l'équation de Richardson et Zaki
m_p	Masse d'une particule (kg)
n	Index de comportement du liquide
u	Vitesse (m/s)
C	Espacement vertical entre l'agitateur et le fond de la cuve (m)
CH	Hauteur de suspension (m)
D	Diamètre de l'agitateur (m)
K	Constante de proportionnalité en rhéologie
N	Vitesse d'agitation (s^{-1})
N_{js}	Vitesse minimale de suspension complète (s^{-1})
S	Constante de Zwietering
T	Diamètre de la cuve (m)
$\boldsymbol{V_{dép}}$	Volume déplacé par une particule (m^3)
V	Vitesse relative de la particule au liquide (m/s)
V_{ht}	Vitesse de sédimentation d'un nuage de particules (m/s)

V_t	Vitesse terminale de chute d'une particule (m/s)
X	Ratio de masse (masse de solide/masse de liquide x 100 %)
X_{VL}	Fraction volumique de liquide
X_{VS}	Fraction volumique de solide
X_{VSm}	Fraction volumique de solide maximale

Lettres grecs	Signification
ρ	Masse volumique (kg/m^3)
ρ_L	Masse volumique du liquide (kg/m^3)
ρ_s	Masse volumique des particules (kg/m^3)
ρ_{app}	Masse volumique apparente (kg/m^3)
μ	Viscosité (Pa.s)
μ_L	Viscosité du liquide (Pa.s)
μ_r	Viscosité apparente, ou viscosité réduite (Pa.s)
μ_s	Viscosité de la phase continue (Pa.s)
ν	Viscosité cinématique (m^2/s)
τ	Force de cisaillement (Pa)
τ_0	Force de cisaillement initial (Pa)

Nombre adimensionnel	Signification
Re	Reynolds
Re_p	Reynolds particulaire
Ar	Archimède

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Le développement des procédés de mélange n'a eu son élan qu'au milieu du vingtième siècle avec les avancées scientifiques de Uhl, Gray (1966) et Nagata (1975) sur la caractérisation des systèmes de mélange. Ils ont développé les premiers manuels théoriques et pratiques ce qui a permis d'universaliser l'expertise de ce domaine. L'intérêt pour les procédés de mélange en industrie s'est donc accru dû aux pertes financières importantes. En effet, dans l'industrie chimique seulement, les pertes économiques en 1989 étaient estimées entre 1 et 10 milliards aux États-Unis (Paul, Atiemo-Obeng, Kresta, & North American Mixing, 2004).

Les procédés de mélange sont une partie intégrante de plusieurs industries, tels que l'alimentaire, les cosmétiques, le pétrochimique, et plusieurs autres. L'objectif est toujours le même, de réduire l'inhomogénéité (Paul *et al.*, 2004). L'homogénéité désirée peut être une uniformité de concentration, de phases ou, lorsqu'il n'y a qu'une seule phase, de température. Dans ce dernier cas, il s'agit d'agitation plutôt que de mélange. Donc, cette opération cherche à optimiser le transfert de masse ou le transfert de chaleur en maximisant la surface de contact entre les phases de mélange (Paul *et al.*, 2004).

Il existe divers types de mélange, le plus fréquent est le mélange liquide-liquide. Les liquides peuvent être miscibles ou immiscibles. Dans le cas de liquides immiscibles, le mélange se fait dans la majorité des cas par émulsion avec l'ajout d'un surfactant. Un autre type de mélange est le mélange solide-liquide qui se fait soit par suspension, si le solide est plus lourd que le liquide ou soit par dispersion dans le cas contraire. Finalement, le mélange gaz-liquide est nécessaire dans les processus de fermentation et d'hydrogénisation. Il faut souligner que tous ces types de mélanges peuvent être réactionnels ce qui complexifie grandement la problématique du mélange étant donné qu'il met en jeu les taux de réaction (Aubin & Kresta, 2016).

Avec les avancés dans le domaine du mélange solide-liquide initiées par les travaux pionniers de Zwietering (Zwietering, 1958), la suspension de particules solides par agitation en régime turbulent est davantage étudiée. En effet, plusieurs méthodes d'analyse de facteurs ont été développées ayant pour objectif d'optimiser la conception à l'échelle industrielle. Par contre, plusieurs procédés nécessitent des mélanges plus visqueux que ce qui a été étudié en régime turbulent, tels que ceux dans l'industrie des cosmétiques, de sorte qu'il y a des lacunes dans l'étude de suspensions de particules solides en milieu visqueux. Ces lacunes engendrent parfois des conceptions inefficaces,

basées sur des heuristiques. Par exemple, étant donné que le régime turbulent a été étudié en profondeur, certaines entreprises utilisent un mélangeur de type turbine pour un mélange en régime laminaire. Or l'hydrodynamique du système visqueux diminue significativement l'efficacité du mélangeur dans ce cas (Bertrand, 2015).

L'Unité de Recherche en Procédés d'Écoulements Industriels (URPEI), basée à l'École Polytechnique de Montréal, se consacre à l'étude de systèmes d'écoulement complexes dans l'optique d'appliquer ses découvertes à l'échelle industrielle. L'URPEI entreprend donc des simulations numériques et des analyses expérimentales de ces systèmes. Ce travail dérive de l'intérêt de leur partenaire industriel Procter & Gamble d'approfondir les connaissances en mélange dans le but de comprendre et éventuellement de maîtriser les phénomènes fondamentaux, afin de perfectionner la conception de systèmes intégrant celles-ci. Dans le présent travail, le procédé de mélange solide-liquide est étudié. Spécifiquement, l'objectif est de développer des méthodes d'analyse permettant de comprendre et optimiser un système de mélange utilisant un agitateur raclant pour la suspension de concentrations non diluées de particules solides en milieu visqueux.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Il existe divers ouvrages de référence avec des explications poussées et détaillées de tous les phénomènes en cause dans le présent travail. La revue de littérature qui suit présente une synthèse de ce qui doit être connu pour comprendre les résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de ce travail. Les prochaines sous-sections discutent principalement des différents régimes d'opération, des types d'agitateurs et de leur application, de la rhéologie et de la suspension de particules solides.

2.1 Processus de mélange

Globalement, le mélange solide-liquide peut être caractérisé par deux éléments, la distribution et la dispersion qui sont souvent utilisés pour évaluer théoriquement l'efficacité du mélange. La distribution est définie comme la localisation spatiale des composantes au travers du milieu étudié, engendré par l'écoulement moyen des liquides. La figure 2-1 (a) illustre ce phénomène par la ségrégation des carreaux noirs et blancs. La dispersion est la séparation des composantes entre elles, engendrée par les petits mécanismes de mélange, tels que les tourbillons. La dispersion est présentée sur la figure 2-1 (b) par la diffusion du noir et blanc pour former différentes teintes de gris. La figure 2-1 (c) présente la combinaison des deux phénomènes, ce qui correspond à un mélange idéal.

Un mélange efficace est aussi gouverné par un temps de mélange ou un taux de mélange. À l'échelle macroscopique, le temps de mélange est déterminé par la distribution des composantes, l'objectif étant d'éliminer les zones de non-homogénéité. À l'échelle mesoscopique, le temps de mélange est déterminé par la dispersion où l'objectif est de réduire l'échelle de ségrégation. Finalement, à l'échelle microscopique, la diffusion naturelle, le transfert de masse ainsi que d'autres phénomènes peuvent aussi avoir un impact sur le temps de mélange (Aubin & Kresta, 2016).

Le temps de mélange est l'intégral du taux de mélange aussi connu comme étant le taux de changement de ségrégation ou l'exposition qui est dépendante de trois facteurs : la force d'interaction, la distance du taux minimale de ségrégation et l'opportunité pour les deux espèces d'interagir (Aubin & Kresta, 2016).

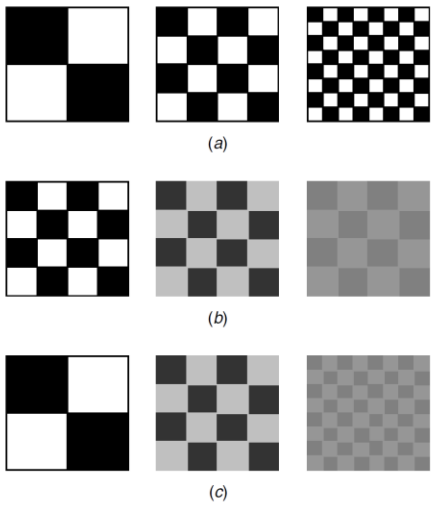

Figure 2-1 : Représentation de la dispersion et de la distribution comme mécanismes de mélange (Kresta & Brodkey, 2004).

Un mélange jugé de bonne qualité doit à la fois être suffisamment dispersé et suffisamment distribué. Il existe divers outils permettant d'évaluer si le degré de mélange voulu est atteint, tels que le coefficient de variation (CoV) (équation (2-1)) pour la dispersion et l'échelle de ségrégation pour la distribution (Aubin & Kresta, 2016) :

$$\boldsymbol{CoV} = \sqrt{\frac{\mathbf{1}}{\boldsymbol{N_t}} \sum_{\boldsymbol{i=1}}^{\boldsymbol{N_t}} \left(\frac{\boldsymbol{C_i} - \boldsymbol{C_{mean}}}{\boldsymbol{C_{mean}}} \right)}, \qquad (2\text{-}1)$$

où N_t est le nombre d'échantillons, C_i est la i-ème valeur et C_{mean} est la moyenne des valeurs.

L'échelle de ségrégation quantifie la distribution d'une composante dans une autre. Pendant plusieurs années, il était impossible de mesurer la ségrégation dû à la quantité énorme de données à traiter durant l'analyse. Cette limitation n'existe plus aujourd'hui ; les mégadonnées (« Big data ») sont désormais analysables. Les outils disponibles à cette analyse inclus la dynamique des fluides computationnelles (« computational fluid Dynamics », CFD), la tomographie, la vélocimétrie d'images de particules (« particle image velocimetry », PIV) et autres méthodes d'analyse d'images (Aubin & Kresta, 2016).

La figure 2-2 présente un exemple d'application du CoV et de l'échelle de ségrégation où les images de gauche représentent un degré de mélange insatisfaisant. Or, en utilisant les outils

présentés plus haut, il est possible d'évaluer l'atteinte d'un bon niveau de dispersion et de distribution, avec un CoV et une échelle de ségrégation égale à 1, tel qu'illustré sur les images à la droite.

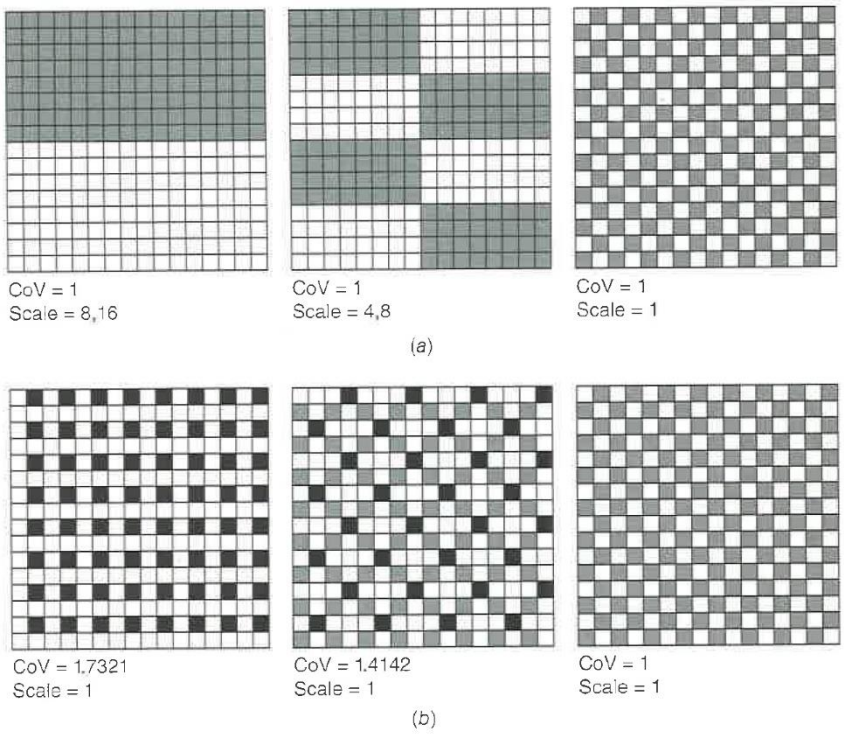

Figure 2-2 : Illustration de la différence entre (a) un CoV constant et (b) une échelle de ségrégation constante (Aubin & Kresta, 2016).

2.2 Les régimes d'opération

Comme dans tout domaine de la mécanique des fluides, il existe trois régimes d'écoulement : turbulent, laminaire et transitoire. Chaque régime d'écoulement est caractérisé par le nombre de Reynolds (Re), indiquant approximativement la frontière entre chaque régime en fonction du système à l'étude. Le nombre de Reynolds se calcule de la façon suivante :

$$\boldsymbol{Re} = \frac{\boldsymbol{\rho \cdot N \cdot D^2}}{\boldsymbol{\mu}}, \qquad (2\text{-}2)$$

où ρ est la masse volumique (kg/m^3), N est la vitesse d'agitation (s^{-1}), D est le diamètre de l'agitateur (m) et μ est la viscosité (Pa.s).

Le régime turbulent se situe à Re > 10^3-10^4 et le régime laminaire se situe à Re < 10-100, avec le régime transitoire situé entre les deux. Ces frontières ne sont pas universelles et varient fortement en fonction du type d'agitateur.

2.2.1 Le régime turbulent

La turbulence est créée par une prédominance des forces d'inertie. En effet, à de très haut Re, la viscosité n'impacte pas le mélange. La complexité des structures mécaniques présentes et la quantité incalculable de celles-ci au sein du système, sont la nature même de la turbulence d'où la difficulté à simuler et à comprendre sa nature (Kresta & Brodkey, 2004).

La turbulence est un mécanisme difficile à modéliser dû à sa haute complexité et son comportement chaotique. Toutefois, sa présence dans les procédés accroit l'intérêt d'étudier et de comprendre les caractéristiques de celle-ci. Les premières théories développées étaient de nature phénoménologique dans le but de comprendre et représenter la turbulence. Par exemple, Prandtl, un des premiers chercheurs à étudier le phénomène, a développé la longueur de mélange de Prandtl. Par la suite, une approche plutôt statistique a été présentée avec une vision plus générale de la turbulence. Par contre, cette dernière était difficile à étudier dû à sa grande complexité. Il fallait donc trouver une approche plus simple pour étudier la turbulence. C'est ainsi que l'idée de structures cohérentes a été mise de l'avant à l'aide de la modélisation, par exemple la simulation numérique directe et la simulation des grandes échelles (Kresta & Brodkey, 2004).

2.2.2 Le régime laminaire

Plusieurs procédés fonctionnent à basses vitesses pour diverses raisons. Par exemple, un cisaillement élevé peut endommager les particules dans le mélange. Dans de tels cas un travail à faible Re dans le système de mélange. Aussi, un faible Re peut être causé par une viscosité élevée. C'est dans ces conditions qu'on se trouve en régime laminaire qui, contrairement au régime turbulent, se caractérise par la prédominance des forces visqueuses. Plusieurs mécanismes de mélange efficaces en turbulent ont un effet négligeable en laminaire. Par exemple, la diffusion est très lente entre deux liquides visqueux, statiques et en contact. Ainsi, il existe une barrière entre ces deux liquides. De là l'intérêt d'exercer une force externe, engendrée par l'agitateur, pour améliorer la diffusion (Szalai, Alvarez, & Muzzio, 2004).

Lorsqu'un liquide visqueux est agité, il subit trois phénomènes physiques : l'étirement, le repliement et la cassure. C'est trois étapes permettent de mélanger deux liquides ; plus l'agitation progresse, plus il y a de cassures. Ainsi, en agitant il est possible de rendre le mélange laminaire dépendant du temps d'un point de vue lagrangien (Szalai *et al.*, 2004).

2.2.3 Le régime transitoire

Le régime transitoire est moins bien connu. Il implique à la fois les forces inertielles et visqueuses, mais sa compréhension est limitée.

2.3 Types d'agitateur

Il existe plusieurs types d'agitateur. Ceux-ci peuvent se regrouper dans trois grandes familles : axial, radial et raclant. Chacun possède des caractéristiques spécifiques qui les rendent appropriés pour certains systèmes. L'utilisation d'un agitateur dans un système non adéquat peut mener à des pertes énormes d'efficacité.

2.3.1 Agitateurs axiaux

Les agitateurs axiaux sont majoritairement utilisés pour de basses et moyennes viscosités, donc en régime turbulent ou transitoire. Ils opèrent à de faible ratio agitateur/cuve (D/T) de diamètres. La majorité des agitateurs axiaux possède une inclinaison des pales de 45% par rapport au bras et sont communément nommés agitateurs à pales inclinées (« Pitched Blade Turbine », PBT). L'inclinaison des pales affecte le patron d'écoulement de sorte que l'écoulement a aussi un léger effet radial, mais avec une forte composante axiale (Hemrajani & Tatterson, 2004).

Les agitateurs axiaux sont le plus couramment utilisés lors de mélange liquide-liquide, la dispersion de particules dans un liquide, la diffusion de gaz dans un liquide ou le transfert de chaleur. Dans la majorité de ces cas, un pompage vers le bas engendre une plus grande efficacité. Par contre, certains cas nécessitent un pompage vers le haut, tels que la dispersion de gaz (Hemrajani & Tatterson, 2004). La figure 2-3 présente deux exemples d'agitateurs axiaux.

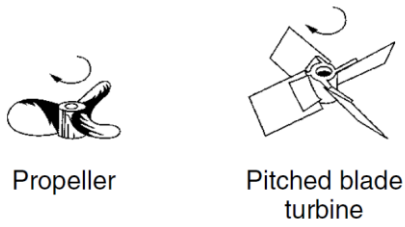

Figure 2-3 : Illustration d'une hélice marine ("propeller") et d'un agitateur à pales inclinées ("pitched blade turbine") (Hemrajani & Tatterson, 2004).

2.3.2 Agitateurs radiaux

Tout comme les agitateurs axiaux, les mélangeurs radiaux sont majoritairement utilisés pour le mélange polyphasique avec une plus grande efficacité pour le mélange liquide-liquide et la dispersion de gaz dans un liquide (Hemrajani & Tatterson, 2004). Les agitateurs radiaux sont normalement composés d'un disque au niveau des pales qui par l'obstruction qu'il cause, force l'écoulement radial au haut et au bas de l'agitateur. Sans ce disque, l'écoulement est considéré mixte, c'est-à-dire à la fois radial et axial. En comparaison avec l'agitateur axial, le mélangeur radial exerce davantage de cisaillements, mais engendre un pompage plus faible (Hemrajani & Tatterson, 2004). La figure 2-4 présente deux exemples d'agitateurs radiaux.

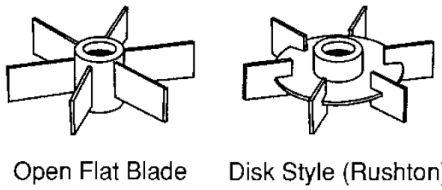

Figure 2-4 : Illustration d'un agitateur à pales plates ouvertes ("open flat blade") et d'une turbine Rushton (Hemrajani & Tatterson, 2004).

2.3.3 Agitateurs raclants

Un régime d'opération laminaire est principalement causé par la viscosité élevée des liquides de mélange. Dans ce cas, un mélangeur à petit diamètre (*e.g.* agitateur axial et radial) n'agite le liquide qu'à proximité de l'axe d'agitation. Ce phénomène, communément appelé dissipation visqueuse, est la diminution rapide du transfert de mouvement dans le liquide causée par la perte par frottement, ce qui résulte à des vitesses faibles du liquide proche des parois (Hemrajani &

Tatterson, 2004). Il est donc préférable d'utiliser un agitateur de grande dimension afin d'augmenter la surface de contact avec le liquide, par exemple : les rubans hélicoïdaux et les ancres.

Contrairement aux autres types d'agitateurs, présentés dans les sections précédentes, les agitateurs raclants fonctionnent par déplacement positif. Cela implique que le liquide est compressé par l'action de l'agitateur résultant en l'augmentation de la pression et ainsi le déplacement du liquide. Il y a ici un lien direct avec la section 2.2.2, où par le biais du déplacement positif, le liquide est initialement étiré, replié et éventuellement cassé (Hemrajani & Tatterson, 2004).

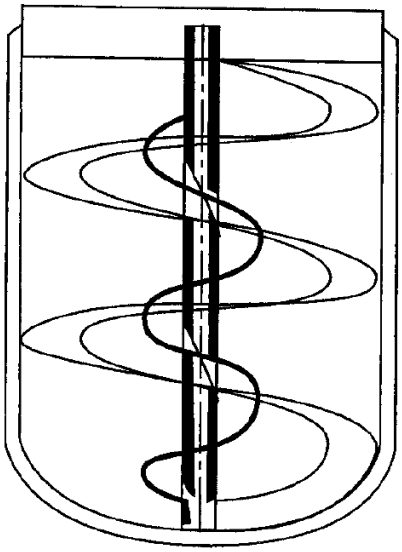

Figure 2-5 : Illustration d'un ruban helicoidal (Hemrajani & Tatterson, 2004).

2.4 Rhéologie

La rhéologie est l'étude du comportement d'un fluide lorsqu'une force lui est appliquée. Il y a deux types de forces : de cisaillement et d'élongation. Le premier est une force exercée sur le fluide causée par son mouvement dans un milieu quelconque ou par le mouvement mécanique d'un objet sur le fluide. Quant à l'élongation, celle-ci est causée par l'étirement du fluide dû à une force externe ou à divers autres forces élongationnelles, telles que l'expansion d'une conduite.

La rhéologie d'un fluide est principalement caractérisée par sa viscosité. Elle est définie comme étant le ratio de la contrainte de cisaillement (τ) sur le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) (Brown, Jones, & Middleton, 2004) :

$$\boldsymbol{\mu} = \frac{\boldsymbol{\tau}}{\dot{\boldsymbol{\gamma}}}, \qquad (2\text{-}3)$$

l'équation (2-3) définit le comportement d'un fluide newtonien : la contrainte de cisaillement est linéairement proportionnelle à la vitesse de cisaillement. Or il existe plusieurs fluides non-newtoniens qui possèdent un comportement non-linéaire. L'équation (2-4), de Herschel-Bulkley, présente une alternative à l'équation (2-3) en incluant des termes de non-linéarité où la contrainte de cisaillement est fonction du taux de cisaillement (Spicer & Gilchrist, 2016) :

$$\boldsymbol{\tau} = \boldsymbol{\tau_0} + \boldsymbol{K} \cdot \dot{\boldsymbol{\gamma}}^{\boldsymbol{n}}, \qquad (2\text{-}4)$$

où τ_0 est le seuil de contrainte de cisaillement (Pa), *K* est une constante de proportionnalité et n est l'index de consistance du liquide.

De l'équation (2-4), on obtient une équation linéaire, newtonien, avec τ_0 égale à 0 et l'exposant n égale à 1 (Brown *et al.*, 2004). Il existe divers autres comportements, non-newtoniens, où la viscosité peut être fonction de la vitesse de cisaillement et peut varier dans le temps. On y retrouve les liquides rhéo-fluidifiants qui voient leur viscosité diminuer lorsque la contrainte augmente ($n < 1$). À l'opposé, il existe les liquides rhéo-épaississants qui voient leur viscosité augmenter avec la contrainte ($n > 1$). Il existe aussi les liquides qui demeurent immobiles et qui ne s'écoulent qu'après un seuil critique de contrainte, nommés liquides de Bingham ($\tau_0 > 0$) (Brown *et al.*, 2004). La figure 2-6 présente graphiquement ces comportements.

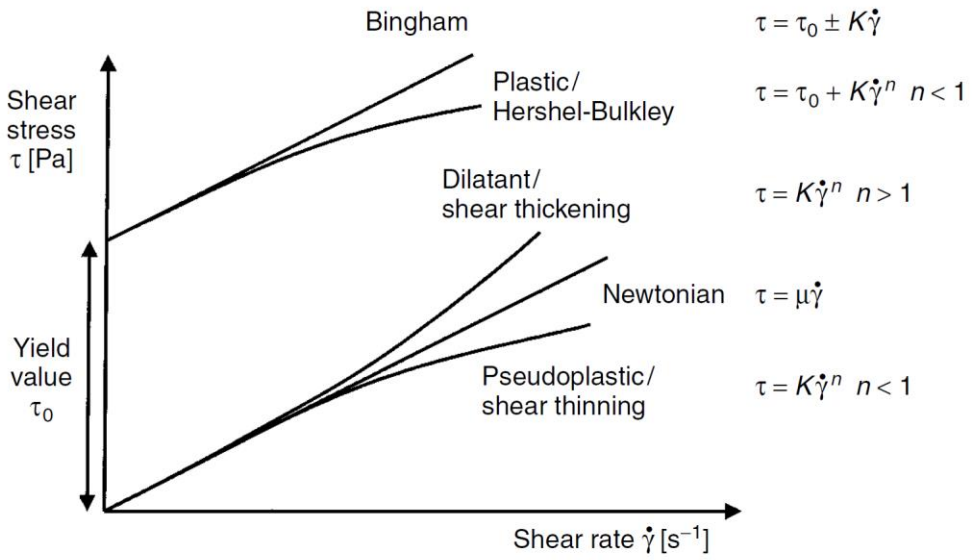

Figure 2-6 : Représentation de différents types de comportement rhéologique avec le taux de cisaillement en abscisse (shear rate) et la contrainte de cisaillement en ordonnée (shear stress) (Brown *et al.*, 2004).

2.4.1 Choix d'agitateur en fonction de la rhéologie

Le choix d'un agitateur inapproprié pour une rhéologie donnée peut mener à divers problèmes. De façon similaire au problème soulevé dans la section 2.3.3, une caverne peut se former lorsqu'un fluide à seuil est mélangé avec un agitateur axial ou radial. Ce dernier se comporte comme un solide aux régions où le seuil de contrainte est supérieur à la contrainte et comme un liquide où la contrainte est supérieure au seuil. La figure 2-7 présente les différentes formes de cavernes qui peuvent être retrouvées en fonction de l'agitateur utilisé et en fonction de la rhéologie du fluide.

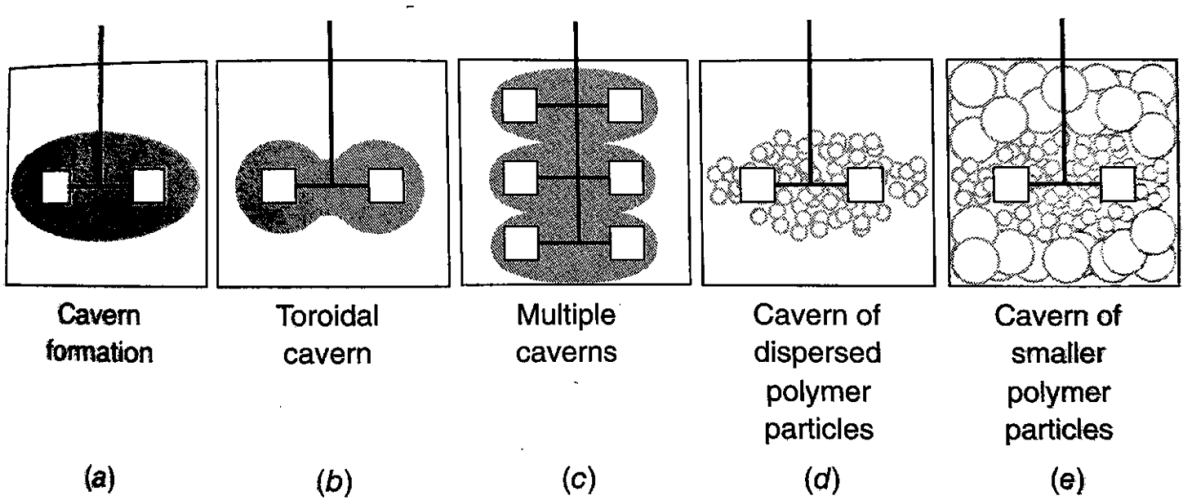

Figure 2-7 : Schématisation des différentes formes de cavernes (Spicer & Gilchrist, 2016).

(a) Formation de caverne (b) Caverne toroïdale (c) Multiples cavernes (d) Caverne de particules de polymère (e) Caverne de petites particules de polymère

Ainsi, le changement rhéologique d'un liquide peu mener à diverses complications. De là l'intérêt d'utiliser des mélangeurs hybrides qui peuvent continuellement mélanger efficacement des liquides non-newtoniens. Par exemple, un agitateur de ce type est le Maxblend, communément utilisé pour les liquides rhéo-fluidifiants (Guntzburger, 2012).

2.4.2 Rhéologie des suspensions

La rhéologie apparente d'un fluide est modifiée lorsqu'il y a présence de particules solides. De sorte que la viscosité varie non-linéairement selon la fraction de solides. L'étude de la suspension de particules dans un fluide newtonien, en ne considérant que l'hydrodynamique, a été largement recherchée, mais demeure peu appliquée dans le milieu industriel (Spicer & Gilchrist, 2016). Einstein, a été un des premiers à étudier ce domaine (Einstein, 1906). Sa corrélation, initialement linéaire, a été modifiée et prend la forme suivante (Batchelor & Green, 1972) :

$$\boldsymbol{\mu_r = \frac{\mu}{\mu_s} = 1 + 2.5X_{VS} + 7.6X_{VS}^2}\,, \qquad (2\text{-}5)$$

où μ est la viscosité de la suspension, μ_s est la viscosité de la phase continue, μ_r est le rapport de μ sur μ_s et X_{VS} est la fraction volumique des solides.

Le terme quadratique a été incorporé pour considérer l'effet de proximité des particules dans le cas d'une suspension concentrée. Or la limite de cette corrélation est pour une fraction volumique de solides d'approximativement 0.09, au-delà de laquelle les interactions entre les particules suspendues deviennent significatives. Une corrélation de loi de puissance a été proposée (équation (2-6)) pour tenir compte de ces interactions (Krieger & Dougherty, 1959) :

$$\boldsymbol{\mu_r = \left(1 - \frac{X_{VS}}{X_{VSm}}\right)^{-2.5X_{VSm}}}, \qquad (2\text{-}6)$$

où X_{VSm} est la fraction volumique maximale. Cette valeur est déterminée expérimentalement, mais peut aussi être approximée par 0.63.

La différence entre ces deux corrélations est critique à de fortes concentrations de particules. Telles qu'illustrées sur la figure 2-8, les viscosités prédites par les deux équations sont sensiblement les mêmes jusqu'à une fraction d'environ 0.3, après quoi la différence entre les viscosités devient significative.

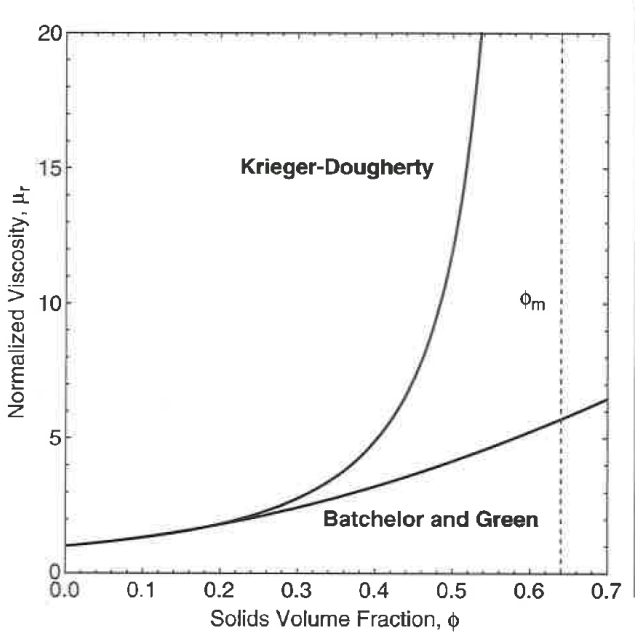

Figure 2-8 : Variation de la viscosité apparente en fonction de la fraction volumique de solides selon l'équation de Krieger-Dougherty et l'équation de Batchelor et Green (Spicer & Gilchrist, 2016).

En résumé, une concentration élevée peut modifier significativement le comportement rhéologique du système à l'étude.

2.5 Calcul de puissance

Le régime d'écoulement dicte quelles forces sont dominantes dans le système. En régime turbulent, les forces d'inertie sont prédominantes et les forces visqueuses sont négligeables. Le contraire est observé en régime laminaire. Le calcul de puissance d'agitation se fait par l'obtention d'une version simplifiée des équations de Navier-Stokes (Oldshue, 1961).

En négligeant les forces visqueuses :

$$\boldsymbol{P = N_p \cdot \rho \cdot N^3 \cdot D^5}\,, \tag{2-7}$$

où P est la puissance d'agitation et N_p est la constante de proportionnalité en régime turbulent, aussi nommée le nombre de puissance. Cette dernière est unique au système à l'étude et est constante en régime complètement turbulent.

En négligeant les forces d'inerties :

$$\boldsymbol{P = K_p \cdot \mu \cdot N^2 \cdot D^3}\,, \tag{2-8}$$

où K_p est la constante de proportionnalité en régime laminaire. Tout comme N_p, celle-ci est unique au système à l'étude et est constante en régime laminaire.

En multipliant N_p avec Re, on obtient une relation de la forme suivante :

$$\boldsymbol{N_p \cdot Re = \frac{P}{\mu \cdot N^2 \cdot D^3}}\,, \tag{2-9}$$

et en substituant K_p :

$$\boldsymbol{N_p \cdot Re = K_p}\,. \tag{2-10}$$

On obtient une relation qui démontre que $N_p \cdot Re$ est constant en régime laminaire et K_p/Re est constant en régime turbulent. La relation obtenue est présentée graphiquement sur la figure 2-9.

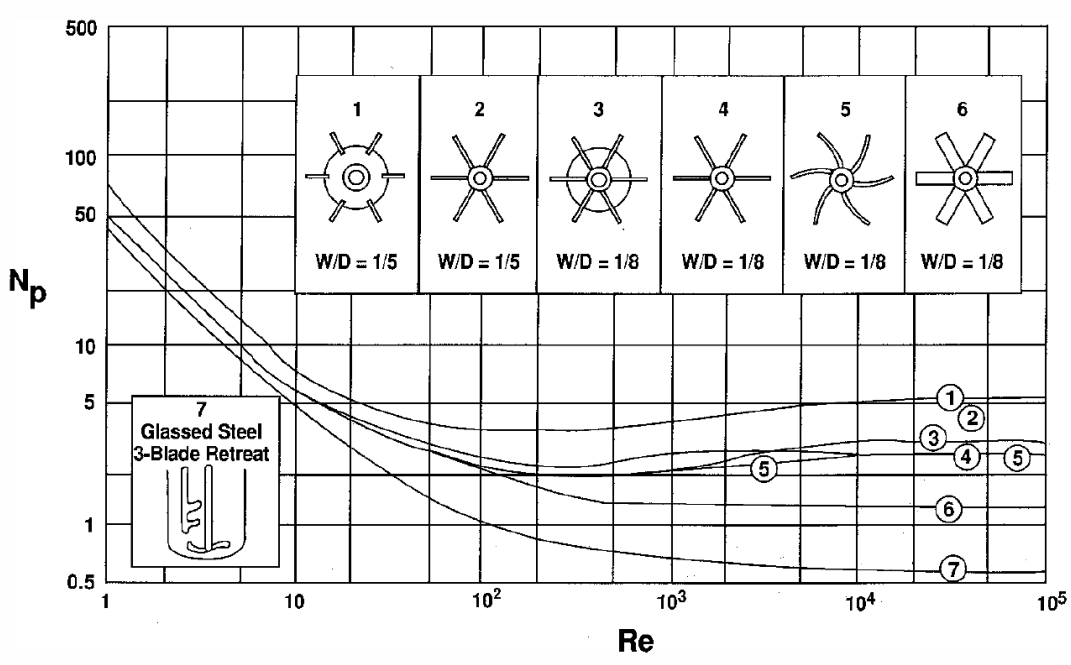

Figure 2-9 : Variation du nombre de puissance en fonction du nombre de Reynolds pour différents types d'agitateurs (Hemrajani & Tatterson, 2004).

2.6 Suspension de particules solides

Tel que discuté au Chapitre 1, dans la mesure où les particules sont plus lourdes ou plus légères que le liquide, elles seront suspendues ou dispersées. Cette section passe en revue la théorie de la mécanique de la suspension de particules solides, en discutant des mécanismes en cause et des corrélations et méthodes existantes pour déterminer la vitesse minimale de suspension complète.

2.6.1 États de suspension

Il existe trois états de suspension : partielle, complète et uniforme. La figure 2-10 présente ces trois états :

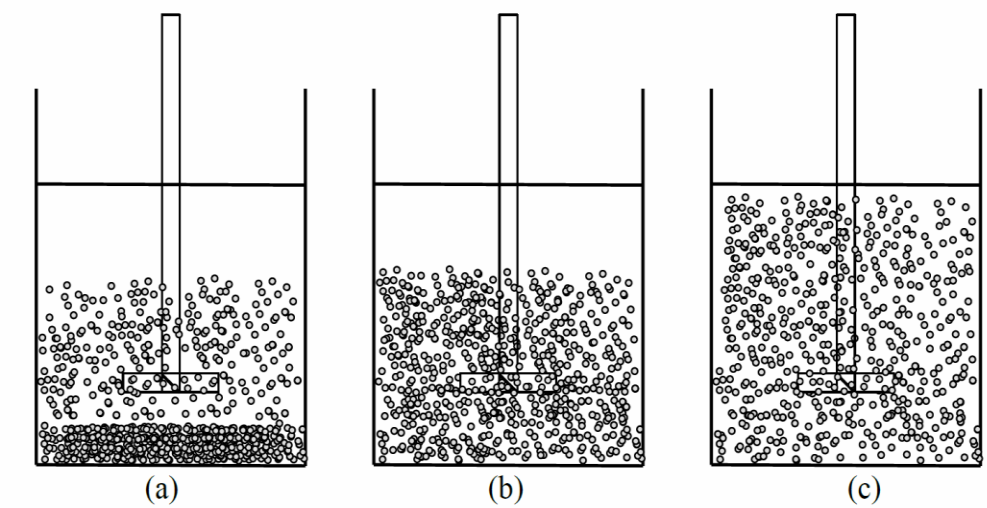

Figure 2-10 : Schémas des états de suspension (Lassaigne, Blais, Fradette, & Bertrand, 2016).

a) suspension partielle b) suspension complète c) suspension uniforme

- La suspension partielle (a) est caractérisée par l'agitation légère des particules au fond de la cuve avec suspension d'une fraction de celles-ci. Cet état de suspension est suffisant pour des procédés nécessitant la dissolution de solides hautement solubles (Atiemo-Obeng, Penny, & Armenante, 2004).
- La suspension complète (b) est caractérisée par la mise en mouvement complète de toutes les particules dans la cuve. Cet état est nécessaire pour optimiser la surface de contact entre le liquide et les solides suspendus.
- La suspension uniforme (c) correspond à l'uniformisation des particules dans la cuve. L'énergie requise pour passer de l'état de suspension complète à uniforme est énorme et n'est habituellement nécessaire que lorsque l'on souhaite homogénéiser les particules.

2.6.2 La vitesse minimale de suspension complète : N_{js}

Comme mentionné précédemment, l'état de suspension complète est celui désiré pour la majorité des procédés de suspension de particules. La vitesse minimale pour atteindre cet état est la vitesse minimale de suspension complète (N_{js}). Le critère le plus couramment utilisé pour déterminer si cette vitesse est atteinte est le *critère de Zwietering.* Il stipule que si toutes particules ne sont pas immobiles pendant plus de 1-2 secondes, alors la suspension est complète (Zwietering, 1958).

2.6.2.1 Corrélation de Zwietering

La corrélation de Zwietering est la première publiée dans le but de prédire la vitesse minimale de suspension complète selon des facteurs :

$$N_{js} = S\left(\frac{g(\rho_s - \rho_L)d_p}{\rho_L}\right)^{0.45} \frac{\nu^{0.1} X^{0.13}}{d_p^{0.25} D^{0.85}}, \qquad (2\text{-}11)$$

où S est la constante de Zwietering, g est la constante gravitationnelle (m/s^2), ρ_s est la masse volumique des particules (kg/m^3), ρ_L est la masse volumique du liquide (kg/m^3), d_p est le diamètre des particules (m), ν est la viscosité cinématique (m^2/s) et X est le ratio de masse en pourcentage (masse de solide/masse de liquide x 100).

Elle possède plusieurs limitations qui ont été plus tard corrigées par d'autres chercheurs. Entre autres, la corrélation ne fonctionne que pour de faibles viscosités, donc pour un régime turbulent. De surcroît, celle-ci ne prend pas entièrement en considération les effets géométriques, plus précisément, la puissance par masse requise à de grandes échelles est sous-évaluée. Cela s'explique par la mauvaise représentation du diamètre D. De plus, la corrélation dévie de la réalité à de hautes concentrations de particules, au-dessus de 20% massique (Ayranci & Kresta, 2014). On peut se référer aux travaux de Grenville, Mak et Brown (2010, 2015), de Tamburini *et al.* (2014) et de Ayranci et Kresta (2014) pour une liste exhaustive des corrections existantes. La plus récente des corrélations, présentée par Grenville *et al.* (2015), est valable pour un Re supérieur à 390. Par contre, elle ne s'applique qu'à l'extérieur du régime laminaire, correspondant au domaine inertiel. Contrairement à la corrélation de Zwietering, la corrélation de Grenville *et al.* exclue l'effet de la viscosité sur N_{js}, respectant ainsi la théorie sur la turbulence présentée par Baldi, Conti et Alaria (1987), qui stipule que l'effet de la viscosité devrait être complètement négligée pour la détermination de N_{js} où le système à l'étude est en régime turbulent et les particules sont de tailles supérieures à l'échelle de Kolmogorov[1] (Brown & Etchells III, 2016).

[1] Échelle de Kolmogorov : Dans une cascade de tourbillons, celles-ci perdent progressivement de l'énergie cinétique et sont réduites en taille jusqu'à atteindre l'échelle de Kolmogorov où elles perdent leur forme de tourbillon et se dissipent complètement. Elle est aussi appelée échelle de dissipation (Cadot, 2010).

2.6.2.2 Méthodes de caractérisation

Il existe diverses méthodes pour évaluer N_{js}. Tel que mentionné précédemment, le critère caractérisant la suspension complète stipule que les particules ne demeurent pas immobiles pendant plus de 1-2 secondes.

Méthodes visuelles

Zwietering se basait sur une méthode visuelle, dépendante de l'observateur avec une variation de ±5% sur le résultat (Kasat & Pandit, 2005), pour confirmer qu'il y avait suspension complète. Certaines restrictions obstruant la vue empêchent souvent l'utilisation de cette méthode, telles qu'un liquide opaque ou une forte concentration en solides.

Einenkel et Mersmann (1977) ont proposé une seconde méthode visuelle qui se base plutôt sur la hauteur de suspension des particules, définie comme la hauteur de l'interface entre la suspension et la phase claire du liquide. Lorsque cette hauteur est à 90% de la hauteur totale du liquide, alors N_{js} est atteinte.

Une troisième méthode visuelle, proposée par Hicks *et al.* (1997), consiste à déterminer la hauteur du lit de particules à différentes vitesses. Lorsque cette hauteur est nulle toutes les particules sont considérées suspendues. Le problème avec cette méthode est qu'elle ne prend pas en considération l'irrégularité du lit de particules (Kasat & Pandit, 2005).

La faiblesse principale des méthodes visuelles, d'être fortement subjectives, est aussi leur force. En effet, puisque les méthodes visuelles sont simples, il est facile de les appliquer à l'échelle expérimentale, mais il est difficile de les appliquer à l'échelle industrielle dû aux nombreuses restrictions du milieu (Kasat & Pandit, 2005).

Autres méthodes

Dans les situations où l'utilisation d'une méthode visuelle n'est pas prescrite, il existe d'autres méthodes qui ne requièrent pas l'intervention d'un observateur.

Rewatkar *et al.* (1991) ont développé trois méthodes :

La première étudie la variation de la puissance d'agitation en fonction de la vitesse de l'agitateur. Ils ont défini N_{js} comme étant la vitesse à laquelle le nombre de puissance cesse de varier et demeure constant. À faible vitesse, le lit de particules se réarrange de sorte que la puissance de pompage diminue étant donné que les particules obstruent moins l'écoulement du liquide. Lorsqu'il

y a suspension de particules, le nombre de puissance augmente jusqu'à atteindre une valeur constante.

La deuxième étudie la variation du temps de mélange[2] selon la vitesse d'agitation. Il est possible de localiser N_{js} au point de fluctuation de la courbe. Il s'avère que le temps de mélange diminue en fonction de la vitesse jusqu'à atteindre N_{js} où celle-ci se trouve à un point-col.

La troisième consiste à suivre des particules radioactives. En analysant la variation du temps de circulation[3] de celles-ci, il est possible de déterminer N_{js}. La fréquence diminue progressivement lorsque la vitesse d'agitation augmente jusqu'à atteindre un minimum où la diminution de la fréquence devient négligeable. La vitesse minimale de suspension complète se trouve à ce point.

Il existe plusieurs autres méthodes, dont la méthode de la mesure de concentration développée par Bourne, Sharma (1974) et Musil (1976). Aussi la méthode de la pression de jauge (« Pressure Gauge Technique » , PGT) développée par Brucato, Micale et Rizzuti (1997) qui sera expliquée ci-dessous. Toutes ces méthodes sont décrites en détail dans le travail de Kasat et Pandit (2005) sur la revue des caractéristiques des réacteurs de mélanges solide-liquide et solide-liquide-gaz.

La méthode de pression de jauge

La méthode de pression de jauge a été développée par Brucato *et al.* (1997) et Micale, Grisafi et Brucato (2002) avec pour objectif d'utiliser la pression hydrostatique comme méthode de détermination de N_{js}. En effet, lorsque l'agitateur est à l'arrêt, la pression mesurée au fond de la cuve équivaut à la pression hydrostatique exercée par la colonne de liquide. Les particules sont à ce moment entièrement au repos au fond de la cuve et supportées par celle-ci. Lors de la suspension de particules, celles-ci sont supportées par le liquide et non la cuve, ce qui résulte en l'augmentation de la densité apparente du liquide, ainsi que de la pression hydrostatique. Il est alors possible de déterminer la vitesse exacte à laquelle toutes les particules sont suspendues en mesurant la variation de la pression au fond de la cuve à l'aide d'un capteur de pression.

La méthode consiste d'abord en l'obtention de la variation de la pression totale au fond de la cuve en fonction de la vitesse d'agitation. Lorsqu'un agitateur à fort cisaillement, tel une PBT, est utilisé,

---

[2] Temps de mélange : temps nécessaire pour obtenir l'homogénéité désirée.

[3] Temps de circulation : temps nécessaire pour effectuer une boucle de circulation.

le profil de pression est de la forme de la courbe présentée sur la figure 2-11 (a) ci-dessous. On distingue deux tendances paraboliques, la première correspond à l'augmentation de la pression hydrodynamique ($\rho \cdot u^2/2$) et de la pression hydrostatique ($\rho \cdot g \cdot h$). La deuxième, délimitée par un changement soudain du profil de pression, est due entièrement aux effets hydrodynamiques de l'augmentation de la vitesse. Puisque toutes les particules sont suspendues à ces vitesses, la pression hydrostatique demeure constante, ce qui signifie que la densité apparente ne peut augmenter davantage. On ajuste alors une fonction polynomiale de second degré sur les derniers points expérimentaux et on soustrait les valeurs de cette courbe à la courbe de pression expérimentale. Cela résulte en l'obtention d'une courbe sans les effets dynamiques de l'agitation et qui ne présente que les valeurs de la pression hydrostatique, représentée par la courbe pointillée à la figure 2-11 (a). N_{js} est la vitesse au-delà de laquelle la pression demeure constante, identifiée par la ligne pointillée verticale rouge. Le point où la parabole associée à la variation de la pression dynamique coupe l'axe des ordonnées est la pression de suspension complète (ΔP_{js}). Le ratio de la pression mesurée sur celle-ci ($\Delta P/\Delta P_{js}$) correspond à la fraction de particules suspendues. La courbe résultante est une fonction de Weibull, figure 2-11 (b) (Micale et al., 2002).

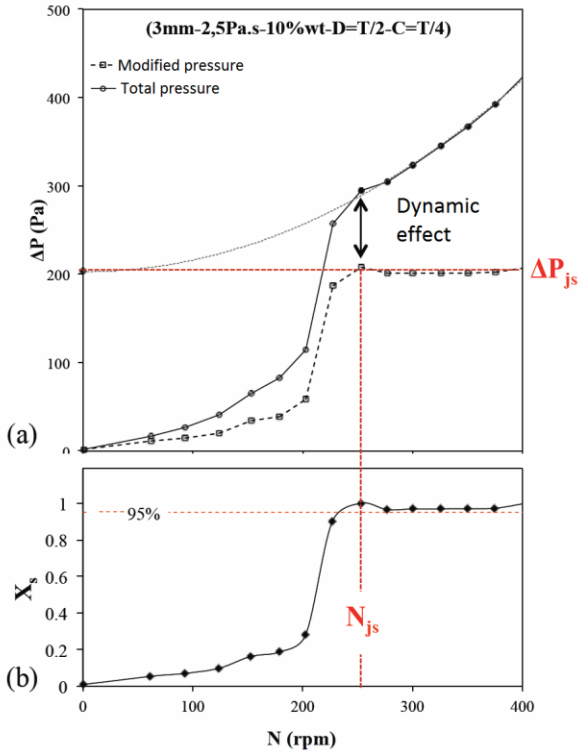

Figure 2-11 : Augmentation de la pression (a) et fraction de particules suspendues (b) en fonction de la vitesse d'agitation (Lassaigne *et al.*, 2016).

La PGT a pour fonction d'étudier la variation de la pression totale mesurée au fond de la cuve de mélange, avec pour but de déterminer la fraction de particules suspendues en fonction de la vitesse d'agitation. Or cette méthode est basée sur l'obtention d'un profil de pression très spécifique. Si la composante hydrostatique de la pression ne peut être isolée telle que définie par la méthode, alors la PGT est inapplicable. Dans ce cas, une méthode alternative doit être proposée.

2.7 Les forces de suspension

Il existe plusieurs forces qui peuvent être exercées sur une particule. L'intensité de ces forces dépend de l'environnement ambiant. Concrètement, une force appliquée sur une particule aura pour effet d'accélérer ou ralentir celle-ci dans une direction donnée.

Les forces qui sont d'intérêt dans ces recherches sont : la force gravitationnelle, la force de flottabilité, les forces de portance et la force de trainée (Ayranci et al., 2012). Il existe d'autres forces : la force magnétique, la force électrostatique et la force acoustique (Peker & Helvaci, 2008).

Elles sont négligeables étant donné que les particules ne sont pas magnétisées, qu'aucune charge électrostatique n'est transmise à celles-ci et qu'elles sont plus grandes que la longueur d'onde du son.

2.7.1 La force gravitationnelle

La force gravitationnelle ($\boldsymbol{F_g}$) est importante en tout temps. Lorsqu'il n'y a pas ou très peu d'agitation dans la cuve de mélange, la gravité et la flottabilité sont les deux effets présents travaillant l'un contre l'autre.

$$\boldsymbol{F_g = m_p g}, \tag{2-12}$$

où m_p est la masse d'une particule.

2.7.2 La force de flottabilité

Telle que stipulée par la poussée d'Archimède, la force de flottabilité (F_f) agit directement à l'encontre de la force gravitationnelle et est proportionnelle à la masse de liquide qui est déplacée lors de l'élévation de la particule. Ainsi, une particule de faible densité et de grand volume sera davantage portée à flotter (Peker & Helvaci, 2008).

$$\boldsymbol{F_f = \rho_L V_{dép} g}, \tag{2-13}$$

où $\boldsymbol{V_{dép}}$ est le volume déplacé.

Un bilan de force nul entre la force de flottabilité et la force gravitationnelle indique qu'une particule est statique.

2.7.3 Les forces de portance

Une fois que l'agitation est suffisante pour déplacer les particules, les forces de portances prennent effet. Lorsqu'il y a un gradient de vitesse de l'écoulement, plus prononcé proche des parois à cause du frottement sur ceux-ci, la particule est soumise à une force de portance perpendiculaire à l'écoulement, nommée la force de Saffman. La particule se met alors en rotation modifiant directement l'écoulement du liquide autour d'elle. Lorsque le sens de rotation de la particule est le même que l'écoulement du liquide, la particule est accélérée à ce point. Cet effet est représenté par

la partie inférieure de la sphère sur la figure 2-12. On observe une intensification du champ de vitesse à cet endroit, causée par la rotation de la sphère dans ce sens. À l'autre extrémité de la particule, la rotation est à contresens de l'écoulement. La force de portance résultant de cet effet est la force de Magnus (Ayranci *et al.*, 2012).

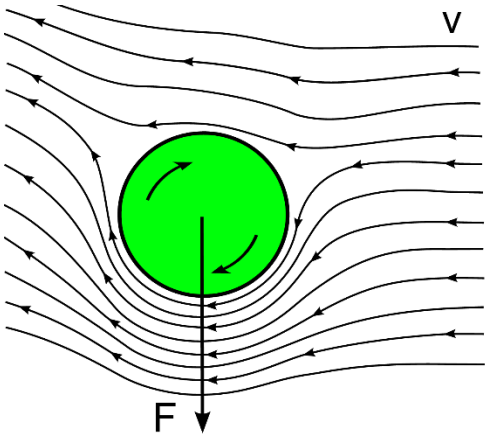

Figure 2-12 : Représentation de l'effet de Magnus sur le champ de vitesse V et de la force F résultante (Kosiorek, 2007).

2.7.4 La force de trainée

La force de trainée est la résistance de la particule au mouvement. Elle est influencée par la vitesse de la particule relative au liquide, la viscosité et densité du liquide, la forme, la rugosité de la particule ainsi que la surface de contact de celle-ci avec le liquide. Elle est proportionnelle au coefficient de trainée, telle que présentée dans l'équation (2-14). Ainsi, la force de trainée dépend fortement du régime d'écoulement. Par exemple, l'équation (2-14) permet de calculer la force de trainée pour une particule sphérique (Peker & Helvaci, 2008) :

$$\boldsymbol{F_D = \frac{C_D \pi d_p^2 \rho_L V^2}{8}}, \qquad (2\text{-}14)$$

où C_D est le coefficient de trainée, πd_p^2 est la surface de la particule projetée dans la direction de l'écoulement et V est la vitesse relative de la particule à celle du liquide.

Le

Tableau 2-1 présente les différentes corrélations existantes pour déterminer le coefficient de trainée selon le régime d'écoulement.

Tableau 2-1 : Corrélations théoriques du coefficient de trainée selon le régime d'écoulement (Atiemo-Obeng *et al.*, 2004).

Régime	Intervalle de Reynolds	Coefficient de trainée
Régime laminaire	$Re_p < 0.3$	$\frac{24}{Re_p}$
Régime transitoire	$0.3 < Re_p < 1000$	$\frac{18.5}{Re_p^{\frac{3}{5}}}$
Régime turbulent	$1000 < Re_p < 35 \times 10^4$	0.445

Re_p est le nombre de Reynolds particulaire :

$$\boldsymbol{Re_p = \frac{\rho_L \cdot V_t \cdot d_p}{\mu}}, \qquad (2\text{-}15)$$

où V_t est la vitesse terminale de chute d'une particule isolée (présentée dans la prochaine section).

2.8 Hauteur de suspension

Un indicateur de l'état de suspension est la hauteur à laquelle les particules sont suspendues. Plus la vitesse d'agitation est élevée, plus la hauteur de suspension augmente, jusqu'à atteindre une suspension uniforme telle qu'illustrée sur la figure 2-10. Cette hauteur délimite la zone de la cuve de mélange où le liquide est riche en solides de la zone où le liquide est pauvre en solides (Atiemo-Obeng *et al.*, 2004). Par exemple, l'équation (2-16) permet de prédire la hauteur de suspension (CH) pour des agitateurs purement axiaux (Bittorf & Kresta, 2002) :

$$\boldsymbol{CH = \frac{N}{N_{js}}\left(0.84 - 1.05\frac{C}{T} + 0.7\frac{\left(\frac{D}{T}\right)^2}{1-\left(\frac{D}{T}\right)^2}\right)}, \qquad (2\text{-}16)$$

où T est le diamètre de la cuve et C est l'espacement vertical entre l'agitateur et le fond de la cuve.

2.9 Sédimentation

Lorsqu'une particule sédimente, la force gravitationnelle, la force de flottabilité et de trainée agissent sur elle. La force gravitationnelle, comme expliqué dans la sous-section 2.7.1, travaille à l'encontre de la force de flottabilité et de la force de trainé. En sédimentant, la particule crée une zone de trainée derrière elle, de sorte que le liquide déplacé par la particule est ascendant et ralentit la sédimentation. Ce bilan de force est nul une fois que la vitesse maximale de sédimentation est atteinte (vitesse terminale de chute).

$$\boldsymbol{\sum F_i = F_g + F_f - F_D = 0} \qquad (2\text{-}17)$$

Ce phénomène est amplifié à forte concentration de particules où une grande quantité de liquide remonte le long des parois du réservoir. De plus, à forte concentration se produit le phénomène de sédimentation entravée où la trainée des particules affecte localement les autres particules et les collisions entre elles ralentissent d'autant plus la sédimentation (Peker & Helvaci, 2008).

Richardson et Zaki (1954) ont développé une corrélation semi-empirique pour la sédimentation de particules solides, monodisperses et à haute concentration (entre 0.05 et 0.5 de fraction volumique (φ)) :

$$\boldsymbol{V_{ht} = V_t(1 - X_{VS})^m}, \qquad (2\text{-}18)$$

où V_{ht} est la vitesse terminale de chute de l'ensemble de particules durant la sédimentation et m est fonction du régime de sédimentation et des effets de parois. Le tableau suivant présente les différentes valeurs de m selon le régime de sédimentation (Peker & Helvaci, 2008).

Tableau 2-2 : Corrélations théoriques de l'index m (Peker & Helvaci, 2008).

Plage de Re_p	Valeurs de m

$\boldsymbol{Re_p \leq 0.2}$	$4.65 + 19.5\left(\frac{\mathrm{d_p}}{D}\right)$
$\boldsymbol{0.2 < Re_p < 1}$	$\left(4.35 + 17.5\left(\frac{\mathrm{d_p}}{D}\right)\right) Re_p^{-0.03}$
$\boldsymbol{1 \leq Re_p < 200}$	$\left(4.45 + 18\left(\frac{\mathrm{d_p}}{D}\right)\right) Re_p^{-0.1}$
$\boldsymbol{200 \leq Re_p < 500}$	$4.45 Re_p^{-0.1}$
$\boldsymbol{Re_p \geq 500}$	2.4

La vitesse terminale de chute ou la vitesse de sédimentation libre d'une particule sphérique peut être calculée à l'aide de l'équation (2-19) :

$$\boldsymbol{V_t = \left(\frac{4}{3}(\rho_s - \rho_L) g d_p}{\rho_L C_D}\right)^{\frac{1}{2}}}, \qquad (2\text{-}19)$$

où C_D est le coefficient de trainée.

En régime de Stokes (Re<0.1), l'équation (2-19) se simplifie comme suit (Bird, Stewart, & Lightfoot, 2007) :

$$\boldsymbol{V_t = \frac{d_p^2(\rho_S - \rho_L) g}{18\mu}}. \qquad (2\text{-}20)$$

2.10 Effets des facteurs expérimentaux en régime laminaire

Plusieurs études ont été effectuées en régime turbulent sur les effets des facteurs expérimentaux sur N_{js}. Malgré cela, plusieurs facteurs sont toujours incompris, surtout en régimes laminaire et transitoire. C'est dans l'intérêt d'approfondir ces connaissances que l'URPEI investigue en profondeur ce sujet (Lassaigne *et al.*, 2016).

2.10.1 Concentration particulaire

La vitesse minimale de suspension complète augmente en tout temps avec l'augmentation de la concentration particulaire. Or celle-ci varie différemment selon la concentration. À partir de 1 % volumique, l'augmentation devient lisse et suit une loi de puissance d'environ 0.15. À partir d'approximativement 50 % volumique, en fonction de la forme des particules et de divers autres facteurs physiques, la loi de puissance change. À partir de 80 % volumique, la loi de puissance de 0.15 est à 30 % sous l'estimation de N_{js} (Brown & Etchells III, 2016). En régime laminaire, avec l'utilisation d'un agitateur à fort cisaillement, il a été déterminé qu'une augmentation en concentration particulaire engendre l'augmentation de N_{js} pour un diamètre élevé de particules. Par contre, avec un faible diamètre particulaire, une augmentation en concentration engendre une diminution de N_{js}. D'après la corrélation de Zwietering, en turbulent, une augmentation de la concentration particulaire engendre un accroissement de N_{js} (Lassaigne et al., 2016).

2.10.2 Viscosité

Peu de travaux ont porté sur l'étude des effets de la viscosité sur la suspension en régime laminaire. La majorité de ceux-ci est dédiée à l'étude des effets en régime turbulent avec une viscosité maximale étudiée de 1 Pa.s (Brown & Etchells III, 2016). Ibrahim et Nienow (2009) ont rigoureusement analysé les effets de la viscosité à 1, 10 et 100 cP, pour divers agitateurs. Il a été conclu qu'il n'y avait aucune différence entre 1 et 10 cP, mais que les effets à 100 cP variaient selon le type d'agitateur utilisé.

Malgré une bonne correspondance entre les différentes corrélations publiées pour la densité des solides et liquides, la taille des particules et la concentration, il y a des différences significatives en ce qui concerne la viscosité des liquides (Brown & Etchells III, 2016). La corrélation de Zwietering possède un exposant de 0.1 pour la viscosité, or celle-ci est applicable au régime turbulent où les forces visqueuses sont négligeables et les particules sont plus grandes que l'échelle de Kolmogorov. Avec une augmentation de 1 ou plus en ordre de grandeur sur la viscosité, l'exposant de 0.1 peut engendrer de grands écarts sur le calcul de N_{js} (Brown & Etchells III, 2016). Les travaux récents de Grenville et al. (2015) ont exclu complètement le terme de viscosité dans leur corrélation, respectant ainsi l'absence de forces visqueuses en régime turbulent.

2.10.3 Diamètre des particules

Dans la corrélation de Zwietering, l'exposant du diamètre des particules est de 0.2 (Zwietering, 1958), de sorte que N_{js} accroît légèrement lorsque le diamètre des particules augmente. Le faible exposant confirme que l'effet du diamètre des particules sur N_{js} est faible. Cela est d'autant plus vrai pour des particules avec de grands diamètres, plus spécifiquement, lorsque les particules sont plus grosses que les tourbillons en régime turbulent. Par contre, l'effet contraire a été trouvé en régime laminaire où N_{js} diminue avec l'augmentation du diamètre des particules (Lassaigne et al., 2016).

2.10.4 Agitateurs

Les différents types d'agitateurs ont été présentés plus tôt ainsi que les régimes d'opération pour lesquels ceux-ci sont efficaces. Il a été mentionné que les agitateurs axiaux sont optimaux pour la dispersion de particules solides en régime turbulent dû à la direction le long de laquelle la turbulence est produite. Les agitateurs axiaux génèrent de la turbulence majoritairement au fond de la cuve, selon le patron d'écoulement. Or les agitateurs radiaux génèrent de la turbulence à proximité de la turbine, vers les parois de la cuve (Ayranci et al., 2012). Par contre, cette théorie n'est pas valide en régimes laminaire et transitoire où les mécanismes de mélange n'impliquent pas la génération de turbulence. Des recherches récentes au sein de l'URPEI ont démontré que l'utilisation d'un agitateur axial est également efficace en régimes laminaire et transitoire (Lassaigne et al., 2016).

De toutes les corrélations présentées, aucune ne s'applique au régime laminaire et aucune ne peut prédire l'effet d'un agitateur raclant sur N_{js}. La raison étant que la majorité des recherches tentent de caractériser le régime turbulent. De sorte que les agitateurs les plus couramment étudiés sont les agitateurs axiaux, radiaux ou hybrides où celles-ci sont les plus efficaces. Par exemple, la corrélation de Grenville et al. (2015) n'est qu'applicable à ces types d'agitateurs. Il y a donc un manque de connaissances de l'application de différents agitateurs en régime laminaire.

2.11 Objectifs et résumé

La plupart des recherches sur N_{js} ont été effectuées en régime turbulent, de sorte que la suspension de particules solides en régimes d'écoulement laminaire et transitoire est, encore aujourd'hui, très peu comprise. Cela mène à de conceptions incomplètes de procédé de mélange avec de fortes conséquences sur l'efficacité de celles-ci.

Depuis les recherches de Zwietering en 1958, le domaine du mélange solide-liquide en régime turbulent a pris de l'importance, de sorte que de nombreuses recherches sur la vitesse minimale de suspension complète ont été effectuées afin de développer diverses méthodes et corrélations pour déterminer et prédire celle-ci. Certaines méthodes visuelles, sont inapplicables dues aux restrictions des systèmes de mélange, telles qu'un fluide opaque ou une forte concentration en solides (Kasat & Pandit, 2005). Brucato et al. (1997) et Micale et al. (2002) ont développé une méthode non-intrusive permettant facilement et de façon fiable de déterminer N_{js} pour un système utilisant un agitateur axial ou radial. Plusieurs corrélations ont été développées pour la prédiction de N_{js}, mais elles sont applicables qu'au régime turbulent, de sorte que le régime laminaire demeure encore inexploré. La plus récente est la corrélation de Grenville et al. (2015) qui malgré son grand domaine d'application, ne peut s'appliquer qu'à un Re supérieur à 390, à l'extérieur des limites du régime laminaire.

Les dernières recherches de l'URPEI ont permis d'analyser davantage les mécanismes de la suspension de particules solides en régimes laminaire et transitoire avec l'utilisation d'une turbine à pales inclinées (PBT), en appliquant la PGT au système (Lassaigne et al., 2016). Malgré la forte utilisation de la PBT pour la suspension de particules solides dans ces régimes d'écoulement, il s'avère possible qu'un choix alternatif d'agitateur, tel qu'un agitateur raclant, serait plus efficace. En effet, la PBT, initialement utilisée pour le mélange en régime turbulent, pourrait être moins efficace qu'un agitateur initialement conçu pour opérer en régime laminaire, tel que les agitateurs raclants. Or ceux-ci ont été très peu investigués pour la suspension de particules solides.

L'objectif général de ce travail est de caractériser et d'optimiser la suspension de particules solides en cuve agitée par un ruban hélicoïdal, en milieu visqueux, afin d'explorer la possibilité d'utiliser un agitateur raclant pour un système similaire à celui présenté dans le travail de Lassaigne et al. (2016). Précisément, l'objectif est de conclure si un agitateur à fort cisaillement, tel la PBT, est

plus efficace qu'un agitateur raclant qui est fondamentalement conçu pour le mélange en régime laminaire, d'où le choix du ruban hélicoïdal comme agitateur à l'étude.

Les objectifs spécifiques sont de :

- Déterminer la vitesse minimale de suspension complète de particules monodisperses en régimes laminaire et transitoire, pour un ruban hélicoïdal ;
- Diagnostiquer les mécanismes hydrodynamiques en jeu et en quantifier leurs impacts sur la mise en suspension de particules, pour un ruban hélicoïdal ;
- Comparer l'utilisation du ruban hélicoïdal et de la PBT en régimes laminaire et transitoire.

CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE

Ce chapitre décrit la méthodologie de ce travail, en présentant le montage expérimental qui a été utilisé, ainsi que les facteurs expérimentaux à l'étude et la stratégie expérimentale en lien avec ces derniers.

3.1 Stratégie expérimentale

Avec pour objectif d'étudier les mécanismes de mélange du ruban hélicoïdal, trois facteurs ont été retenus pour l'étude : la taille des particules, la viscosité du fluide et la concentration de solides. Plusieurs autres facteurs, tels que la densité du solide et la rhéologie du fluide, sont possiblement significatifs, mais ne sont pas pris en compte dans ce travail. Le tableau suivant présente les modalités des facteurs étudiés.

Tableau 3-1 : Modalités des facteurs expérimentaux.

Facteurs	Modalités
Diamètre de particule d_p (mm)	0.5 - 0.9
Viscosité μ (Pa.s)	0.2 - 1 - 3
Fraction volumique X_{vs} (%)	5 - 10

Suite à des expériences préliminaires, il a été déterminé que le facteur limitant le nombre d'expérience est le temps. En effet, une seule expérience peut durer jusqu'à neuf heures. Considérant qu'il n'y a que trois modalités, en plus des deux méthodes développées (présentées au Chapitre 4) le nombre de combinaison d'expériences s'élève à 24. Le tableau 2-1 présente la liste des expériences et des paramètres.

Chacune de ces expériences a été effectuée en variant la vitesse d'agitation entre 0 et 90 RPM. Lorsque les particules n'étaient pas en processus de suspension, la vitesse a été augmentée par bons de 12 RPM et a été réduite à 6 RPM dans le cas contraire.

Tableau 3-2 : Modèle expérimental.

No.	d_p (mm)	μ (Pa.s)	X_w (%)	Méthode
1	0.5	0.2	5	1
2	0.5	0.2	5	2
3	0.5	0.2	10	1
4	0.5	0.2	10	2
5	0.5	1	5	1
6	0.5	1	5	2
7	0.5	1	10	1
8	0.5	1	10	2
9	0.5	3	5	1
10	0.5	3	5	2
11	0.5	3	10	1
12	0.5	3	10	2
13	0.9	0.2	5	1
14	0.9	0.2	5	2
15	0.9	0.2	10	1
16	0.9	0.2	10	2
17	0.9	1	5	1
18	0.9	1	5	2
19	0.9	1	10	1
20	0.9	1	10	2
21	0.9	3	5	1

22	0.9	3	5	2
23	0.9	3	10	1
24	0.9	3	10	2

3.2 Systèmes de mélange

3.2.1 Fluides et solides utilisés

Le fluide utilisé pour les expériences est le glucose, fluide newtonien, dilué avec l'eau pour atteindre 3 Pa.s, 0.6 Pa.s et 0.2 Pa.s de viscosité. Les viscosités ont été déterminées à l'aide d'un rhéomètre MCR 501 avec variation de la température et de la vitesse de rotation du Couette afin de déterminer la sensibilité du mélange par rapport à ces facteurs. La température dans le laboratoire et la température du mélange ont très peu varié durant les expériences. La viscosité est donc demeurée constante. Les masses volumiques étaient respectivement de 1386 kg/m^3, de 1350 kg/m^3 et de 1320 kg/m^3. Celles-ci ont été déterminées en pesant un volume de 10 ml sur une balance.

Les particules utilisées pour la phase solide du mélange sont des billes de verres sphériques de 500 µm et de 900 µm, fournis par Métalfini et Potters. La dynamique de suspension est sensible à l'augmentation du volume, car celui-ci est proportionnel au cube du diamètre. C'est pour cette raison que le diamètre est significatif durant la suspension des particules. Par exemple, en doublant le diamètre d'une particule, son volume est multiplié d'un facteur huit. Elles ont une sphéricité de 90 % et une masse volumique de 2500 kg/m^3. Les fractions volumiques étudiées sont de 5 % et de 10 % en pourcentage, et de 8.7 % et 16.8 % en équivalent massique. Une concentration plus élevée aurait pour effet de modifier la rhéologie apparente du liquide, ce qui n'est pas étudiée dans ce travail.

3.2.2 Géométrie de la cuve et de l'agitateur

Les expériences ont été réalisées dans une cuve cylindrique de 36.5 cm de diamètre (T) à fond plat afin de pouvoir appliquer la méthode de pression de jauge, décrite au chapitre précédent. Un ruban hélicoïdal a été utilisé comme agitateur et a été dimensionné avec un espacement de 6.5 cm du fond

de la cuve (C) et avec un écart de 1.5 cm de la paroi (E). Les dimensions du ruban sont présentées schématiquement sur la figure 3-1.

Le ruban hélicoïdal a un diamètre (D) de 33.3 cm et une hauteur (S) de 33.3 cm. La largeur (e) de l'hélice est de 0.4 cm et une longueur (Wb) de 3.6 cm. De plus, la largeur du bras de mélange est de 2.54 cm et sa hauteur (L) est de 43.2 cm. La hauteur du liquide dans la cuve est standard, soit de 36.6 cm, égale au diamètre de la cuve. En considérant toutes ces mesures, la hauteur du ruban non submergée est de 3.2 cm.

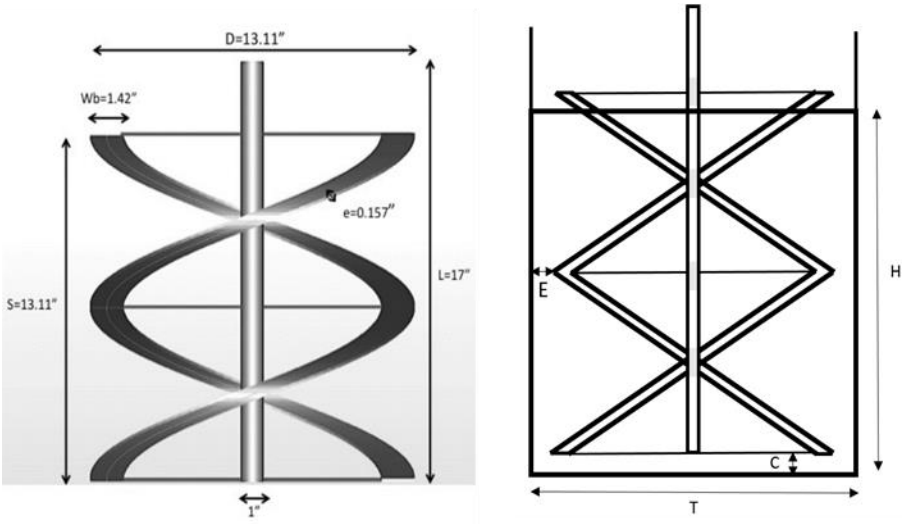

Figure 3-1 : Schéma des dimensions du montage expérimental.

Tableau 3-3 : Dimensions et ratio des grandeurs par rapport au diamètre de la cuve du montage expérimental.

Dimension	Grandeur (cm)	Ratio (Grandeur/T)
T	36.6	1
H	36.6	1
C	6.5	8.2
E	1.5	22.8
D	33.3	1.1
S	33.3	1.1

L	43.2	0.8
Wb	3.6	0.1
e	0.4	0.01

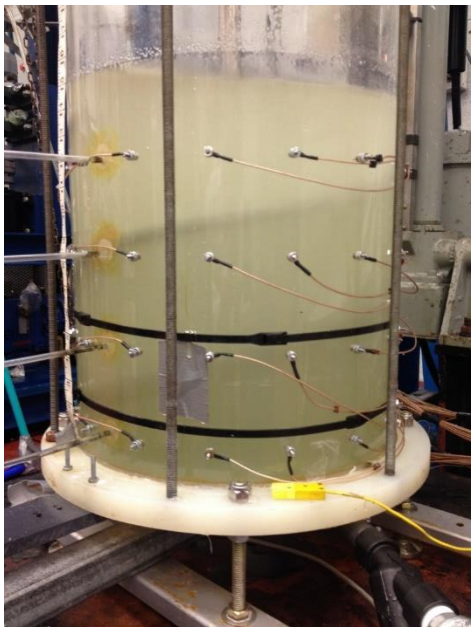

Figure 3-2 : Photo du montage expérimental en fonction.

CHAPITRE 4 NOUVELLES MÉTHODES POUR LA DÉTERMINATION DE N_{JS}

La méthode de pression de jauge développée par Brucato et al. (1997) et Micale et al. (2002), présentée dans la section 2.6.2.2, n'est pas applicable au montage présent puisque la composante dynamique de la pression totale ne peut être extraite telle que présentée par la PGT. De sorte que deux nouvelles méthodes adaptées au montage présent ont été développées. L'utilisation de celles-ci nécessitent l'installation de capteurs de pression (Freescale : MPX5010DP) à différents endroits dans la cuve. Un seul capteur est installé au fond de la cuve et quatre autres sont installés le long de la paroi à 3, 12, 21 et 30 cm de hauteur du fond. Tous possèdent une exactitude de 5 % sur la gamme de mesure. L'emplacement du capteur au fond de la cuve est déterminé selon une configuration optimale proposée par Micale et al. (2002), soit la moitié de la distance entre le centre de la cuve et la paroi. Les capteurs situés sur le long de la paroi n'ont pas été utilisés durant le développement des nouvelles méthodes. En effet, ceux-ci ne sont pas essentiels à l'analyse du ruban hélicoïdal étant donné qu'il n'y a aucune variation de la hauteur du nuage de suspension (i.e. une fois une particule suspendue, celle-ci est poussée jusqu'au haut du mélange dû à l'effet raclant du ruban).

Il faut noter que les mécanismes de mélange varient selon le type d'agitateur utilisé. Étant donné que l'agitateur utilisé dans ce travail est le ruban hélicoïdal, la méthode de la pression de jauge ne peut être appliquée. En effet, cette dernière dépend de l'obtention d'un profil de vitesse tel que présenté sur la figure 2-11. Toutefois un profil complètement différent est obtenu avec le ruban hélicoïdal. La figure 4-1 présente des résultats préliminaires obtenus avec l'utilisation du ruban où la pression totale mesurée au fond de la cuve est fonction de la vitesse d'agitation.

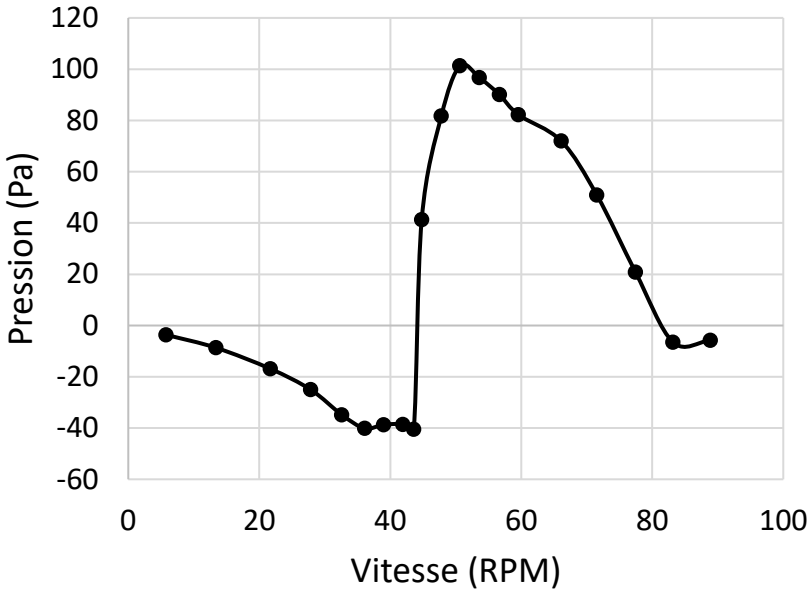

Figure 4-1 : Résultats préliminaires pour le ruban hélicoïdal, de la variation de la pression totale au fond de la cuve de mélange, avec suspension de particules solides, en fonction de la vitesse d'agitation, pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 1 Pa.s.

La dépression qui a lieu pour les vitesses de 0 à 45 RPM et de 50 à 90 RPM est due au déplacement positif du liquide causé par l'agitation du ruban hélicoïdal. La compression du liquide dans un volume défini, crée un vide derrière les pales de l'agitateur ce qui engendre une pression négative telle qu'observée sur la figure 4-1. Étant donné que cette force génère une pression plus grande que celle de la suspension des premières particules solides, la pression décline. Par contre, lorsqu'il y a une quantité significative de particules qui sont suspendues, la pression hydrostatique augmente. De là l'accroissement de la pression tel qu'observée sur la figure 4-1. La dépression entre 50 et 90 RPM est causée par l'augmentation de la vitesse d'agitation. La pression hydrostatique ne varie pas de façon significative puisque la majorité des particules sont suspendues à ce moment et la pression dynamique continue d'accroître dû à l'augmentation continuelle de la vitesse d'agitation.

N_{js} n'est pas déterminée dans ce cas-ci avec l'utilisation de la PGT classique puisque la composante dynamique ne peut être décomposée comme fonction polynomiale de second degré, comme il est présenté sur la figure 2-11. Ainsi, deux nouvelles méthodes basées sur la PGT ont été développées. Celles-ci fonctionnent en tandem, car la première ne peut rigoureusement éliminer la composante

dynamique de la pression totale et donc requiert une seconde méthode qui étudie spécifiquement les résultats de la première afin d'extraire la composante hydrostatique.

4.1 La méthode de la différence de pression

Tout comme pour la méthode de la pression de jauge, la méthode de la différence de pression a pour objectif d'éliminer la pression hydrodynamique de la pression totale, pour ainsi obtenir la variation de la pression hydrostatique en fonction de la vitesse. Pour ce faire, la variation de la pression sans suspension de particules solides a d'abord été déterminée en effectuant des tests sans particules. La figure 4-2 présente des résultats préliminaires obtenus pour des tests d'agitation avec le ruban hélicoïdal sans présence de particules solides.

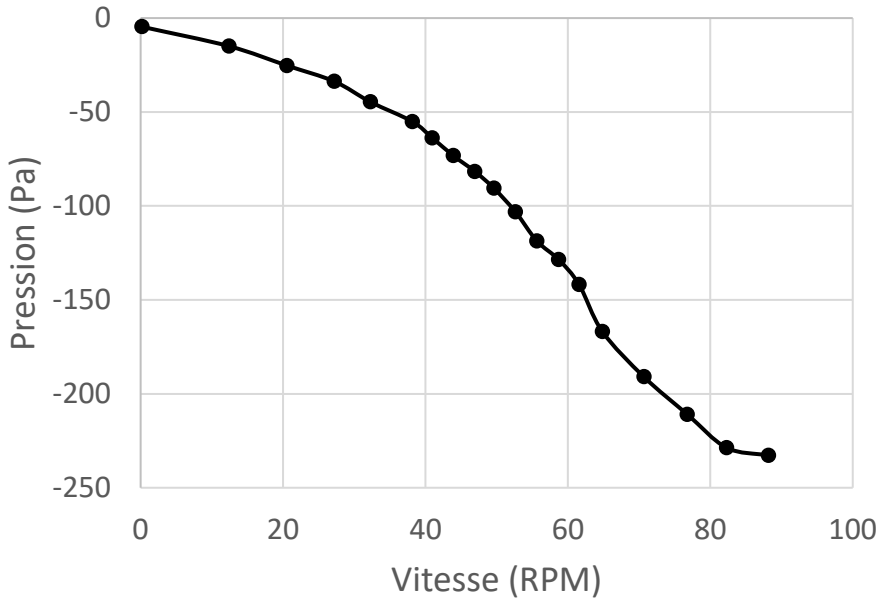

Figure 4-2 : Résultats préliminaires pour le ruban hélicoïdal, de la variation de la pression hydrodynamique au fond de la cuve de mélange, sans suspension de particules solides, en fonction de la vitesse d'agitation, pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 1 Pa.s.

Telle qu'observée sur la figure 4-1, dans les plages de vitesses de 0 à 45 RPM et de 50 à 90 RPM, la figure 4-2 présente une dépression constante. On n'y retrouve aucun saut de pression, contrairement à la figure 4-1, étant donné qu'il n'y a aucune particule solide. La pression hydrodynamique ne fait qu'augmenter négativement selon la vitesse d'agitation. La variation de la

pression hydrostatique est obtenue en soustrayant le profil de pression de la figure 4-2 à celui de la figure 4-1.

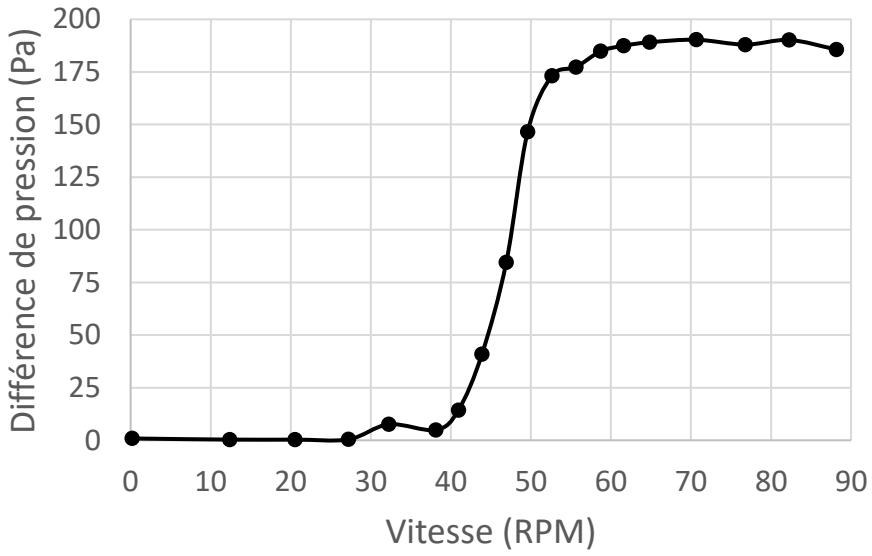

Figure 4-3 : Résultats préliminaires, avec l'utilisation du ruban hélicoïdal, de la variation de la pression hydrostatique, en présence de particules, au fond de la cuve de mélange en fonction de la vitesse d'agitation, en soustrayant la pression hydrodynamique de la pression totale, pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 1 Pa.s.

La figure 4-3 présente la différence de pression hydrostatique, en soustrayant la pression hydrodynamique obtenue à la figure 4-2, sans particules, de la pression totale présentée à la figure 4-1, avec particules. Le saut de pression vers 40 RPM correspond au début de suspension des particules solides. Une fois que celles-ci sont entièrement suspendues, la pression atteint un plateau et demeure constante. Or il n'est toujours pas certain où exactement se trouve la vitesse minimale de suspension complète. Par contre, nous savons que N_{js} se trouve aux vitesses où la pression atteint un plateau. Par exemple, sur la figure 4-3, N_{js} se trouve assurément entre 50 et 70 RPM.

4.2 La méthode de sédimentation

La méthode de la différence de pression précédente a pour résultat l'obtention d'une plage de vitesse où se situe N_{js}. Pour déterminer celle-ci de façon plus précise, chacune des vitesses résultantes doit être étudiée avec une nouvelle méthode que nous appelons la méthode de sédimentation.

Dans un premier temps, celle-ci consiste à suspendre des particules à une vitesse fixe, de sorte que la pression mesurée au fond de la cuve atteigne une valeur stable, et cesse l'agitation soudainement. À cet instant, la pression mesurée au fond de la cuve correspond à la pression hydrostatique uniquement. Ceci ne s'applique que pour des systèmes suffisamment visqueux, car le mouvement dynamique du mélange doit arrêter rapidement afin d'éviter la lecture de pression hydrodynamique. Aussi, les particules doivent posséder une vitesse de sédimentation suffisamment faible pour permettre la lecture de la pression hydrostatique avant qu'il y ait sédimentation. Ce test est répété pour chacune des vitesses dans la plage déterminée à l'aide de la méthode de la différence de pression. La figure 4-4 présente un exemple de résultat pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, une solution de glucose de viscosité égale à 0.2 Pa.s.

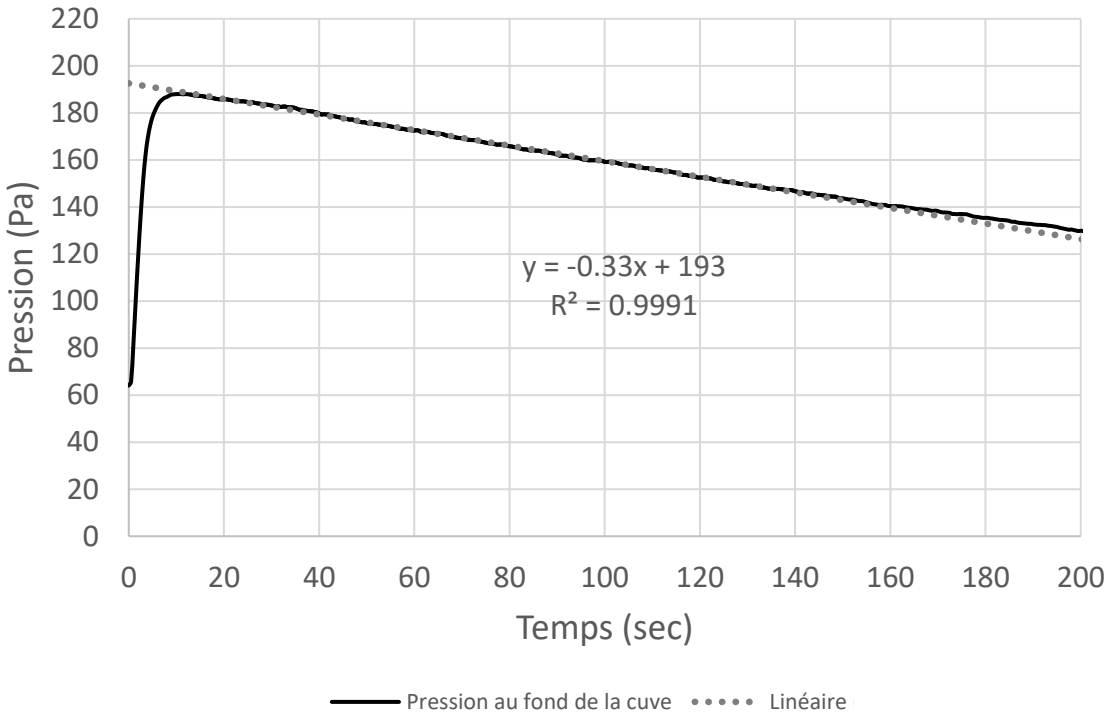

Figure 4-4 : Exemple d'utilisation de la méthode de sédimentation pour un système avec des billes de verres de 500 µm et de 5 %v, avec une viscosité de glucose de 0.2 Pa.s.

Le pic de pression observé sur la figure 4-4 a lieu environ 5 secondes après l'arrêt de l'agitation. Ce retard peut être causé par différents facteurs. Lorsque l'arrêt est enclenché, l'agitateur prend environ 2 secondes à s'immobiliser. Aussi, le fait que la solution de glucose n'est pas d'une

viscosité suffisamment élevée pour s'immobiliser immédiatement après l'arrêt de l'agitateur, cause une certaine inertie. De surcroît, le système d'acquisition de données possède un léger retard. Tous ces facteurs doivent être considérés dans l'interprétation des résultats en effectuant une régression linéaire sur les premiers points expérimentaux, telle que démontrée sur la figure 4-4. L'ordonnée à l'origine de celle-ci correspond à la valeur de la pression hydrostatique à l'arrêt, soit d'une valeur de 193 sur la figure 4-4. Le coefficient de régression R^2 démontre que les points expérimentaux suivent fortement une tendance linéaire. Cela concorde avec la théorie voulant que la vitesse de sédimentation de particules suit une tendance linéaire (Buzzaccaro, Tripodi, Rusconi, Vigolo, & Piazza, 2008).

La pression théorique de la suspension complète des particules est calculée en déterminant d'abord la masse volumique apparente du mélange :

$$\boldsymbol{\rho_{app} = \rho_L \cdot X_{VL} + \rho_S \cdot X_{VS}}\ , \tag{4-1}$$

où ρ_{app} est la masse volumique apparente et X_{VL} est la fraction volumique de liquide.

La pression hydrostatique est donnée par :

$$\boldsymbol{\frac{dP}{dz} = -\rho \cdot g}\ , \tag{4-2}$$

d'où l'expression suivante pour la variation de la pression hydrostatique lorsque les particules sont en suspension,

$$\boldsymbol{\Delta P_{hyd} = \left(\rho_{app} - \rho_L\right) \cdot g \cdot H}\ , \tag{4-3}$$

où H est la hauteur de liquide dans la cuve.

En soustrayant la valeur expérimentale de la variation de pression hydrostatique, déterminée avec la méthode de sédimentation, à la valeur théorique, calculée à l'aide de l'équation (4-3), on obtient le profil de variation présenté ci-dessous pour une suspension où la viscosité est de 0.2 Pa.s, le diamètre des particules est de 500 µm et la fraction volumique est de 0.05. On remarque une diminution de la différence de pression causée par le rapprochement de la valeur expérimentale et

de la valeur théorique de la pression hydrostatique d'une suspension complète. En augmentant la vitesse d'agitation, plus de particules sont suspendues ce qui diminue la différence de pression jusqu'à atteindre une valeur proche de 0.

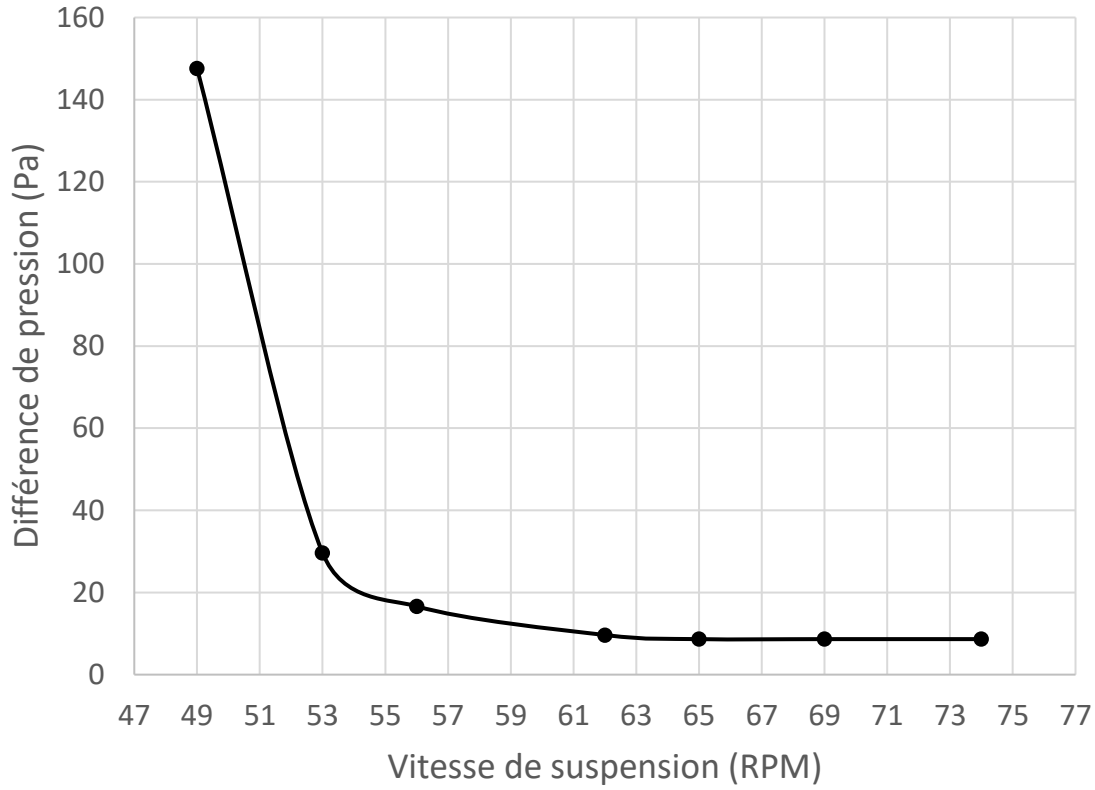

Figure 4-5 : Différence de pression hydrostatique entre la valeur théorique d'une suspension complète et les valeurs expérimentales avec une viscosité de glucose de 0.2 Pa.s et avec des particules de 500 µm et de 5 %v.

Sachant que N_{js} est atteint lorsque l'ensemble des particules est suspendu, il est possible de conclure que cette valeur se situe approximativement entre 56 et 60 RPM. On en tire qu'un tel système de mélange fonctionnant dans cet intervalle de vitesses atteindra l'état de suspension complète.

CHAPITRE 5 PRÉSENTATION DE L'ARTICLE

Dans le cadre de ce travail de maîtrise, un article scientifique, soumis à Chemical Engineering Research and Design, a été rédigé afin d'approfondir les connaissances du mélange solide-liquide en régimes laminaire et transitoire. Précédemment, Lassaigne et al. (2016) ont caractérisé le comportement de la PBT en étudiant l'effet de trois facteurs sur N_{js} : le diamètre des particules de suspension, la fraction volumique des particules et la viscosité du liquide. En conclusion, une augmentation de la valeur de ceux-ci engendre une diminution de N_{js} à l'exception du diamètre des particules qui engendre une augmentation pour un petit diamètre et une diminution pour un grand diamètre. Malgré cette contribution scientifique, il existe plusieurs facettes du mélange solide-liquide en régimes laminaire et transitoire qui demeurent inexplorées, telles que l'utilisation d'un agitateur raclant pour la suspension de particules solides.

Ce travail a pour objectif de développer deux méthodes pour la détermination de N_{js} en milieu visqueux avec une suspension non-diluée de particules monodisperses dans le cas d'un agitateur hélicoïdal. L'intérêt est de modifier la méthode de pression de jauge développée par Brucato et al. (1997) et Micale et al. (2002), initialement conçue pour des agitateurs à fort cisaillement, tels que la PBT, afin de l'appliquer à d'autres types d'agitateur adaptés aux régimes laminaire et transitoire.

L'applicabilité des méthodes de différence de pression et de sédimentation, présentées au chapitre 3, a été testée en variant les trois mêmes facteurs étudiés dans le cadre du travail effectué par Lassaigne et al. (2016). Compte tenu de la durée des expériences, jusqu'à 8 heures, le nombre d'expériences a été limitée à 24. Cela correspond à une douzaine d'expériences pour chacune des méthodes développées. De surcroît, une analyse de reproductibilité et d'erreurs de mesure a été effectuée afin de conclure sur l'incertitude des méthodes.

La première des méthodes développées, la méthode de la différence de pression, permet d'estimer un ensemble de vitesses où pourrait se situer N_{js}. La deuxième, la méthode de sédimentation, permet de mesurer précisément N_{js} en étudiant en profondeur les résultats estimés par la méthode précédente. Finalement, il a été conclu qu'une augmentation de la valeur de chacun des facteurs mène à l'augmentation de N_{js}.

CHAPITRE 6 ARTICLE 1: COMPLEMENTARY METHODS FOR THE DETERMINATION OF THE JUST-SUSPENDED SPEED AND SUSPENSION STATE IN A VISCOUS SOLID-LIQUID MIXING SYSTEM*

Olivier Bertrand[a], Bruno Blais[b], François Bertrand[a], Louis Fradette[a4]

[a]Polytechnique Montréal, 2900 Édouard-Montpetit, Montréal H3T 1J4, Canada

[b]National Research Council Canada, 75 Boulevard de Mortagne, Boucherville J4B 6Y4, Canada

*Article submitted to the journal of Chemical Engineering Research and Design.

6.1 Abstract

Solid-liquid mixing is a crucial unit operation in numerous processes, including those in the food and cosmetics industries, where a wide range of solid properties and concentrations are used to prepare a large variety of final products. A poor understanding of mixing dynamics may lead to major economic losses due to poor yields and waste of raw materials. Then processes can be optimized through a better understanding of solid-liquid mixing dynamics.

Previous studies have characterized the suspension of solid particles in a viscous medium using a standard high shear impeller (a pitched-blade turbine or PBT) and have measured the fraction of suspended particles using the pressure gauge technique (PGT). Since the PGT cannot be applied in a straightforward way to close-clearance impellers, we developed a novel technique based on the PGT to determine the fraction of suspended particles in a system using a close-clearance impeller such as a double helical ribbon (DHR).

We studied a solid-liquid suspension in the laminar and transitional regimes with high particle loadings and a DHR. Since the dynamic pressure cannot be subtracted from the total pressure determined by the PGT, we developed two alternative methods. The first was the pressure difference method, which we used to determine a range of speeds where N_{js} is located. The second

[4] Corresponding authors: François Bertrand (francois.bertrand@polymtl.ca) and Louis Fradette (louis.fradette@polymtl.ca)

was the sedimentation-based method which we used to accurately quantify N_{js} and effectively eliminate the dynamic pressure. We demonstrate their pertinence and applicability.

Key-words: solid-liquid mixing – viscous fluids – non-dilute suspensions – mechanically agitated vessel – just-suspended speed – sedimentation

6.2 Introduction

A wide range of solid-liquid mixing based processes are used in the pharmaceutical, cosmetic, food, and mineral industries. These processes require an in-depth understanding of the mechanisms that govern the suspension of solid particles and that are highly dependent on the mixing regime. For example, Ayranci et al. (Ayranci et al., 2012) showed that the mean flow as well as small eddies in the turbulent regime play a role in the suspension of particles. They also showed that the relative importance of these two factors is a function of the impeller size (Ayranci et al., 2012). Furthermore, Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016) recently showed that the suspending mechanisms in laminar regimes are different from those in turbulent regimes.

The just-suspended speed has been defined as a mixing requirement for ″achieving and maintaining off-bottom suspension of solids″ (Paul et al., 2004). Zwietering (Zwietering, 1958) described it as the speed at which all particles do not remain motionless on the bottom of the mixing tank for more than 1 to 2 s (Zwietering, 1958) and proposed a correlation for determining N_{js} based on experimental measurements. However, this correlation has several limitations, mainly for systems involving high solid loadings and systems operating in the laminar or the transitional regimes (Ayranci et al., 2012). Alternative correlations with broader applicability have since been proposed (Bujalski et al., 1999; Grenville et al., 2010; Ibrahim, S. & Nienow, 1999; Lassaigne et al., 2016) using different methods for experimentally measuring N_{js}. Comprehensive reviews of these methods are available in Tamburini et al. (Tamburini, A et al., 2014) and Jafari et al. (Jafari, Chaouki, & Tanguy, 2012).

Flow regimes dictate the dominant mechanism for solid suspensions. However, little is known about solid suspensions in laminar and transitional regimes. One study (Lassaigne et al., 2016) on solid-liquid mixing using a PBT, showed that increasing the particle diameter, the solid volumetric fraction and the viscosity of the liquid causes a decrease in N_{js}. These results suggested that shear stress and the pressure applied at the surface of the particles suspend the particles, much like the

erosion mechanism described by Leighton et al. (Leighton & Acrivos, 1986). Although this may be true for a PBT, it is likely not the case for all types of impellers (axial, radial, mixed and close-clearance). To our knowledge, the suspension mechanisms and just-suspended speed of close-clearance impellers have never been investigated. Since viscous fluids are not easily pumped, it is generally preferable to use a close-clearance impeller that is designed to turnover and positively displace such fluids (Paul et al., 2004). Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016) investigated the use of a PBT for suspending solid particles in laminar and transitional flow regimes, but close-clearance impellers have never been studied in a similar system. The objective of this work is then to investigate the suspension of solid particles using such an impeller.

6.3 Methodology

6.3.1 The pressure gauge technique

There are numerous techniques for measuring N_{js}, but since they all suffer from limitations, none of them is clearly superior (Micale et al., 2002). The pressure gauge technique (PGT), which was introduced by Micale et al. (Brucato et al., 1997; Micale et al., 2002), is a simple and accurate method for calculating N_{js} that is based on determining the fraction of suspended solids using pressure measurements at the bottom of the vessel.

When the impeller is at rest, the pressure at the bottom of the tank is solely the hydrostatic pressure created by the weight of the liquid head. However, once the impeller is set into motion, the pressure at the bottom of the tank changes to encompass the dynamic and hydrostatic pressures. When the suspension process begins, the apparent density of the liquid increases when the weight of the particles is transferred to the liquid. This weight transfer results in an increase in the hydrostatic pressure. Once all the particles are suspended, the apparent density remains constant as does the hydrostatic pressure. The fraction of suspended particles can thus be obtained from the variation in the hydrostatic pressure. However, the increase in impeller speed also affects the dynamic component of the pressure. A second order polynomial curve can be fitted to the pressure data, past the inflexion point based on the procedure introduced by Micale et al. (Micale et al., 2002) to subtract the effect of the dynamic pressure on the total pressure and thus deduce the variation in the hydrostatic pressure from which the fraction of suspended particles is calculated. N_{js} is then

obtained using the fraction of suspended particles as a function of impeller velocity. An example of such a curve is shown in Figure 6-3.

While the PGT is commonly used in the turbulent regime to study mixed, axial, and radial impellers. Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016) are the only researchers to have used the PGT in the laminar and transitional regimes. However, close-clearance impellers have never been investigated in turbulent, laminar, or transitional regimes.

6.4 Experimental set-up

Experiments were performed in a flat-bottomed, cylindrical, transparent tank equipped with a double helical ribbon (DHR). The schematic shown in Figure 6-1 and described in Table 6-1 present the experimental set-up.

Table 6-1: Dimensions and ratios to tank diameter of the experimental setup.

Dimension	Size (in.)	Ratio (dimension/T)
T	14.37	1
H	14.37	1
C	1.76	8.2
E	0.63	22.8
D	13.11	1.1
S	13.11	1.1
L	17	0.8
Wb	1.42	0.1
e	0.157	0.01

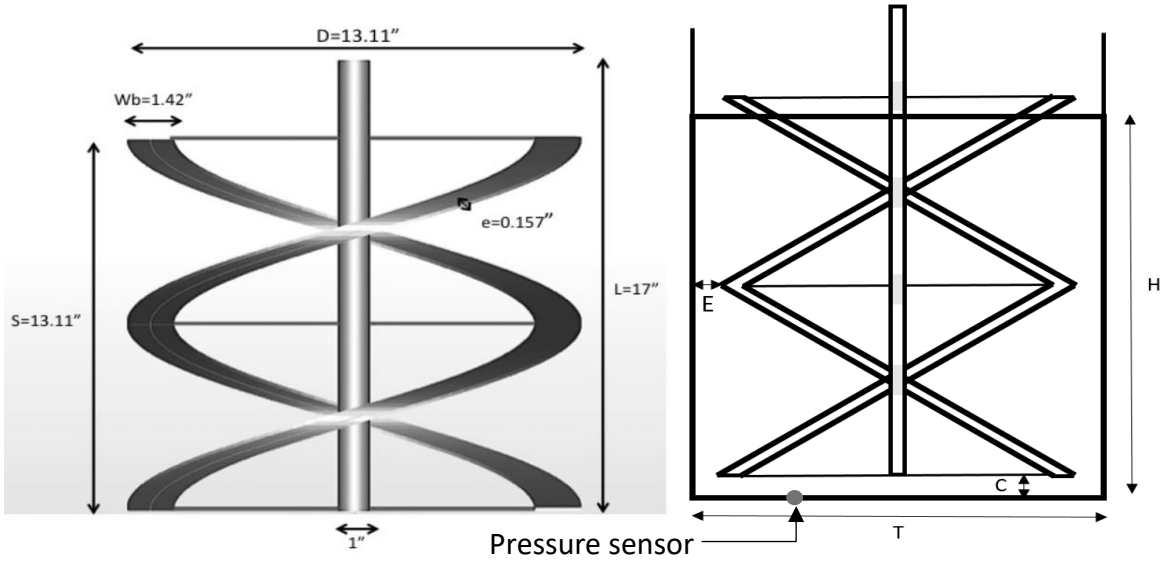

Figure 6-1: Illustration of the experimental mixing tank, including the double helical ribbon (DHR), the vessel, and the pressure sensor.

In this set-up, the fraction of suspended solids is determined using a sensor (Freescale: MPX5010DP), with a 5% accuracy over the full scale, located at the bottom of the tank at some distance from the tank wall so as to minimize the effects of the dynamic pressure on the pressure readings. A screen with a fine mesh prevents the particles from entering the tubing. The pressure sensor is connected to the tank via a horizontal tube. As the pressure at the bottom of the tank rises, the volume of liquid inside the tube increases. The sensor measures the pressure exerted by the compressed air trapped between the liquid and the sensor.

Spherical glass beads (Metalfini) with a nominal diameter of 500-µm and of 900-µm were used. The density of the particles was 2500 kg/m^3, and the volumetric fraction varied from 5% to 10% (8.7% and 16.8% in the mass fraction). The liquid medium consisted of diluted glucose solutions with viscosities of 0.2 Pa.s, 1 Pa.s, and 3 Pa.s. These viscosities were measured using an MCR 501 (Anton-Paar) rheometer by averaging the results for a range of temperatures and shear rates.

6.5 Results and Discussion

The tank bottom pressure profiles measured in the case of a vessel agitated with a DHR were totally different from the results of Micale et al. (Micale et al., 2002) and Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016) obtained with a PBT. The difference in pressure profiles can be attributed to the mixing flow regime. Figure 6-2 illustrates the variation of the bottom pressure as a function of the impeller speed for the two cases at hand.

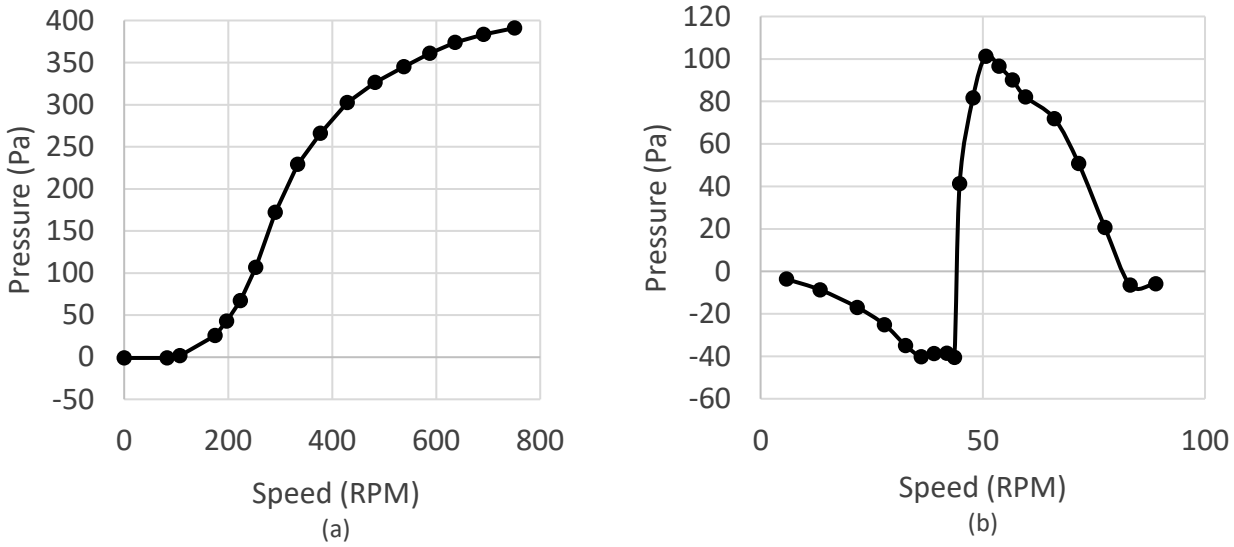

Figure 6-2: Increase of the bottom pressure as a function of the impeller speed for a vessel agitated with

(a) a Rushton turbine (excerpted from Micale (Micale et al., 2002)) and (b) a DHR,

for a system with a viscosity of 1 Pa.s and with particles of 500 µm and of 5 %v.

The qualitative evolution of pressure as a function of rotational speed was completely different. At lower speeds (0-40 RPM), the dynamic pressure resulting from the motion of the DHR (b) was the opposite of that obtained with the down pumping Rushton impeller (a), hence the decrease in pressure observed in Figure 6-2 b. A marked increase in pressure was observed between 40 and 45 RPM with the DHR, which corresponded to the onset of the suspension of the particles in the tank. A large fraction of the particles left the bulk at the bottom of the tank and became suspended, unlike the results reported by Micale et al. (Micale et al., 2002), Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016), and Tamburini et al. (Tamburini, A et al., 2014). The pressure profiles shown in Figure 6-2 a and

Figure 6-2 b are completely different. Post-processing with the standard PGT approach used by these authors led to aberrant results with regard to the fraction of suspended particles in that the dynamic effects of the flow could not be removed by fitting the experimental values corresponding to the fully suspended case to a polynomial curve, as shown in Figure 6-3. As such, the standard PGT cannot be directly applied to laminar mixing using a DHR, and new methods based on this technique for determining N_{js} in the case of close-clearance impellers and, more specifically, the DHR in the laminar regime had to be developed.

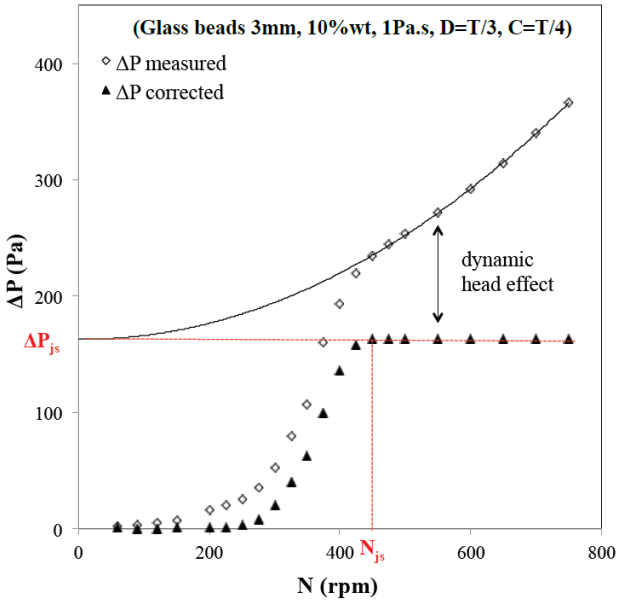

Figure 6-3: Pressure variation in the mixing tank as a function of the impeller speed with a PBT, (from Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016)). The measured experimental points (white diamonds) represent the results obtained with the same experimental setup used in the present work. The corrected results were generated using the PGT (black triangles).

6.5.1 Methods for determining N_{js} in the laminar regime

The PGT was initially developed to measure N_{js} for high shear impellers in a turbulent regime. Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016) then used the PGT method to measure N_{js} in laminar and transitional regimes. This was possible because the pressure profiles as a function of agitation speed were similar, as shown in Figure 6-2 a and in Figure 6-3. In the latter case, the dynamic pressure can be eliminated from the total pressure by fitting a second order polynomial curve to obtain the hydrostatic pressure, from which the fraction of suspended particles can be determined. If the

experimental values do not follow a similar trend, this technique cannot be used, as can be seen with the results obtained with DHR (Figure 6-2 b).

Since the PGT could not directly be applied (Micale et al., 2002), an alternative method for measuring N_{js}, the pressure difference method, was developed. Rather than fitting the experimental results to a second order polynomial curve to determine the dynamic pressure, the variation in the total pressure in the the absence of particles is first measured and is then subtracted from the total pressure curve in the presence of particles. This gives the variation of the hydrostatic pressure as a function of the impeller speed and, consequently, N_{js}. This method is thus independent of the profile of the pressure curve, contrary to the PGT. It is also expected to be independent of the geometry of the impeller, although this is not verified within the scope of the paper.

Specifically, the pressure difference method first requires that the pressure profile as a function of the impeller speed with the fluid be determined in order to obtain the dynamic pressure profile as a function of the impeller speed, as shown in Figure 6-4 a. A second pressure profile is then measured with particles in the tank. Typical results are shown in Figure 6-4 b. The pressure profile without particles is then subtracted from the pressure profile with particles to eliminate the dynamic pressure from the experimental results. Figure 6-5 provides an illustration of the pressure profiles obtained. These pressure curves are similar to those obtained with the PGT and other impellers in the turbulent regime.

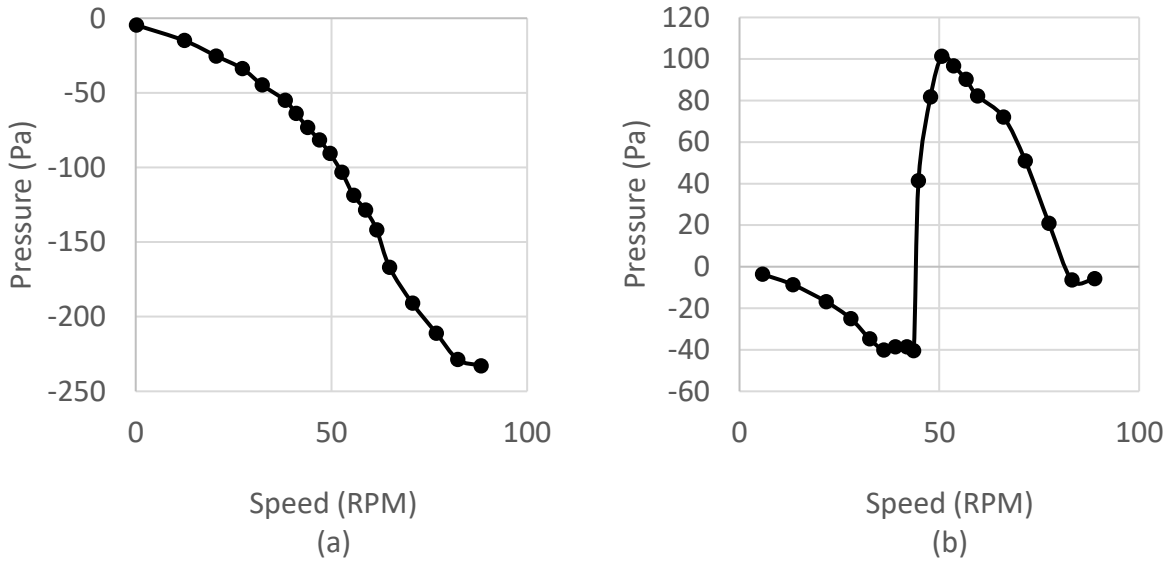

Figure 6-4: Variation of total pressure as a function of impeller speed for a system for a system with a viscosity of 1 Pa.s

(a) without particles and (b) with particles of 500 µm and of 5 %v.

The main hypothesis behind our approach is that the presence of particles does not significantly affect the flow pattern. This assumption is discussed by Blais et al. (Blais, Bruno, Lassaigne, Manon, Goniva, Christoph , Fradette, Louis , & Bertrand, François, 2016a; Blais, Bruno, Lassaigne, Manon, Goniva, Christoph, Fradette, Louis, & Bertrand, François, 2016b), who suggested that a low Stokes number (St) implies that it is possible to consider particles as passive scalars, which in turn implies that they follow the streamlines without disturbing the flow. This was shown to be true for particle and fluid properties similar to those that were considered in the present work using numerical simulations. Specifically, St determines whether the particles follows the streamline or detach from them. St is also defined as the ratio of the response time of the particle to that of the fluid. When St is superior to 1, the particles tend to separate from the streamlines. This is defined by:

$$\boldsymbol{St} = \frac{\boldsymbol{\rho_S N d_p^2}}{\boldsymbol{18\mu_L}}, \tag{6-1}$$

where ρ_s is the solid density, N is the impeller speed, d_p is the particle diameter, and μ_L is the liquid viscosity.

In the present work, St never exceeded 0.09, which is largely inferior to 1, as previously explained.

The following graphs (Figure 6-5 to Figure 6-7) present results from the pressure difference method for the suspension of 500-µm and 900-µm diameter particles, three viscosities and two volume fractions. The black curves correspond to the variation of pressure with 5%v particles. The gray curves correspond to the variation of pressure with 10%v particles. The full lines correspond to 500-µm-diameter particles. The dashed lines correspond to 900-µm diameter particles. The straight black and gray lines (200 and 400 Pa, respectively) represent the theoretical hydrostatic pressures due to the weight of the particles, supposing full suspension at 5%v and 10%v, respectively. Using the apparent density of the suspension,

$$\boldsymbol{\rho_{app}} = \boldsymbol{\rho_L X_{VL}} + \boldsymbol{\rho_S X_{VS}}, \tag{6-2}$$

where ρ_{app} is the apparent density, ρ_L is the liquid density, X_{VL} is the volume fraction of liquid, and X_{VS} is the volume fraction of the particles, the variation of hydrostatic pressure across the liquid follows from Pascal's principle:

$$\frac{dP}{dz} = -\rho g \,, \tag{6-3}$$

$$\Delta P_{hyd} = (\rho_{app} - \rho_L) g H \,, \tag{6-4}$$

where $\frac{dP}{dz}$ is the variation in pressure in the z direction, ΔP_{hyd} is the variation of hydrostatic pressure, g is the gravitational acceleration, and H is the liquid height.

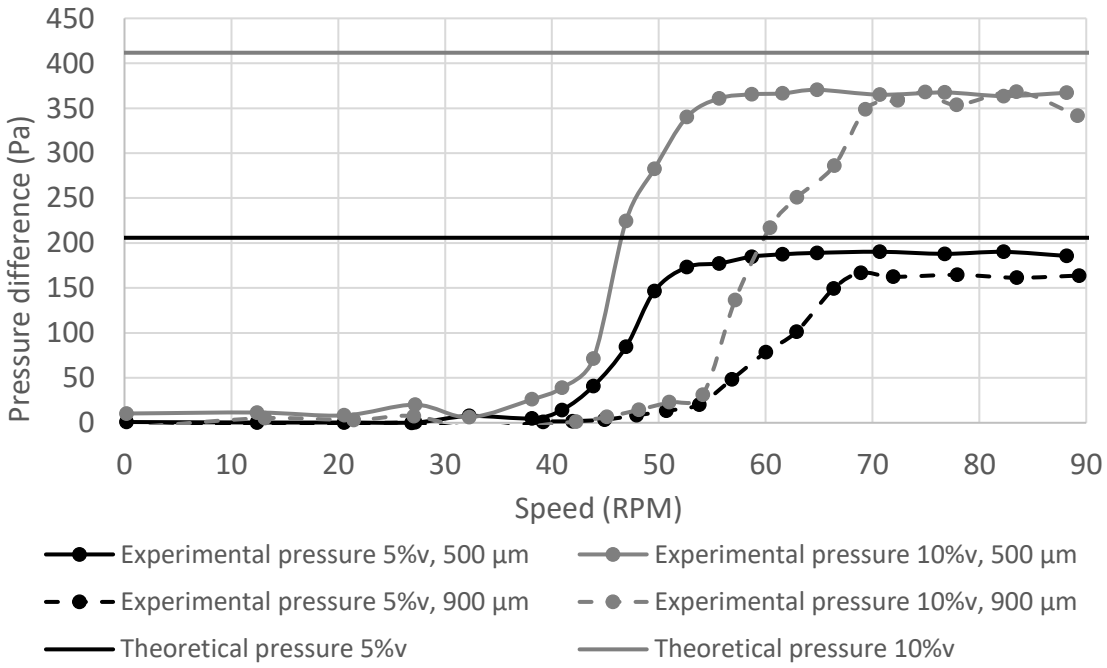

Figure 6-5: Pressure difference results for a viscosity of 0.2 Pa.s and for 500 and 900-µm-diameter particles, at 5 and 10%v. The theoretical static pressure is indicated by the continuous black and gray lines that correspond to 5 and 10%v, respectively.

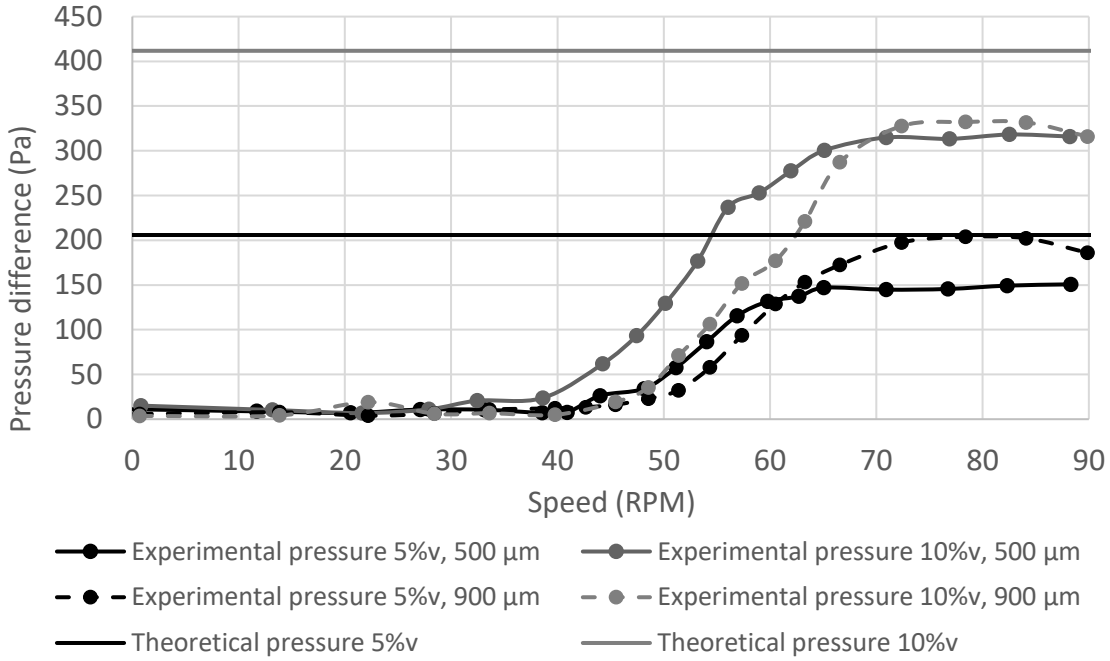

Figure 6-6: Pressure difference results for a viscosity of 1 Pa.s and for 500 and 900-µm-diameter particles, at 5 and 10%v. The theoretical static pressure is indicated by the continuous black and gray lines that correspond to 5 and 10%v, respectively.

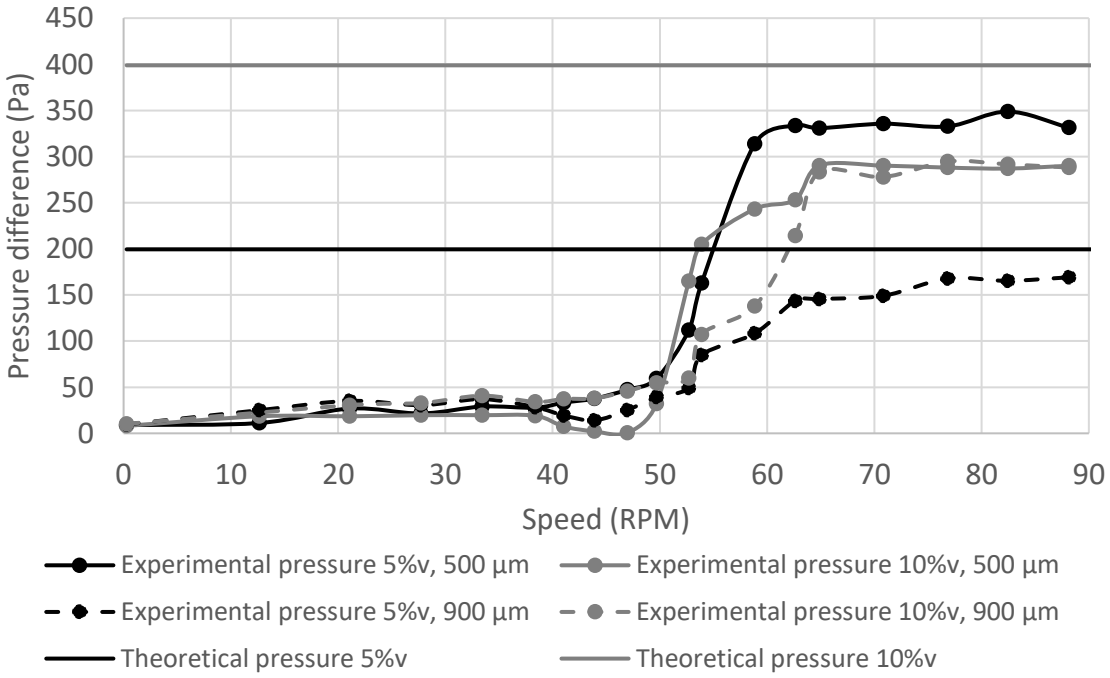

Figure 6-7: Pressure difference results for a viscosity of 3 Pa.s and for 500 and 900-µm-diameter particles, at 5 and 10%v. The theoretical static pressure is indicated by the continuous black and gray lines that correspond to 5 and 10%v, respectively.

The three graphs all show the same relationship between the agitation speed and the pressure difference. The trends are also similar to those obtained by Micale et al. (Brucato et al., 1997; Micale et al., 2002) and Lassaigne et al. (Lassaigne et al., 2016) with the PGT. The curves all show a lower range of agitation speeds when the pressure is close to zero (no suspension), followed by a transition towards a second plateau of pressure difference with a constant, non-zero value (full suspension). The transition zone between the plateaus is of variable width of agitation speeds. Within this range, it is impossible to determine which of the agitation speeds is N_{js}. To do so, the fraction of suspended particles is needed as N_{js} is the value of the agitation speed at which 100% of the particles are suspended. This can be done by a second technique, the so-called sedimentation method that we developed in this work.

The sedimentation-based method requires that a number of particles of a given size be suspended in a fluid with a given viscosity and at a speed in the transition range, provided by the pressure difference method. Once the particles are suspended, stopping the motion of the impeller and then measuring the pressure at the bottom of the vessel provides the hydrostatic head, which is directly related to the fraction of suspended particles based on the apparent density of the fluid. Care must be taken with the timing of the pressure measurement because a short period is required for the fluid to stop its motion. This method can only be used if the suspending fluid is viscous enough such that the sedimentation time is very large with regards to the time required for the dynamic pressure to dampen. When these conditions are respected, it is possible to obtain the experimental static pressure head at any given state of suspension.

Figure 6-8 presents an example of experimental results obtained when the sedimentation-based method is used. When the agitation is stopped, the pressure steadily drops until all the particles come to rest at the bottom of the tank. At this point, the pressure stops decreasing and remains constant. Figure 6-8 shows the experimental results in the case of 500-µm-diameter particles at 5%v and a fluid viscosity of 0.2 Pa.s.

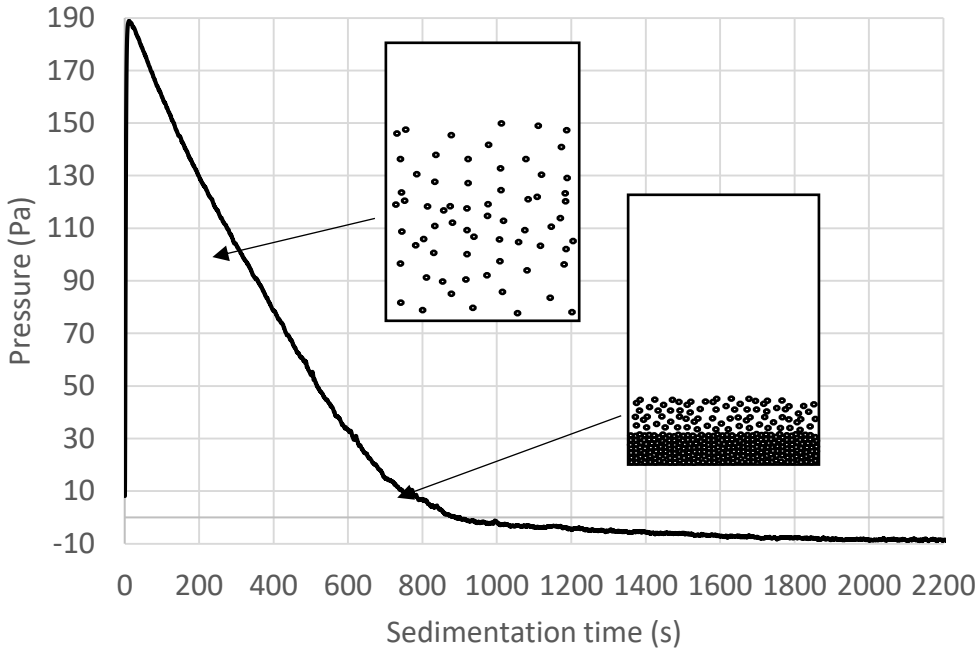

Figure 6-8: Pressure variation as a function of sedimentation time with no agitation in the mixing tank containing 500-µm-diameter particles at 5%v. The illustration depicts the sedimentation of particles within the tank.

Two distinct regions can be seen in Figure 6-8. The first is just above t=0. The almost linear trend reflects the constant rate of settling. The build-up of the static particle bed eventually slows down the sedimentation of the particles close to the bottom, thus creating a zone of denser concentration (Buzzaccaro et al., 2008) after approximately 700 s. The time at which the pressure remains constant corresponds to the sedimentation time. In Figure 6-8, this sedimentation time is then close to 2000 s. The pressure stabilizes below the 0 value since the sensor is slightly off-set. The off-set of a few percent is taken into consideration when calculating the hydrostatic pressure of the suspension. As can be seen in Figure 6-9, the hydrostatic pressure is measured by plotting a linear regression using the early times of the pressure decrease to extrapolate the initial pressure at t=0 (the y-intercept). In this example, the value of the intercept is 194 Pa. This linear regression was used to take the response time of the pressure sensor, the time it takes for the liquid to cease movement when the agitator is stopped, and the initial settling of the particles into consideration.

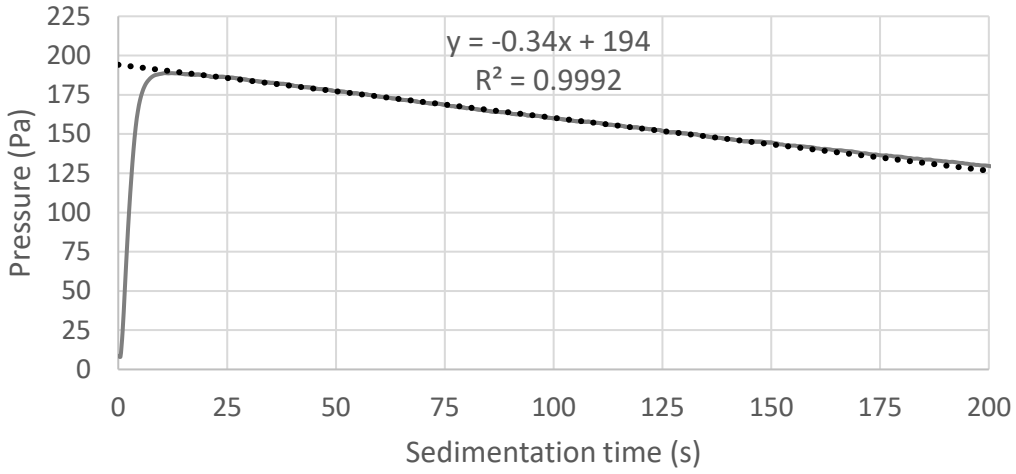

Figure 6-9: Zoom of Figure 6-8, with the representation of the linear function used to determine the hydrostatic pressure of the suspension, which corresponds to the intercept of the y-axis.

The following three graphs present the results of the sedimentation-based method for 500-µm and 900-µm-diameter particles at all of three viscosities and the two volume fractions. The suspension speeds were determined by noting the speed gap at which suspension occurs using the pressure difference method (Figure 6-5 to Figure 6-7). The y-axis of the curves is the difference between the experimental and theoretical hydrostatic pressures, as calculated using Equation (**6-5**). The x-axis is the speed at which particles were suspended,

$$\Delta \boldsymbol{P_{y-axis}} = \Delta \boldsymbol{P_{hyd}} - \Delta \boldsymbol{P_{exp}} \, , \qquad (6\text{-}5)$$

where ΔP_{y-axis} is the differential pressure defined as the y-axis, ΔP_{hyd} is the theoretical hydrostatic pressure calculated with Equation (**6-4**) and ΔP_{exp} is the value of the y-intercept obtained from the previously defined linear regression.

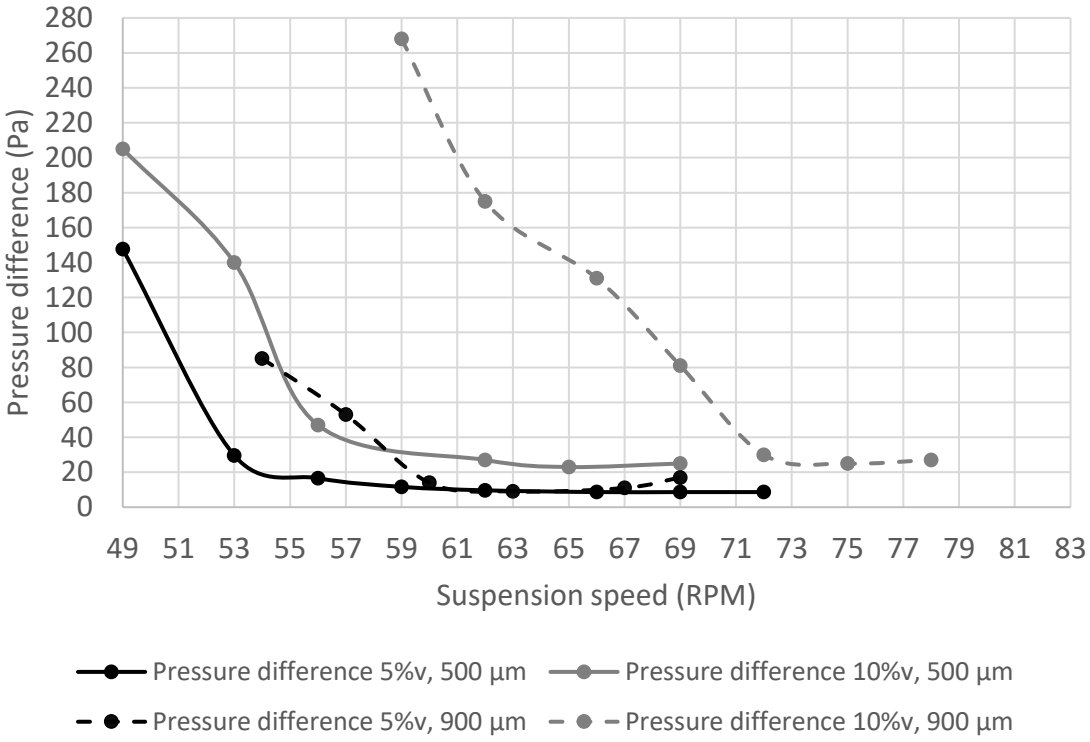

Figure 6-10: Difference between the theoretical and experimental suspension pressures of 500 and 900-µm-diameter glass beads at 5 and 10%v, and a fluid viscosity of 0.2 Pa.s.

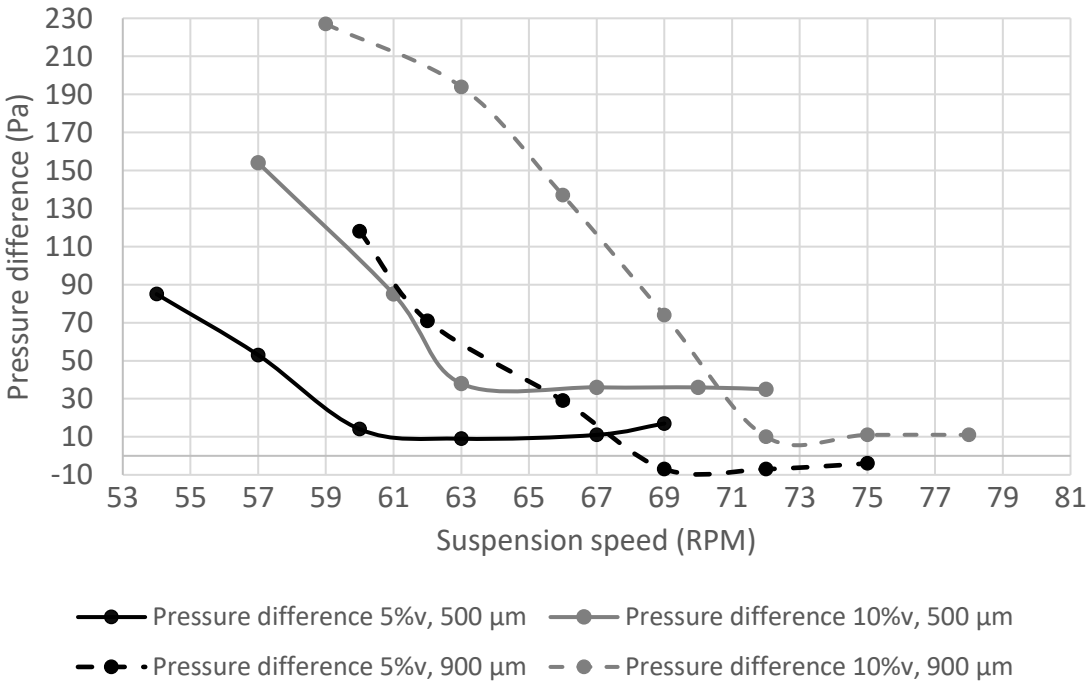

Figure 6-11: Difference between the theoretical and experimental suspension pressures of 500 and 900-µm-diameter glass beads at 5 and 10%v, and a fluid viscosity of 1 Pa.s.

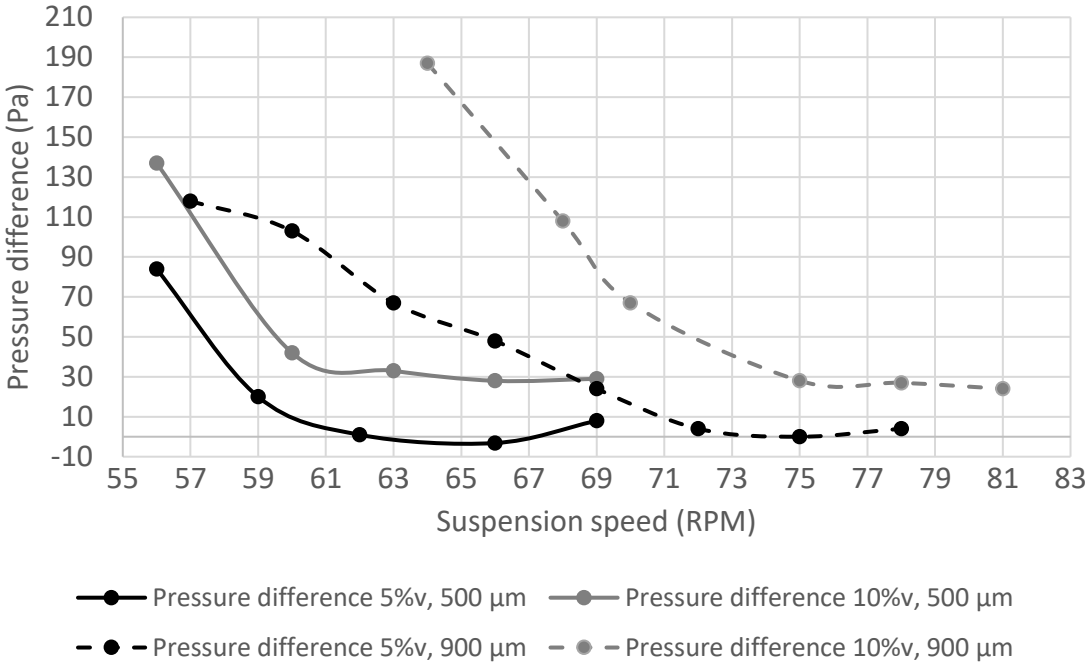

Figure 6-12: Difference between the theoretical and experimental suspension pressures of 500 and 900-µm-diameter glass beads at 5 and 10%v, and a fluid viscosity of 3 Pa.s.

The pressure curves exhibit a similar trend in Figure 6-10 to Figure 6-12, i.e. an initial decrease in the pressure difference followed by a plateau. The pressure difference decreases as the hydrostatic pressure converges toward its maximum value, where all the particles are theoretically suspended, after which the pressure stabilizes. N_{js} is located where the pressure difference stabilizes. The exact value can be determined by tracing a linear regression with the initial data points before complete suspension and a second regression with the final data points where suspension is complete. The result of which is the intersection of both regressions. Table 6-2 presents the results for N_{js}.

Table 6-2: Results of N_{js} taken from Figure 6-10 to Figure 6-12.

Diameter (µm)	**Viscosity (Pa.s)**	**X_{VS}**	**N_{js} (RPM)**
500	0.2	0.05	63.5

		0.1	63.5
	1	0.05	61.5
		0.1	65
	3	0.05	64
		0.1	64.5
900	0.2	0.05	64.5
		0.1	73
	1	0.05	70.5
		0.1	73.5
	3	0.05	73.5
		0.1	76.5

We were able to eliminate the dynamic pressure by combining the two methods we developed. Indeed, the pressure difference and the sedimentation-based methods were used as a predictor-corrector strategy, the former to determine the speed range within which N_{js} is located, and the latter to refine this approximated value.

As can be seen in Figure 6-10 to Figure 6-12, a change in particle diameter increases N_{js} between 5 and 10 RPM. There is also a significant shift in all pressure points from lower to higher speeds. Variations in other parameters showed a less noticeable impact on N_{js}. An increase in the fraction of particles generates a small increase in pressure as seen by a slight shift towards higher speeds. While viscosity seems to have little effect on the results, slight variations in the pressure curves are observed. We will get back to these results after discussing the reproducibility of these experiments.

6.5.2 Reproducibility and error analysis

We repeated an experiment three times using each of the two methods to evaluate the reproducibility of the experimental results. This study was carried out with one set of parameters due to the time it took to complete an experiment. For example, the pressure difference method can take up to 8 h to cover the entire range of impeller velocities. Based on our results, we presumed that the variability observed in one experiment could be applied to every other experiment. The results given below were obtained from experiments using 500-µm-diameter glass beads at 5%v and a fluid viscosity of 1 Pa.s. The experimental curves in Figure 6-13 and Figure 6-14 were determined by averaging the values obtained from the three repetitions. The error bars correspond to the standard deviation of the experimental data. The average standard deviations of the pressure measurements for the pressure difference method and the sedimentation-based method were 6.77 Pa and 6.76 Pa, respectively. Based on these values, it appeared that both methods provide good reproducibility.

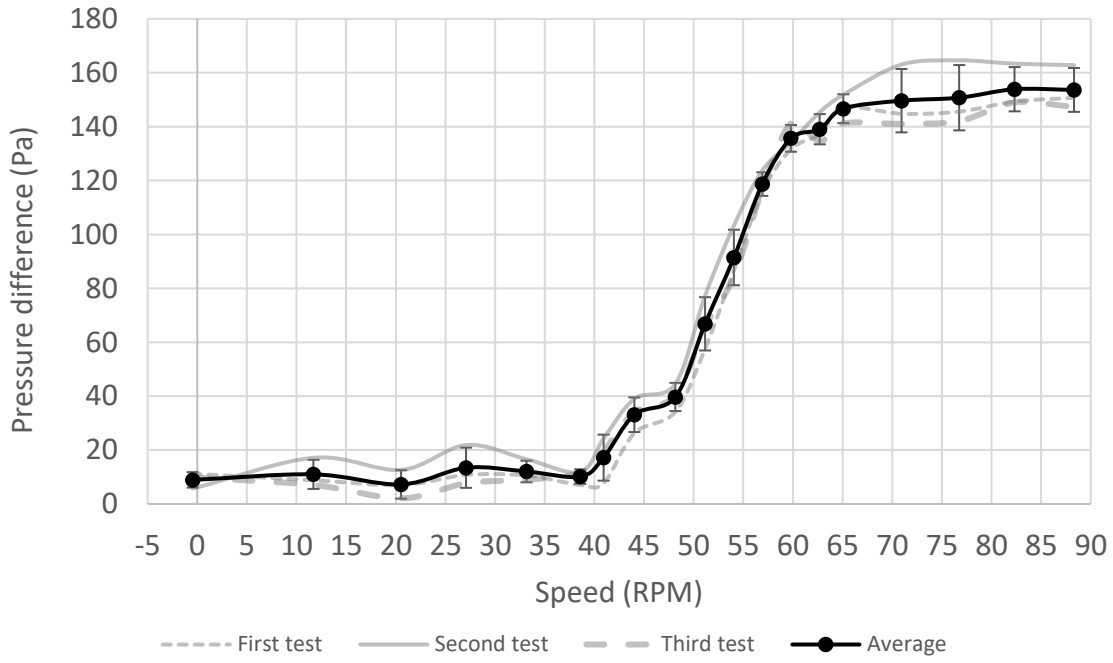

Figure 6-13 : Analysis of variability of the results obtained with the pressure difference method. Average of three experiments with 500-µm-diameter glass beads at 5%v and a fluid viscosity of 1

Pa.s. The error bars represent the standard deviation of the pressure points, with an average of 6.77.

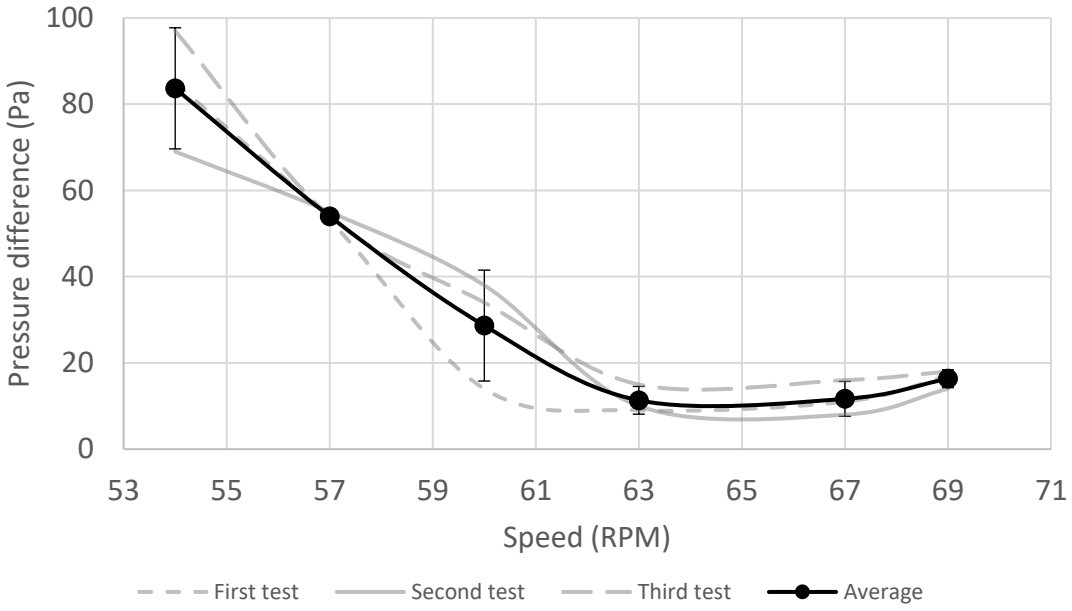

Figure 6-14 : Analysis of the variability of the results from the sedimentation-based method. Average of three experiments with 500-µm-diameter glass beads at 5 %v and a fluid viscosity of 1 Pa.s. The error bars represent the standard deviation of the pressure points, with an average of 6.76.

As can be seen in Figure 6-13, there was little variability in the pressure differences at lower speeds. The pressure differences obtained above 70 RPM and between 40 to 60 RPM varied the most. Given that the pressure should only increase with the initial suspension of the particles, it was reassuring that the experimental differential pressure values remained somewhat stable prior to that. When the particles begin to be suspended, a number of forces prevent the rate at which suspension occurs from remaining constant, which explains the rather wide uncertainty bars between 40 and 55 RPM. Pressure values above 70 RPM were the most variable. This can be explained by the increasing speed of the impeller, which generates greater dynamic forces. Moreover, at higher speeds, the interface between the air and the mixture becomes deformed, causing the pressure signal to become unstable.

6.5.3 Discussion

This subsection reviews the results of the two methods by discussing the similarities between the experimental and theoretical pressures using an analysis of the initial hypotheses used for the development of the methods.

6.5.3.1 The pressure difference method

As can be seen in Figure 6-5 through Figure 6-7, at low viscosities such as 0.2 Pa.s, the experimental pressure obtained was close to the theoretical pressure. However, as the viscosity increased, the pressure profiles separated significantly from the theoretical pressures.

It can also be seen that the suspension remained at speeds between 40 and 50 RPM. This indicated that the pressures observed using the pressure difference method constantly increased within this speed gap. Although N_{js} could not be determined, it is interesting to note that the particles began to be suspended at approximately the same speeds. The pressure then stabilized at a speed of approximately 60 RPM in all three cases.

The hypothesis that the particles do not modify the flow pattern has already been validated by Blais et al. (Blais et al., 2016a; Blais et al., 2016b) in the case of a high shear impeller at similar Re. Although the reason for the departure between the theoretical and experimental results at the higher viscosities is unclear, a combination of experimental factors may be responsible. For example, variations in fluid viscosity caused by the suspension of the particles is not taken into consideration, even if the concentration of the particles is not expected to be sufficient to modify the viscosity (Spicer & Gilchrist, 2016). The pressure difference method takes the dynamic pressure into consideration by measuring pressure variations as a function of impeller speed in the absence of particles. However, the effect of the suspension of particles on the dynamic pressure is not taken into consideration. Moreover, despite our hypothesis, it is possible that, even at low St, the particles influence the flow pattern when a close-clearance impeller is used. This could be investigated through simulation in future work by using CFD-DEM that we have developed (Blais et al., 2016a).

6.5.3.2 The sedimentation-based method

As can be seen in Figure 6-10 through Figure 6-12, lower speeds result in greater pressure differences as defined by Equation (6-5). Specifically, the difference between the experimental

hydrostatic pressure and the theoretical hydrostatic pressure was greater at lower speeds since particles had not yet been completely suspended. As the speed increased, the pressure difference stabilized near 0, meaning that the experimental hydrostatic pressure was near the theoretical pressure due to the increased density caused by the suspension of the particles. In other words, the just-suspended speed is located near the pressure asymptote. For example, at 0.2 Pa.s (Figure 6-10), the pressure difference stabilized at speeds between 57 and 62 RPM for a volume fraction of 0.05 and 500 µm particles.

The initial hypothesis that the sedimentation speed was sufficiently low to allow the measurement of the hydrostatic pressure can be validated by the Archimedes number:

$$\boldsymbol{Ar = d_p^3\left(\frac{g \cdot \rho_L \cdot (\rho_S - \rho_L)}{\mu_L^2}\right)}, \qquad (6\text{-}6)$$

At Ar values higher than 100, the particles tend to settle (Brown & Etchells III, 2016). In other words, the highest Archimedes number is approximately 0.3, for a particle diameter of 900 µm and a fluid viscosity of 0.2 Pa.s, which corresponded to an experimental sedimentation time of the bulk of particles of approximately 600 s. For these same conditions, with a volume fraction of solids of 0.1, the mass of particles that settled during the first 5 s was approximately 0.7 kg or about 7% of the total mass of particles. The first few seconds corresponded to the time it took for the system to stabilize, during which pressure could not be measured effectively. At lower Ar values, masses as small as 0.2 kg (2% of the total mass) initially sedimented. Pressure values in those first few seconds were estimated by plotting a linear regression using the early times of the pressure decrease, as shown in Figure 6-9. If 10% or more of the particles sedimented in the first few seconds, then the method was considered inapplicable because the linear regression could not effectively estimate the initial pressure values with such a high sedimentation rate. This was observed for viscosities lower then 0.2 Pa.s and for glass particles larger than 900 µm.

6.5.4 Just-suspended speeds determined using the proposed methods

Figure 6-15 presents the N_{js} results obtained as a function of the following parameters: continuous phase viscosity, %v solids and particle diameter.

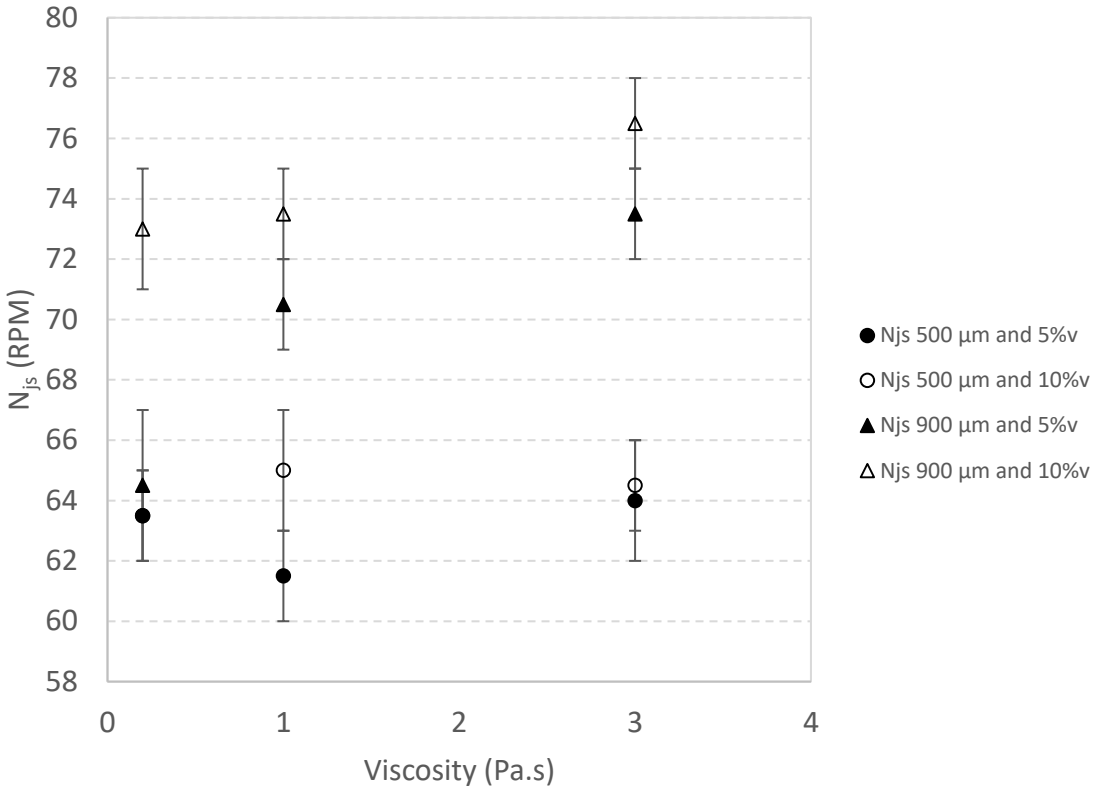

Figure 6-15: Summary of the N_{js} results as a function of the parameters studied. The error bars represent the range of N_{js} determined using the sedimentation-based method. Note the superposition of the results for N_{js} in the case of 500-µm-diameter particles and a fluid viscosity of 0.2 Pa.s.

Conclusions regarding the effect of the parameters we studied (liquid viscosity, particle diameter, volume fraction of solids) on N_{js} using the DHR should not be drawn since the range of the parameters was insufficient. Nor is it possible to develop a relation that effectively describes the behavior of the DHR. However, it is feasible to analyze certain trends. As can be seen in Figure 6-15, trends are similar with 900-µm-diameter beads (triangular data points) and somewhat different in the case of 500-µm-diameter beads (circular data points). The reasons for this are unclear, although larger particle diameters may be more sensitive to variations in the other

parameters. However, these slight variations could in fact be considered as negligible since our results remained nearly constant within the error bars, particularly with 500-µm-diameter glass beads.

More precisely, as can be seen in Figure 6-15, the particle diameter influenced N_{js}, i.e., an increase in particle diameter caused an increase in N_{js}. In terms of the volume fraction of particles (5%v presented in black and 10%v in gray), there is a slight difference between all four curves, i.e., an increase in the volumetric fraction caused an increase in N_{js}. It is difficult to reach a conclusion concerning the effect of fluid viscosity on N_{js} (presented on the x-axis), but it appears that an increase in viscosity likely causes an increase in N_{js}. This trend is more obvious with the 900-µm-diameter particles, where an increase in viscosity clearly causes an increase in N_{js}, whereas N_{js} remained nearly constant with the 500-µm-diameter particles.

The error bars in Figure 6-15 were determined based on a range of speeds recorded with the sedimentation-based method, with the value given being the median.

6.5.5 Comparison between the helical ribbon (DHR) and the pitched blade turbine (PBT)

We carried out a limited number of experiments to compare the DHR and the PBT. With the PBT, N_{js} decreased when the particle diameter increased, decreased when the viscosity increased, and either increased or decreased when the mass fraction increased (Lassaigne et al., 2016). The results for the Zwietering correlation are also presented in Table 6-3 (Zwietering, 1958):

$$N_{js} = S\left(\frac{g(\rho_s - \rho_L)d_p}{\rho_L}\right)^{0.45} \frac{\nu^{0.1} X^{0.13}}{d_p^{0.25} D^{0.85}}, \qquad (6\text{-}7)$$

where S is the Zwietering constant, ν is the kinematic viscosity (m^2/s) and X is the ratio of mass in percentage (solid mass/liquid mass x 100%). Since the experimental value of S has not yet been determined for a DHR, it is estimated at 2.

Table 6-3: Comparison of the effect of three parameters on N_{js} using the PBT or a helical ribbon.

	d_p	μ	X_{vs}
Zwietering	+	+	+
PBT	-	-	+ for small d_p - for large d_p
Helical ribbon	+	+	+

+ A positive contribution indicates an increase in N_{js} with an increase in the parameter.

- A negative contribution indicates a decrease in N_{js} with an increase in the parameter.

The three parameters vary positively for both the DHR and the Zwietering correlation. The numerical values of these parameters are different for the two agitators, which is to be expected since the Zwietering correlation applies to the turbulent regime while the DHR mostly operates in the laminar regime. The different behavior of the PBT is expected to originate from its different mixing mechanisms. The DHR positively displaces the fluid and thus, creates an upward force at the wall that brings the particles towards the top of the tank. The PBT exerts shear force that suspend particles similarly to the erosion of a particle bed.

We have explored the limitations of both agitators. The DHR is efficient in the laminar regime and consequently, experiments at low viscosities and/or with large diameter beads could not result in the suspension of particles. As was observed for a system with 3-mm-diameter glass beads at 5%v and a liquid viscosity of 1 Pa.s. On the other hand, the PBT could effectively suspend in these conditions (Lassaigne et al., 2016). We therefore conclude that the DHR is efficient in the laminar regime with sufficiently small particles. On the other hand, the PBT thrives in less viscous systems and possesses the capacity to suspend larger particle diameters.

6.6 Conclusion

The pressure gauge technique, which was first used by Brucato et al. (Brucato et al., 1997; Micale et al., 2002), could not be directly applied to the DHR system due to its inability to remove adequately the dynamic pressure from the total pressure. To remedy this drawback, we proposed two methods derived from the PGT. We developed the pressure difference method, which uses a range of agitation speeds to determine a first estimate of N_{js}. We also developed the sedimentation-based method, which eliminates the dynamic pressure and can be used to determine the hydrostatic pressure in the same speed range, making it possible to precisely determine N_{js}.

Despite the limited range of parameters studied, it was possible to deduce some trends on how they influence N_{js}. An increase in the particle diameter led to an increase in N_{js}. The same result was obtained for the volumetric fraction of particles. A similar trend was observed with variations in fluid viscosity, but the actual relationship between fluid viscosity and N_{js} remains uncertain due to the limited number of results.

6.7 References

[1] I. Ayranci, M. B. Machado, A. M. Madej, J. J. Derksen, D. S. Nobes, and S. M. Kresta, "Effect of geometry on the mechanisms for off-bottom solids suspension in a stirred tank," *Chemical Engineering Science,* vol. 79, pp. 163-176, 9/10/ 2012.

[2] M. Lassaigne, B. Blais, L. Fradette, and F. Bertrand, "Experimental investigation of the mixing of viscous liquids and non-dilute concentrations of particles in a stirred tank," *Chemical Engineering Research and Design,* vol. 108, pp. 55-68, 2016.

[3] E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, S. M. Kresta, and F. North American Mixing, *Handbook of industrial mixing: science and practice ; edited by Edward L. Paul, Victor A. Atiemo-Obeng, Suzanne M. Kresta*. Hoboken, N.J: Wiley-Interscience, 2004.

[4] T. N. Zwietering, "Suspending of solid particles in liquid by agitators," *Chemical Engineering Science,* vol. 8, pp. 244-253, 1958/06/01 1958.

[5] W. Bujalski, K. Takenaka, S. Paolini, M. Jahoda, A. Paglianti, K. Takahashi, et al., "Suspension and liquid homogenization in high solids concentration stirred chemical reactors," *Chemical Engineering Research and Design,* vol. 77, pp. 241-247, 1999.

[6] R. K. Grenville, A. T. C. Mak, and D. A. R. Brown, "An improved correlation to predicted "just suspension" speed for solid-liquid mixtures with axial flow impellers in stirred tanks," presented at the Mixing XXII, North American Mixing Forum, Victoria. BC, Canada, 2010.

[7] S. Ibrahim and A. W. Nienow, "Fluid Flow Comparing Impeller Performance for Solid-Suspension in the Transitional Flow Regime with Newtonian Fluids," *Chemical Engineering Research and Design,* vol. 77, pp. 721-727, 1999/11/01 1999.

[8] A. Tamburini, A. Brucato, A. Busciglio, A. Cipollina, F. Grisafi, G. Micale, et al., "Solid–liquid suspensions in top-covered unbaffled vessels: influence of particle size, liquid viscosity, impeller size, and clearance," *Industrial & Engineering Chemistry Research,* vol. 53, pp. 9587-9599, 2014.

[9] R. Jafari, J. Chaouki, and P. A. Tanguy, "A Comprehensive Review of Just Suspended Speed in Liquid-Solid and Gas-Liquid-Solid Stirred Tank Reactors," *International Journal of Chemical Reactor Engineering,* vol. 10, 2012.

[10] D. Leighton and A. Acrivos, "Viscous resuspension," *Chemical Engineering Science,* vol. 41, pp. 1377-1384, // 1986.

[11] G. Micale, F. Grisafi, and A. Brucato, "Assessment of Particle Suspension Conditions in Stirred Vessels by Means of Pressure Gauge Technique," *Chemical Engineering Research and Design,* vol. 80, pp. 893-902, 2002.

[12] A. Brucato, G. Micale, and L. Rizzuti, "Determination of the Amount of Unsuspended Solid Particles Inside Stirred Tanks by Means of Pressure Mesurements," *Récent progrès en génie chimique,* vol. 11, pp. 3-10, 1997.

[13] B. Blais, M. Lassaigne, C. Goniva, L. Fradette, and F. Bertrand, "A semi-implicit immersed boundary method and its application to viscous mixing," *Computers & Chemical Engineering,* vol. 85, pp. 136-146, 2016.

[14] B. Blais, M. Lassaigne, C. Goniva, L. Fradette, and F. Bertrand, "Development of an unresolved CFD-DEM model for the flow of visous suspensions and its application to solid-liquid mixing," *Computational Physics,* March 25 2016.

[15] S. Buzzaccaro, A. Tripodi, R. Rusconi, D. Vigolo, and R. Piazza, "Kinetics of sedimentation in colloidal suspensions," *Journal of Physics-Condensed Matter,* vol. 20, p. 9, Dec 2008.
[16] P. T. Spicer and J. F. Gilchrist, "Microstructure, Rheology, and Processing of complex Fluids," in *Advances in Industrial Mixing*, ed: Wiley, 2016, pp. 87-114.
[17] D. A. R. Brown and A. W. Etchells III, "Solid-Liquid Mixing," in *Advances in Industrial Mixing*, ed: Wiley, 2016, pp. 357-449.

CHAPITRE 7 RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES

Cette section présente des résultats complémentaires qui n'ont pas été présentés dans l'article.

7.1 Étude de la sédimentation des particules

La sédimentation des particules est la mécanique la plus importante pour l'application de la méthode de sédimentation. En effet, celle-ci est développée sous l'hypothèse que la sédimentation des particules est suffisamment lente par rapport au temps de réponse du système de mesure, afin de mesurer la pression hydrostatique de la suspension suite l'arrêt de l'agitateur. Il est mentionné dans l'article que la méthode n'est applicable que pour une temps de réponse suffisamment faible. Cette sous-section compare les notions théoriques de la sédimentation aux résultats obtenus expérimentalement.

Les résultats sur la figure 7-1 confirment ce qui a été observé dans la littérature (Peker & Helvaci, 2008). L'augmentation de la viscosité (en abscisse) engendre un accroissement du temps de sédimentation. Une augmentation de la fraction volumique (représentée par la différence de couleurs) engendre dans tous les cas, à part les deux premières valeurs à 500 µm et 0.2 Pa.s, une augmentation du temps de sédimentation. Quant aux diamètres des particules (colonne avec contour hachuré versus plein), une augmentation engendre une diminution du temps de sédimentation.

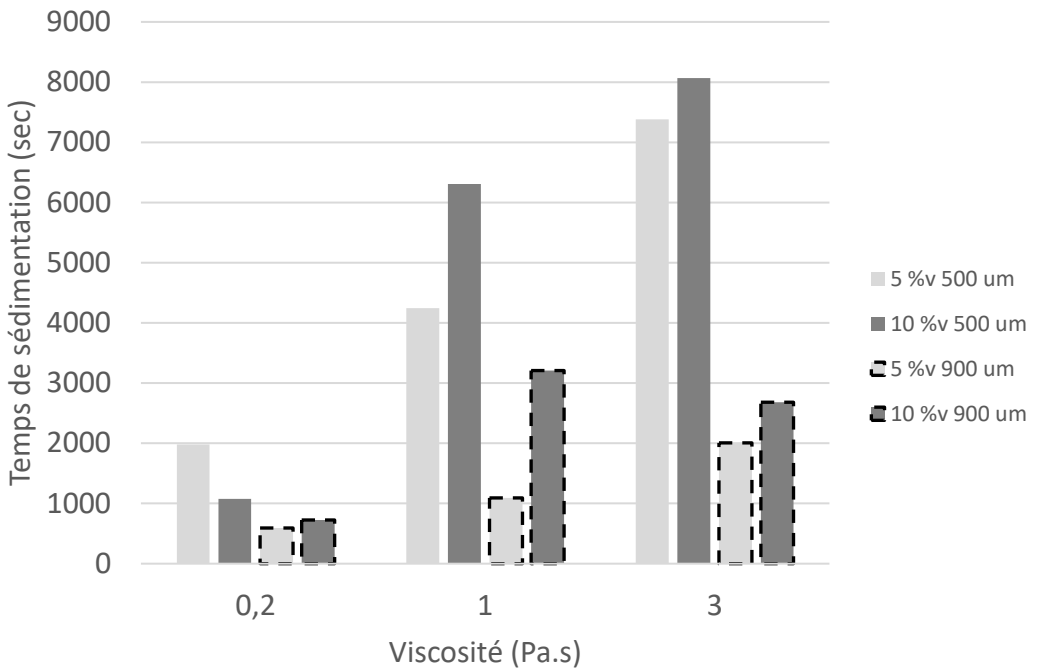

Figure 7-1 : Variation du temps de sédimentation en fonction de la viscosité du liquide, du diamètre des particules et de la fraction volumique des particules.

La corrélation semi-empirique de Richardson et Zaki (équations (2-18) et (2-19)) calcule la vitesse de sédimentation en fonction des facteurs à l'étude. La figure 7-2 présente la comparaison entre les valeurs expérimentales et théoriques du temps de sédimentation en fonction du nombre de Reynolds particulaire (équation (2-15)). Les valeurs expérimentales suivent la même tendance que les valeurs théoriques, tout en maintenant un certain écart qui est plus prononcé pour les valeurs à 10 %v (courbes grises). Par contre, l'écart pour les valeurs à 5 %v (courbes noires) est plus petit, à l'exception d'un temps de sédimentation à un Re de 0.0027.

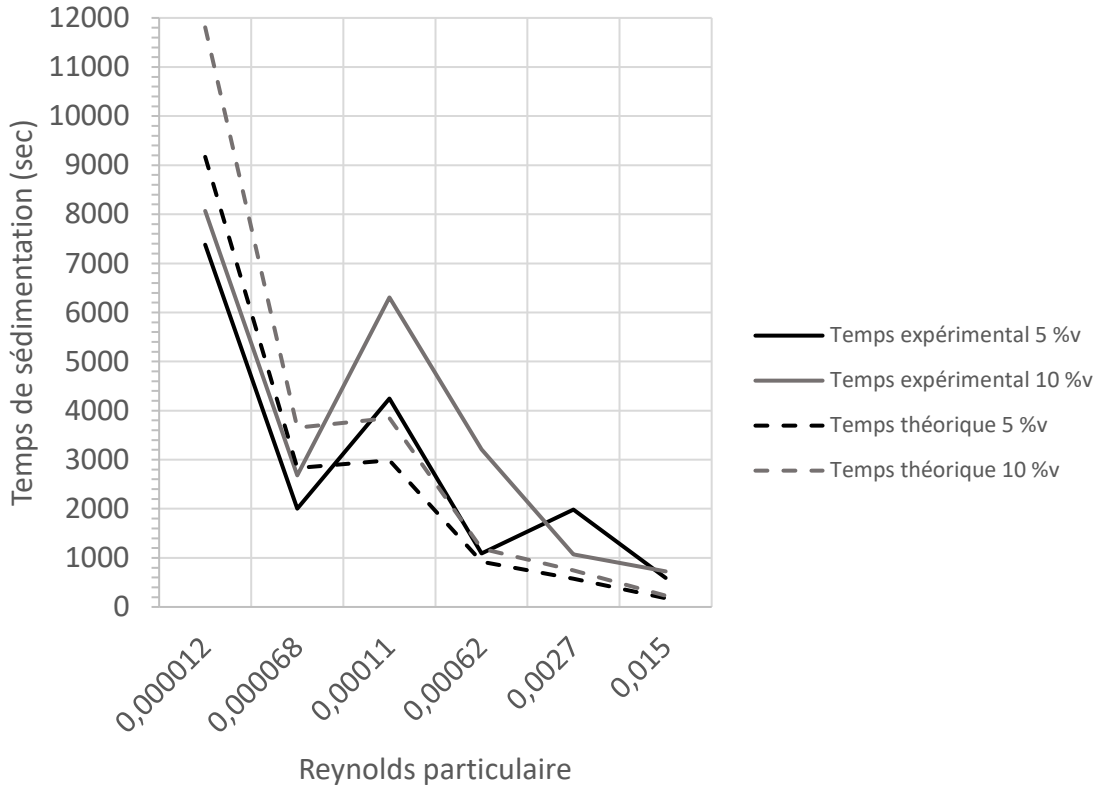

Figure 7-2 : Variation théorique et expérimentale du temps de sédimentation en fonction du nombre de Reynolds particulaire pour une fraction volumique de 5 et 10 %. Les valeurs théoriques ont été déterminées à l'aide de la corrélation de Richardson et Zaki.

Aucune analyse extensive de la reproductibilité de la méthode n'a été effectuée mise à part la répétition de l'expérience pour 5 %v de particules, 500 µm de diamètre et 1 Pa.s de viscosité du liquide. L'écart-type est approximativement 380 pour une moyenne d'environ 4 250 secondes. Nonobstant l'écart entre les valeurs théoriques et expérimentales, la méthode de sédimentation est applicable. Tel que mentionné dans l'article, le degré de suspension peut être estimé adéquatement tant que le nombre d'Archimède est suffisamment petit. À priori, ce nombre est utilisé pour déterminer la vitesse à laquelle la sédimentation se produira. Il est donc utilisé ici pour déterminer si la vitesse de sédimentation des particules suspendues sera suffisamment petite pour permettre la mesure de la pression hydrostatique. La plus grande valeur mesurée est d'environ 0.3 pour un diamètre de 900 µm et une viscosité de 0.2 Pa.s ce qui est largement inférieure à limite critique de 100 (Brown & Etchells III, 2016).

Le nombre d'Archimède se calcule de la façon suivante :

$$\boldsymbol{Ar = d_p^3 \left(\frac{g \rho_L (\rho_S - \rho_L)}{\mu_L^2} \right)}. \qquad (7\text{-}1)$$

On remarque que la fraction volumique n'affecte en rien Ar. En effet, le calcul de la vitesse de sédimentation d'un ensemble de particules présenté à la section 2.9 (équation (2-18)), démontre qu'un nuage de particules sédimente plus lentement qu'une seule particule. Cela est expliqué par les collisions des particules entre elles et la trainée qui affecte localement celles-ci. De sorte que si Ar est suffisamment petit pour l'application de la méthode de sédimentation, alors elle peut être appliquée à l'ensemble des particules.

CHAPITRE 8 DISCUSSION GÉNÉRALE

La revue de la littérature de ce mémoire présente, en premier lieu, l'état de l'art du mélange solide-liquide en régimes d'écoulement laminaire et transitoire et de suspensions non-diluées de particules solides. Or il s'avère qu'il y a plusieurs limitations pour ce type de mélange. Dans un contexte industriel, une conception non optimale peut mener à des répercussions économiques de grande ampleur en implémentant des procédés avec de faibles efficacités. Certaines industries, comme les cosmétiques ou l'alimentaire, opèrent en régimes d'écoulement laminaire ou transitoire, sans posséder les connaissances scientifiques nécessaires pour une conception idéale de leur procédé. En effet, la majorité des travaux du domaine du mélange solide-liquide est effectuée en écoulement turbulent et pour de faibles concentrations de particules solides.

Le travail de Lassaigne et al. en 2016 a permis de caractériser le mélange solide-liquide en régimes laminaire et transitoire, avec une turbine à pale inclinée (PBT). Or les caractéristiques du système de mélange dépendent fortement de sa géométrie et du type d'agitateur utilisé. Ainsi, une PBT ne possède pas nécessairement les mêmes caractéristiques de mélange qu'un agitateur raclant.

L'un des facteurs d'intérêt en mélange solide-liquide, spécifiquement pour la suspension de particules solides, est la vitesse minimale de suspension complète (N_{js}). D'après le critère défini par Zwietering dans ses travaux en 1958, une particule est considérée suspendue lorsqu'elle demeure immobile pas plus de 1 à 2 secondes au fond de la cuve de mélange. Plusieurs méthodes ont été développées pour déterminer cette vitesse expérimentalement. L'une de celle-ci est la méthode de pression de jauge (PGT) (Brucato et al., 1997; Micale et al., 2002). Les données brutes traitées par cette méthode correspondent à la variation de la pression totale en fonction de la vitesse d'agitation. Elle détermine la fraction de particules suspendues en éliminant la composante dynamique du profil de pression, puis en ajustant une fonction polynomiale de second degré aux dernières valeurs expérimentales, afin d'obtenir la composante de la pression hydrostatique de la suspension. Or cette méthode a été développée pour l'utilisation d'agitateurs tels que la PBT et n'est pas nécessairement applicable à d'autres types d'agitateurs.

À l'aide de résultats préliminaires, il a été déterminé que les profils de pression obtenus pour l'agitateur raclant, le ruban hélicoïdal, diffèrent de ceux de la PBT, de sorte que la méthode PGT ne peut être appliquée. Ainsi, pour déterminer N_{js} pour un système de mélange avec un agitateur raclant, deux méthodes alternatives à la PGT ont été développées.

La première est la méthode de la différence de pression. Il s'agit de mesurer le profil de pression en fonction de la vitesse d'agitation et d'en extraire la variation de pression hydrostatique. Ainsi, elle détermine une plage de vitesses qui pourraient correspondre à N_{js}.

Par contre, il est impossible de déterminer précisément celle-ci. Pour cela, la deuxième méthode, la méthode de sédimentation, est utilisée. Le nombre d'Archimède détermine si elle est applicable. Si ce nombre est suffisamment faible, la méthode de sédimentation peut être utilisée. Cette méthode est basée sur la mesure de la pression hydrostatique de la suspension des particules lorsque l'agitation du mélangeur est arrêtée. En connaissant la pression à l'arrêt, la fraction de particules suspendues peut être mesurée et donc la vitesse minimale de suspension complète peut être déterminée.

Ce travail a permis de développer deux méthodes qui fonctionnent en tandem. Par contre, l'ensemble des résultats accumulés n'est pas suffisant pour caractériser l'effet de certains facteurs expérimentaux (*e.g.* le diamètre des particules, la fraction volumique des particules, la viscosité du liquide) sur les mécanismes de mélange. Ainsi, l'objectif spécifique (2.11) de diagnostiquer les mécanismes hydrodynamiques en jeu et en quantifier leurs impacts sur la mise en suspension de particules n'a pas été atteint dû au manque de résultats expérimentaux. Par contre, il est possible de généraliser leurs effets sur N_{js} pour la plage de données expérimentales. De cela, il semble que l'ensemble des facteurs affecte positivement N_{js}, et une augmentation de la valeur de ceux-ci engendre une augmentation de N_{js}. Contrairement à la PBT, pour laquelle N_{js} diminue avec l'augmentation de la valeur des facteurs, sauf pour le diamètre qui affecte N_{js} en fonction de la taille des particules (Lassaigne et al., 2016) : l'augmentation d'un petit diamètre accroit N_{js} et l'augmentation d'un grand diamètre diminue N_{js}. Cependant cette comparaison n'est qu'une conclusion partielle, étant donné le nombre restreint de résultats. En effet, il est impossible de comparer l'utilisation du ruban hélicoïdal et de la PBT en dehors de la plage des données expérimentales obtenus.

Il est pertinent de comparer le temps d'expérimentation des méthodes développées dans ce présent travail. En comparaison avec la PGT, la méthode de la différence de pression et la méthode de sédimentation requièrent davantage de temps d'expérimentation. Concrètement, la prise de mesures expérimentales requière deux séries de mesures supplémentaires : la variation de la pression totale en fonction de la vitesse d'agitation sans la présence de particules dans la cuve et

l'application de la méthode de sédimentation. On peut donc estimer que les méthodes proposées dans ce travail prennent conjointement trois fois plus de temps que pour la PGT. En ce qui a trait à la reproductibilité des méthodes, celles-ci semblent fournir peu de variation dans tous les cas. De précédent travaux ont mesuré un écart-type des résultats obtenus avec la PGT de 3.3 % sur la mesure de la fraction de particules suspendues (Lassaigne et al., 2016), comparativement aux deux méthodes développées dans ce travail, qui ont un écart-type d'environ 6.8 Pa sur les mesures de pression. Il est normal que les deux méthodes développées aient une reproductibilité semblable à la PGT, étant donné que la prise de mesure est fondamentalement similaire.

CHAPITRE 9 CONCLUSION ET RECOMMENDATIONS

En conclusion, la première des deux méthodes développées, la méthode de la différence de pression, étudie la variation de la pression mesurée au fond de la cuve en fonction de la vitesse d'agitation. En s'inspirant de la technique de la pression de jauge, cette méthode nouvellement développée cherche à éliminer la composante dynamique de la pression totale afin d'en extraire la variation de la pression hydrostatique causée par la suspension des particules. Or cette méthode ne peut déterminer précisément N_{js} et nécessite donc l'utilisation de la méthode de sédimentation. Elle étudie la cinétique de sédimentation des particules suspendues dans le but de mesurer la pression hydrostatique au moment de l'arrêt d'agitation. Elle n'est applicable que pour un nombre d'Archimède suffisamment faible. Sinon les particules sédimentent plus rapidement que le temps requis par le système d'acquisition de données pour extraire les résultats.

Une analyse plus avancée devrait être effectuée pour déterminer un critère d'application pour la méthode de sédimentation. Il peut être associé à une valeur au-delà de laquelle le temps de sédimentation est trop rapide pour permettre la mesure de la pression hydrostatique de la suspension. Il est aussi lié au temps qu'il faut pour que le fluide s'immobilise après l'arrêt d'agitation, de sorte que ce critère est une relation entre le temps de sédimentation des particules et le temps d'arrêt de l'agitateur. Ces temps sont gouvernés par les facteurs qui ont été à l'étude dans ce travail (*e.g.* le diamètre des particules, la fraction volumique des particules, la viscosité du liquide).

Finalement, pour de futurs travaux, il est recommandé d'effectuer une étude par simulation numérique afin d'approfondir la compréhension des mécanismes de mélange qui demeurent largement incompris et des simulations par CFD (*computational fluid dynamics*) pourraient

approfondir leur compréhension. Tel que mentionné précédemment, un nombre insuffisant d'expériences a été effectué pour permettre de conclure avec certitude sur l'effet des facteurs étudiés sur N_{js} (*e.g.* le diamètre des particules, la fraction volumique des particules, la viscosité du liquide). Or davantage d'expériences combinées avec une étude numérique permettrait de caractériser l'ensemble des mécanismes de mélange du ruban hélicoïdal en régimes d'écoulement laminaire et transitoire pour la suspension de particules solides non-diluées.

BIBLIOGRAPHIE

Atiemo-Obeng, V. A., Penny, W. R., & Armenante, P. (2004). Solid-Liquid Mixing. Dans *Chemical Engineering Handbook of Industrial Mixing* (p. 543-582). Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience.

Aubin, J., & Kresta, S. M. (2016). A Technical Definition of Mixing. Dans *Advances in Industrial Mixing* (p. 1-10): Wiley.

Ayranci, I., & Kresta, S. M. (2014). Critical analysis of Zwietering correlation for solids suspension in stirred tanks. *Chemical Engineering Research and Design, 92*(3), 413-422. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2013.09.005

Ayranci, I., Machado, M. B., Madej, A. M., Derksen, J. J., Nobes, D. S., & Kresta, S. M. (2012). Effect of geometry on the mechanisms for off-bottom solids suspension in a stirred tank. *Chemical Engineering Science, 79*, 163-176. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2012.05.028

Baldi, G., Conti, R., & Alaria, E. (1987). Complete suspension of particles in mechanically agitated vessels. *Chem Eng. Sci., 33*, 21.

Batchelor, G. L., & Green, J. T. (1972). The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order C^2. *J. Fluid Mech., 56*, 401-427.

Bertrand, F. (19/11/2015 2015). *Entrevue avec le directeur de la chaire de recherche URPEI* (O. Bertrand, intervieweur).

Bird, R. B., Stewart, W. E., & Lightfoot, E. N. (2007). Creeping Flow around a Sphere. Dans W. Anderson (édit.), *Transport Phenomena* (2^e éd., p. 58-61). New-York: John Wiley & Sons, Inc.

Prediction of cloud height for solid suspension in stirred tanks, (2002).

Blais, B., Lassaigne, M., Goniva, C., Fradette, L., & Bertrand, F. (2016a). Development of an unresolved CFD-DEM model for the flow of visous suspensions and its application to solid-liquid mixing. *Computational Physics*.

Blais, B., Lassaigne, M., Goniva, C., Fradette, L., & Bertrand, F. (2016b). A semi-implicit immersed boundary method and its application to viscous mixing. *Computers & Chemical Engineering, 85*, 136-146.

Bourne, J. R., & Sharma, R. N. (1974). Homogenous Particle Suspension in Propeller-Agitated Flat Bottom Tanks. *Chem Eng. J., 8*, 243-250.

Brown, D. A. R., & Etchells III, A. W. (2016). Solid-Liquid Mixing. Dans *Advances in Industrial Mixing* (p. 357-449): Wiley.

Brown, D. A. R., Jones, P. N., & Middleton, J. C. (2004). Experimental Methods Part A: Measuring Tools and Techniques for Mixing and Flow Visualization Studies. Dans *Chemical Engineerign Handbook for Industrial Mixing* (p. 145-201). Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience.

Brucato, A., Micale, G., & Rizzuti, L. (1997). Determination of the Amount of Unsuspended Solid Particles Inside Stirred Tanks by Means of Pressure Mesurements. *Récent progrès en génie chimique, 11*, 3-10.

Bujalski, W., Takenaka, K., Paolini, S., Jahoda, M., Paglianti, A., Takahashi, K., . . . Etchells, A. W. (1999). Suspension and liquid homogenization in high solids concentration stirred chemical reactors. *Chemical Engineering Research and Design, 77*(3), 241-247. doi:10.1205/026387699526151

Buzzaccaro, S., Tripodi, A., Rusconi, R., Vigolo, D., & Piazza, R. (2008). Kinetics of sedimentation in colloidal suspensions. *Journal of Physics-Condensed Matter, 20*(49), 9. doi:10.1088/0953-8984/20/49/494219

Cadot, O. (2010). Introduction à la turbulence *Cours MF-205*. France: École Nationale Supérieure de Techniques Avancées.

Einenkel, W. D., & Mersmann, A. (1977). Erforderliche Drekzaken zum Suspendieren ia Riihrnerben. *Verfahrenstechnik*, 90-94.

Einstein, A. (1906). Eine neue Bestimmung der Molekuldimensionen. *Annal. Phys., 19*, 289-306.

Eng, M. (2014). *Flow structures in solid-liquid suspensions in mixing and confined jets.* (Chalmers University of Technology).

Grenville, R. K., Mak, A. T. C., & Brown, D. A. R. (2010). *An improved correlation to predicted "just suspension" speed for solid-liquid mixtures with axial flow impellers in stirred tanks*. Communication présentée à Mixing XXII, North American Mixing Forum, Victoria. BC, Canada.

Grenville, R. K., Mak, A. T. C., & Brown, D. A. R. (2015). Suspension of solid particles in vessels agitated by axial flow impellers. *Chemical Engineering Research and Design, 100*, 282-291.

Guntzburger, Y. (2012). *Une méthode expérimentale d'évaluation globale du pompage d'un agitateur.* (Mémoire, École Polytechnique de Montréal, Montréal).

Hemrajani, R. R., & Tatterson, G. B. (2004). Mechanically Stirred Vessels. Dans *Chemical Engineering Handbook of Industrial Mixing* (p. 345-389). Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience.

Hicks, M. T., Myers, K. J., & Bakker, A. (1997). Cloud Height in Solids Suspension Agitation. *Chem. Eng. Commun., 160*, 137-155.

Ibrahim, S., & Nienow, A. (2009). The effect of viscosity on particle suspension in an aerated stirred vessel with different impellers and bases. *Chemical Engineering Communications, 197*(4), 434-454.

Ibrahim, S., & Nienow, A. W. (1999). Fluid Flow Comparing Impeller Performance for Solid-Suspension in the Transitional Flow Regime with Newtonian Fluids. *Chemical Engineering Research and Design, 77*(8), 721-727. doi:http://dx.doi.org/10.1205/026387699526863

Jafari, R., Chaouki, J., & Tanguy, P. A. (2012). A Comprehensive Review of Just Suspended Speed in Liquid-Solid and Gas-Liquid-Solid Stirred Tank Reactors. [R1]. *International Journal of Chemical Reactor Engineering, 10*. doi:10.1515/1542-6580.2808

Kasat, G. R., & Pandit, A. B. (2005). Review on mixing characteristics in solid-liquid and solid-liquid-gas reactor vessels. *The canadian journal of chemical engineering, 83*, 619-643.

Kosiorek, B. (2007). Magnus effect. Dans M. effect.svg (édit.), *Inkscape* (vol. 17 KB). Wikipedia.

Kresta, S. M., & Brodkey, R. S. (2004). Turbulence in Mixing Applications Dans *Chemical Engineering Handbook of Industrial Mixing* (p. 19-83). Hodboken, N.J.: Wiley-Interscience.

Kresta, S. M., Etchells III, A. W., Dickey, D. S., & Atiemo-Obeng, V. A. (2016). *Advances in Industrial Mixing*. New Jersey: Wiley.

Krieger, I. M., & Dougherty, T. J. (1959). Concentration dependance of the viscosity of suspensions. *Trans. Soc. Rheol., 3*, 137.

Lassaigne, M., Blais, B., Fradette, L., & Bertrand, F. (2016). Experimental investigation of the mixing of viscous liquids and non-dilute concentrations of particles in a stirred tank. *Chemical Engineering Research and Design, 108*, 55-68.

Leighton, D., & Acrivos, A. (1986). Viscous resuspension. *Chemical Engineering Science, 41*(6), 1377-1384. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0009-2509(86)85225-3

Liu, L., & Barigou, M. (2015). Lagrangian particle tracking in mechanically agitated polydisperse suspensions: Multi-component hydrodynamics and spatial distribution. *International Journal of Multiphase Flow, 73*, 80-89. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.ijmultiphaseflow.2015.03.008

Machado, M. B., & Kresta, S. M. (2013). The confined impeller stirred tank (CIST): A bench scale testing device for specification of local mixing conditions required in large scale vessels. *Chemical Engineering Research and Design, 91*(11), 2209 - 2224. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2013.06.025

Mak, A.-C. (1992). *Solid-liquid mixing in mechanically agitated vessels.* (University of London).

Mann, R., Dickin, F. J., Wang, M., Dyakowski, T., Williams, R. A., Edwards, R. B., . . . Holden, P. J. (1997). Application of electrical resistance tomography to interrogate mixing processes at plant scale. *Chemical Engineering Science, 52*(13), 2087-2097. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S0009-2509(97)00036-5

Micale, G., Grisafi, F., & Brucato, A. (2002). Assessment of Particle Suspension Conditions in Stirred Vessels by Means of Pressure Gauge Technique. *Chemical Engineering Research and Design, 80*(8), 893-902. doi:10.1205/026387602321143444

Musil, L. (1976). Hydrodynamics of Mixed Crystallizers *Collection of Czechoslovak Chemical Commun., 41* (3), 839-852.

Nagata, S. (1975). *Mixing: Principles and Applications*. New York: Wiley.

Oldshue, J. Y. (1961). Mixing of solid-liquid suspensions. *J Pharm Sci, 50*, 523-530.

Paul, E. L., Atiemo-Obeng, V. A., Kresta, S. M., & North American Mixing, F. (2004). *Handbook of industrial mixing: science and practice ; edited by Edward L. Paul, Victor A. Atiemo-Obeng, Suzanne M. Kresta*. Hoboken, N.J: Wiley-Interscience.

Peker, S. M., & Helvaci, S. S. (2008). Motion of Particles in Fluids. Dans *Solid-Liquid Two Phase Flow* (p. 245-282). Amsterdam: Elsevier.

Rewatkar, V. B., Raghava Rao, K. S. M. S., & Joshi, J. B. (1991). Critical Impeller Speed for Solid Suspension in Mechanically Agitated Three-Phase Reactors. 1. Experimental Part. *Ind. Eng. Chem. Res., 30*, 1770-1774.

Richardson, J. F., & Zaki, W. N. (1997). Sedimentation and fluidisation: Part I. *Chemical Engineering Research and Design, 75*, S82 - S100. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S0263-8762(97)80006-8

Sardeshpande, M. V., Sagi, A. R., Juvekar, V. A., & Ranade, V. V. (2009). Solid suspension and liquid phase mixing in solid-liquid stirred tanks. *Industrial and Engineering Chemistry Research, 48*(21), 9713-9722. doi:10.1021/ie801858a

Schaflinger, U., Acrivos, A., & Zhang, K. (1990). Viscous resuspension of a sediment within a laminar and stratified flow. *International Journal of Multiphase Flow, 16*(4), 567-578. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0301-9322(90)90017-D

Simons, T. A. H., Bensmann, S., Zigan, S., Feise, H. J., Zetzener, H., & Kwade, A. Characterization of granular mixing in a helical ribbon blade blender. *Powder Technology*. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2015.11.041

Spicer, P. T., & Gilchrist, J. F. (2016). Microstructure, Rheology, and Processing of complex Fluids. Dans *Advances in Industrial Mixing* (p. 87-114): Wiley.

Szalai, E. S., Alvarez, M. M., & Muzzio, F. J. (2004). Laminar Mixing: A Dynamical Systems Approach. Dans *Chemical Engineering Handbook of Industrial Mixing* (p. 89-141). Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience.

Takahashi, K., Takahata, Y., Yokota, T., & Konno, H. (1985). MIXING OF TWO MISCIBLE HIGHLY VISCOUS NEWTONIAN LIQUIDS IN A HELICAL RIBBON AGITATOR. *Journal of Chemical Engineering of Japan, 18*(2), 159-162.

Tamburini, A., Brucato, A., Busciglio, A., Cipollina, A., Grisafi, F., Micale, G., . . . Vella, G. (2014). Solid–liquid suspensions in top-covered unbaffled vessels: influence of particle size, liquid viscosity, impeller size, and clearance. *Industrial & Engineering Chemistry Research, 53*(23), 9587-9599.

Tamburini, A., Cipollina, A., Grisafi, F., Scargiali, F., Micale, G., & Brucato, A. (2015). Comparison of Agitators Performance for Particle Suspension in Top-Covered Unbaffled Vessels. *CHEMICAL ENGINEERING, 43*.

Uhl, V. W., & Gray, J. B. (1966). *Mixing Theory and Practice* (vol. I et II). New York: Academic Press.

Wu, J., Zhu, Y. G., & Pullum, L. (2002). Suspension of high concentration slurry. *AIChE Journal, 48*(6), 1349-1352. doi:10.1002/aic.690480620

Zwietering, T. N. (1958). Suspending of solid particles in liquid by agitators. *Chemical Engineering Science, 8*(3), 244-253. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0009-2509(58)85031-9