POLYPUBLIE

Caractérisation des profils d'écoulements visqueux dans un mélangeur coaxial

Sylvain Bonnot

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

Date	2006
Type	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis Mémoire de maîtrise/Master's thesis
URL de PolyPublie PolyPublie URL	https://publications.polymtl.ca/7803/
Conditions d'utilisation Terms of use	© Tous droits réservés / All rights reserved
Référence Citation	Bonnot, S. (2006). Caractérisation des profils d'écoulements visqueux dans un mélangeur coaxial [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/7803/

Détails de la thèse
Thesis details

Directeurs de recherche Advisors	Philippe A. Tanguy
Programme Program	Non spécifié

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

CARACTÉRISATION DES PROFILS D'ÉCOULEMENTS VISQUEUX DANS UN MÉLANGEUR COAXIAL

SYLVAIN BONNOT
DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE CHIMIQUE)
NOVEMBRE 2006

© Sylvain Bonnot, 2006

Library and Archives Canada

Published Heritage Branch

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque et Archives Canada

Direction du Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence
ISBN: 978-0-494-25531-5
Our file Notre référence
ISBN: 978-0-494-25531-5

NOTICE:
The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:
L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CARACTÉRISATION DES PROFILS D'ÉCOULEMENTS VISQUEUX DANS UN MÉLANGEUR COAXIAL

présenté par : BONNOT Sylvain

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

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

M. KLVANA Danilo, Ph.D., président

M. TANGUY Philippe, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. DUBOIS Charles, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

J'aimerais dans un premier temps adresser mes remerciements à mon directeur de recherche Monsieur Philippe Tanguy pour la confiance dont il m'a témoigné tout au long de ce projet, ainsi que pour le support financier qu'il m'a offert.

Je tiens particulièrement à remercier mes collègues de l'URPEI sans qui ce travail n'aurait pu aboutir. Je pense tout particulièrement à Monsieur François Cabaret qui m'a été d'une aide précieuse tout au long de ce projet, ainsi qu'à Messieurs Guillaume Thomé, Avinash Khopkar, et Jean-Philippe Gingras pour leur soutien durant les moments difficiles au laboratoire.

Mes remerciements vont ensuite à Monsieur Louis Fradette pour ses conseils et ses relectures attentives.

J'adresse également mes remerciements aux deux charmantes secrétaires de notre unité, Marlène et Josiane, pour leur bonne humeur sans égale.

Un grand merci à Monsieur Pierre Carreau pour avoir mis à ma disposition les rhéomètres du CRASP et tout particulièrement à Mlle Melina Hamdine pour sa grande disponibilité et sa bonne humeur.

Je suis enfin très reconnaissant envers les techniciens du département de génie chimique Messieurs Jean Huard, Gino Robin, Robert Delisle et Carole Painchaud pour leur soutien technique durant ce projet.

RÉSUMÉ

La plupart des procédés bio-réactifs actuellement en développement dans les firmes pharmaceutiques et biotechnologiques font intervenir la culture de cellules mammifères sensibles au cisaillement. Effectuer le mélange de tels procédés en régime transitoire ou turbulent peut causer la dégradation des cellules mises en jeu. Ces procédés sont donc de plus en plus réalisés en régime laminaire. Les industriels sont ainsi confrontés à de nouveaux problèmes typiques du régime laminaire tels que le phénomène de compartimentation de l'écoulement ou la présence de zones ségrégées. Les systèmes de mélange coaxiaux semblent être une bonne solution à ces problèmes. Dans l'industrie des procédés, ces mélangeurs sont de plus en plus répandus et utilisés dans de nombreuses applications telles que la dispersion, l'émulsification ou le mélange visqueux. Ils reposent sur l'utilisation couplée de deux agitateurs centrés montés sur deux axes coaxiaux indépendants, souvent une turbine centrale tournant à haute vitesse, combinée à un agitateur de type ancre tournant à basse vitesse. Pour ce projet, une turbine Rushton fut couplée à une ancre, les agitateurs pouvant fonctionner en mode co et contra-rotatif. Une étude expérimentale fut menée d'un point de vue purement hydrodynamique, afin de mettre en évidence le role exact de l'ancre et son intéraction avec l'agitateur central en régime laminaire. Les modes co et contra-rotatif furent étudiés en détail pour des fluides visqueux Newtoniens et non-Newtoniens. Des nouvelles stratégies d'opération furent proposées pour améliorer le mélange en régime laminaire. L'étude fut conduite en s'appuyant sur l'étude de courbes de mélange obtenues par la méthode d'analyse d'image de Cabaret et al. (2006a). Le mode co-rotatif apparaît meilleur pour éviter le phénomène de compartimentation de l'écoulement alors que le mode contra-rotatif est plus efficace pour détruire les zones ségrégées.

ABSTRACT

Many biochemical processes developed by pharmaceutical and biotechnological firms rely on the culture of shear-sensitive mammalian, insect, or plant cells. Because of the specific nature of the fluid to mix, these processes are often achieved in the laminar regime which induces new problems for these industries like flow compartmentalization and the presence of segregated zones. Coaxial mixers seem good candidates to handle these phenomena. In the process industry, coaxial mixers are more and more used in a wide range of applications, such as dispersion, emulsification or viscous blending. However, the knowledge of these devices is still poor and their design and operation remain often empirical in industry. They are based on a combination of two impellers mounted on two independently actuated and centered coaxial shafts: a high speed open turbine promotes efficient pumping, and a low speed close-clearance impeller cleans out the vessel wall. On our experimental bench, a Rushton turbine was used in combination with an anchor in both co and counter-rotating modes to mix viscous Newtonian and non-Newtonian fluids. The hydrodynamics performances of this coaxial mixing system were studied experimentally by flow visualization. Image analysis of a discoloration reaction was used to quantify the mixing evolution in the tank. The mixing curves generated by this method were used to reveal the presence of flow compartmentalization and dead zones. It was shown that the co-rotating mode is better to avoid the flow compartmentalization and the counter-rotating mode appears to be more efficient to break the segregated regions. Finally, new ways of operating the agitators, like switching on the anchor after the turbine or changing the direction of rotation, were successfully tested.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS ..... **IV**

RÉSUMÉ ..... **V**

ABSTRACT ..... **VI**

TABLE DES MATIÈRES ..... **VII**

LISTE DES FIGURES ..... **IX**

NONENCLATURE ..... **XI**

CHAPITRE 1 INTRODUCTION **1**

1.1 Rappels sur le mélange **5**
1.1.1 Définition du nombre de Reynolds 5
1.1.2 Puissance d'agitation 5
1.1.3 Régime d'écoulement 6

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE **7**

2.1 Le mélange en régime laminaire **7**
2.1.1 Préliminaires 7
2.1.2 Problèmes rencontrés en régime laminaire 9
2.1.2.1 Ségrégation 9
2.1.2.2 Compartimentation 10
2.1.3 Approches proposées 11
2.1.3.1 Protocoles à vitesse variable 11
2.1.3.2 Perturbation par un écoulement externe 13
2.1.3.3 Introduction d'asymétrie 16

2.2 Les mélangeurs coaxiaux **19**

2.3 Objectifs du projet **20**

CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES **22**

3.1 Montage expérimental **22**

3.2 Rhéologie des fluides utilisés **26**
3.2.1 Fluides newtoniens 26

3.2.2 Fluide non newtoniens 26

3.3 Technique de coloration/décoloration pour la visualisation 28

CHAPITRE 4 CHARACTERIZATION OF VISCOUS FLOW PROFILES IN A COAXIAL MIXER 32

4.1 Abstract 33

4.2 Introduction 33

4.3 Materials and methods 34
4.3.1 Equipment 34
4.3.2 Decolorisation method 36
4.3.3 Image analysis 36

4.4 Results and Discussion 37
4.4.1 Hydrodynamics of the Rushton turbine alone for Newtonian fluids 37
4.4.2 Breaking stable segregated zones by the operating mode of the anchor 41
4.4.3 Comparison between co and counter-rotating modes for Newtonian fluids 43
4.4.3.1 Co-rotating mode 43
4.4.3.2 Counter-rotating mode 44
4.4.4 Improving the mixing for Newtonian fluids 45
4.4.5 Extension to Non-Newtonian fluids 48

4.5 Summary and conclusions 50

4.6 Acknowledgments 50

CHAPITRE 5 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS 51

CHAPITRE 6 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS 52

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 53

ANNEXES 58

ANNEXE A - FLUIDES NEWTONIENS ET NON NEWTONIENS 58

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 – Mélangeur coaxial 3
Figure 1-2 – Mélangeur biaxial 3
Figure 1-3 – Courbes de puissance pour différents mobiles d'agitation 6
Figure 2-1 – Double ruban hélicoidal (Chemineer) 8
Figure 2-2 – Mélangeur Maxblend (Sumitomo industry) 8
Figure 2-3 – Mise en évidence par fluorescence UV des zones ségrégées obtenues pour un fluide newtonien visqueux mélangé par une turbine Rushton - Arratia et al. (2004) 10
Figure 2-4 – Montage expérimental Alvarez et al. (2005) 11
Figure 2-5 – Mise en évidence de la compartimentation par fluorescence UV 11
Figure 2-6 – Agitateur Ekato Intermig 12
Figure 2-7 – Vitesse de rotation fixe, Re=37, Lamberto et al. (1996) 12
Figure 2-8 – Vitesse de rotation variable entre Re=37 et Re=74 13
Figure 2-9 – Montage expérimental en régime continu, Arratia et al. (2004) 14
Figure 2-10 – Configuration C, Arratia et al. (2004) 15
Figure 2-11 – Configuration P 15
Figure 2-12 – Configuration A 15
Figure 2-13 – Montage expérimental utilisé par Alvarez et al. (2002) 17
Figure 2-14 – Mélange à proximité de l'agitateur pour différentes géométries 17
Figure 2-15 – Système biaxial, (d'après Cabaret et al., 2006b) 18
Figure 2-16 – Système à un axe décentré, (d'après Cabaret et al., 2006b) 18
Figure 2-17 – Montage expérimental Rudolph et al. (2006) 19
Figure 3-1 – Montage expérimental utilisé 22
Figure 3-2 – Schéma du montage expérimental 23
Figure 3-3 – Montage à deux turbines 24
Figure 3-4 – Rhéologie de la solution de CMC utilisée 26

Figure 3-5 – Influence des réactions acido basiques sur la rhéologie des solutions de CMC 27
Figure 3-6 – Dispositif expérimental, lumière et acquisition vidéo 29
Figure 4-1 – Experimental setup 35
Figure 4-2 – Mixing curves obtained for the reproducibility test, $Re_{turbine}$=60, anchor steady 38
Figure 4-3 – Flow compartmentalization phenomenon, $Re_{turbine}$=20, anchor steady 39
Figure 4-4 – Segregated zones, $Re_{turbine}$=20, anchor steady 39
Figure 4-5 – Mixing curves of the Rushton turbine alone, $Re_{turbine}$=20, anchor steady 39
Figure 4-6 – Mixing curves of the Rushton turbine alone with $Re_{turbine}$ as a parameter, anchor steady 40
Figure 4-7 – Breaking of segregated zone for the counter-rotating mode 41
Figure 4-8 – Breaking of segregated zone for the co-rotating mode 42
Figure 4-9 – Mixing curves of the co-rotating mode for different speed ratios *Rn* 43
Figure 4-10 – Mixing curves of the counter-rotating mode for different speed ratios *Rn* 44
Figure 4-11 – Apparition of new dead zone for the counter-rotating mode, *Rn*=10 45
Figure 4-12 – Effect of the inversion of direction on the mixing curves 46
Figure 4-13 – Mixing curves of the co-rotating mode with two turbines 47
Figure 4-14 – Mixing curves of the counter-rotating mode with two turbines 47
Figure 4-15 – Mixing curves of the co-rotating mode for different speed ratios *Rn* for Non-Newtonian fluids 48
Figure 4-16 – Mixing curves of the counter-rotating mode for different speed ratios *Rn* for Non-Newtonian fluids 49
Figure A-1 – Forces de cisaillement agissant sur deux couches de fluide voisines 58
Figure A-2 – Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles 59
Figure A-3 – Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides avec ou sans contrainte critique 61

NONENCLATURE

Symbole	Description	Unité
CMC	Carboxyméthylcellulose	$(-)$
D	Diamètre de l'agitateur	(m)
D_1	Diamètre de la Rushton centrale	(m)
D_2	Diamètre de la seconde Rushton	(m)
df	Force de cisaillement	*(Newton)*
dS	Surface élémentaire où la force est appliquée	(m^2)
G	Intensité en vert dans le modèle RGB	$(-)$
H_1	Hauteur de la Rushton centrale dans la cuve de mélange	(m)
H_2	Hauteur de la seconde Rushton dans la cuve de mélange	(m)
m	Indice de consistance du fluide	$(Pa.s^n)$
M	Efficacité de mélange	$(\%)$
n	Indice de loi de puissance	$(-)$
N	Vitesse d'agitation	(rps)
$N_{Turbine}$	Vitesse d'agitation de l'agitateur central	(s^{-1})
N_{Anchor}	Vitesse d'agitation de l'ancre	(s^{-1})
$N_{Mixed\ Pixels}$	Nombre de pixels mélangés	$(-)$
$N_{Total\ Pixels}$	Nombre total de pixels	$(-)$
N_P	Nombre de puissance	$(-)$
P	Puissance	(W)
Re	Nombre de Reynolds	$(-)$
$Re_{Turbine}$	Nombre de Reynolds de la Rushton centrale	$(-)$
Rn	Rapport de vitesse $N_{Turbine}/N_{Anchor}$	$(-)$
t	Temps	(s)
T	Diamètre de la cuve de mélange	(m)
V	Vitesse en bout de pale de l'agitateur	(m/s)

X	Valeur de séparation méthode Cabaret et al. (2006a)	$(\%)$

SYMBOLES GRECS :

Symbole	**Description**	**Unité**
τ	Contrainte de cisaillement	(Pa)
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement	(s^{-1})
μ,η	Viscosité	$(Pa.s)$
ρ	Densité	(kg/m^3)

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Le mélange est à la base de la fabrication de quasiment tous les produits qui nous entourent : dentifrice, crèmes, shampoings, savons, médicaments, essence, etc...Les opérations de mélange et d'agitation sont en effet utilisées dans nombre de procédés industriels comme l'homogénéisation thermique, l'émulsification, la fermentation ou bien encore la polymérisation. Il n'existe cependant pas de système de mélange universel pour toutes ces applications et le design des systèmes utilisés, de même que leur optimisation, dépend grandement de l'application considérée. Le manque de connaissance fondamentale en physique du mélange entraine des pertes énormes pour l'industrie : il a ainsi été calculé qu'entre 1 et 10 milliards de dollars étaient perdus chaque année en Amérique du Nord en raison de problèmes de mélange. (Alvarez, 2000).

L'efficacité d'un système de mélange dépend tout d'abord évidemment de sa géométrie (type d'agitateur utilisé, position centrée ou décentrée). Mais elle dépend également beaucoup du régime d'écoulement ainsi que de la rhéologie du fluide à mélanger.

- Pour les fluides très peu visqueux (régime turbulent), la majorité des procédés de mélange utilisent des turbines pouvant tourner à haute vitesse dans des cuves munies de contre-pales. On différencie les turbines à décharge radiale (telle que la turbine Rushton) des turbines à décharge axiale (comme l'hélice marine). Le choix de la géométrie dépend ensuite de plusieurs autres critères comme la consommation de puissance, la vitesse d'agitation désirée, etc..
- Lorsqu'au contraire on désire mélanger en milieu visqueux (régime laminaire), on privilégie des agitateurs de proximité (ancre, ruban hélicoidal, etc..) afin de créer un mouvement de circulation global et d'éviter les zones mortes.

Cependant, il arrive fréquemment qu'au cours de l'opération de mélange, les propriétés rhéologiques du mileu évoluent lors du procédé (Tatterson, 1991). Cette évolution s'explique soit par une réaction chimique ou biochimique, soit par un changement

physique dans la structure de la solution. Ce dernier cas s'accompagne souvent d'une modification structurale du fluide à mélanger (floculation, gélification, dispersion). La viscosité du produit final peut alors devenir beaucoup plus importante que la viscosité initiale des composants à mélanger pris séparément, parfois de plusieurs ordres de grandeur. Il se peut également que les composants à mélanger développent des propriétés non newtoniennes (rhéofluidifiance, thixotropie, visco-élasticité, etc...). Cette dernière situation est souvent rencontrée lors d'opérations de polymérisation, de fermentation ou encore dans la production de sauce de couchage à papier.

Réaliser la préparation de produits à rhéologie complexe relève donc du défi pour les industriels. Il est en effet rarement possible de modifier l'agitateur utilisé au cours du mélange. Lorsque par exemple on constate une augmentation de la viscosité du produit à mélanger lors de la préparation, le mélange idéal serait réalisé en une dispersion efficace dans un premier temps lorque la viscosité est encore faible, puis une bonne homogénéisation en fin de procédé.
L'industrie essaye donc de plus en plus de développer des systèmes d'agitation permettant de combiner plusieurs effets (par exemple un fort pompage couplé à un cisaillement élevé) en utilisant différents agitateurs. Cette combinaison peut s'effectuer soit sur le même axe de rotation ou bien sur deux axes différents. Il existe une grande variété de combinaisons possibles d'agitateurs.

Les systèmes d'agitation suivants (Tanguy et al, 1997) sont les plus courants en industrie pour le mélange de fluides complexes :

- Les mélangeurs planétaires
- Les mélangeurs biaxiaux (Figure 1-2)
- Les mélangeurs coaxiaux constitués soit d'agitateurs tournant toujours dans le même sens, ou bien d'agitateurs pouvant fonctionner en mode co et contra-rotatif (Figure 1-1)

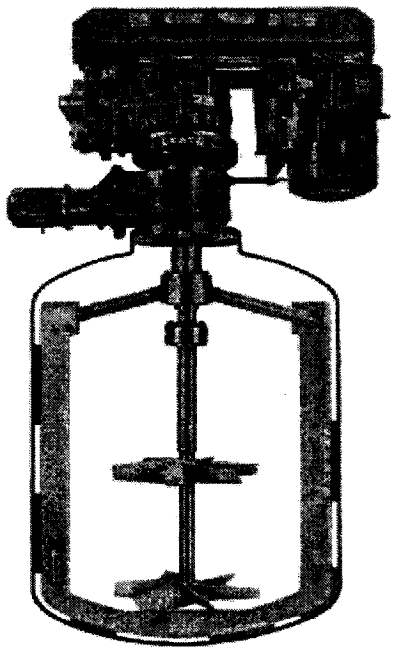


Figure 1-1 – Mélangeur coaxial

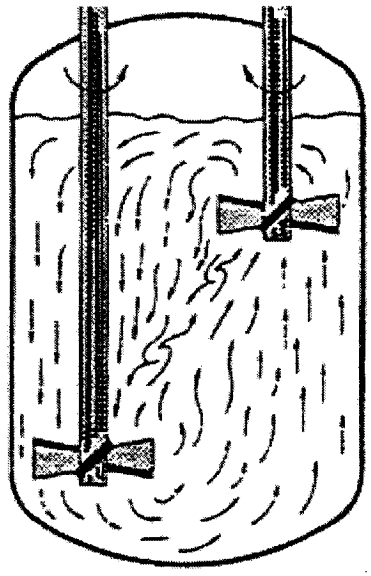


Figure 1-2 – Mélangeur biaxial

Lors de mélange de grands volumes, les agitateurs coaxiaux pouvant fonctionner en mode co-rotatif ou contra-rotatif sont plus flexibles et beaucoup moins coûteux que les mélangeurs planétaires. Ceci explique le fait qu'ils soient de plus en plus utilisés en industrie.

Comme l'explique Alvarez et al. (2005), peu de données relatives à l'écoulement et au mélange existent en régime laminaire. S'il est vrai que dans l'industrie, la plupart des opérations de mélange sont réalisées en régime transitoire ou turbulent, de plus en plus de procédés industriels nécessitent le recours au régime laminaire. C'est le cas par exemple des réactions de polymérisation où le produit en fin de procédé peut atteindre une telle viscosité qu'un nombre de Reynolds trop élevé entraînerait une consommation de puissance disproportionnée ainsi que l'utilisation de couples pouvant parfois dépasser les capacités du mélangeur. De nouveaux efforts restent ainsi à effectuer dans les opérations de mélange en régime laminaire.

Les principaux problèmes rencontrés en mélange laminaire, comme on va le voir par la suite, sont l'apparition de zones ségrégées et le phénomène de compartimentation de l'écoulement. Il apparaît intéressant d'étudier si le mélangeur coaxial peut être une alternative aux mélangeurs classiques dans ce type de procédés.

1.1 Rappels sur le mélange

1.1.1 Définition du nombre de Reynolds

En mécanique des fluides, il est d'usage de caractériser l'écoulement d'un fluide de vitesse V (m/s), de masse volumique ρ (kg/m^3), et de viscosité dynamique μ (Pa.s), dans une conduite de dimension caractéristique D par son nombre de Reynolds défini par :

$$\mathrm{Re} = \frac{\rho DV}{\mu} = \frac{force_d'inertie}{force_visqueuse} \qquad (1\text{-}1)$$

Dans le cas d'une opération de mélange, pour un mobile d'agitation de diamètre donné D tournant à une vitesse N, la vitesse caractéristique de l'écoulement est la vitesse en bout de pale de l'agitateur, c'est-à-dire $V = N.D$.
Le nombre de Reynolds de l'agitateur se définit ainsi par :

$$\mathrm{Re} = \frac{\rho ND^2}{\mu} \qquad (1\text{-}2)$$

1.1.2 Puissance d'agitation

La puissance d'agitation P est l'énergie par unité de temps transférée au fluide par l'agitateur. Cette grandeur, très utilisée pour décrire les performances d'un mélangeur, dépend de trois facteurs :

- le régime d'écoulement (et par conséquent du nombre de Reynolds)
- la géométrie de l'agitateur et de la cuve d'agitation
- les propriétés rhéologiques du fluide

Si on analyse cette grandeur, on s'apercoit qu'elle a fondamentalement la même dimension que le produit $\rho N^3 D^5$ ou le produit $\mu N^2 D^3$. Les nombres adimensionnels $P/\rho N^3 D^5$ et $P/\mu N^2 D^3$ peuvent donc être formés. Pour étudier la puissance d'agitation

d'un système, on utilise généralement de préférence le nombre adimensionnel $P/\rho N^3 D^5$, noté N_P et appelé nombre de puissance.

Il est alors d'usage de tracer la courbe représentant les variations de N_P en fonction du nombre de Reynolds de l'agitateur étudiée. Les courbes ont l'allure suivante :

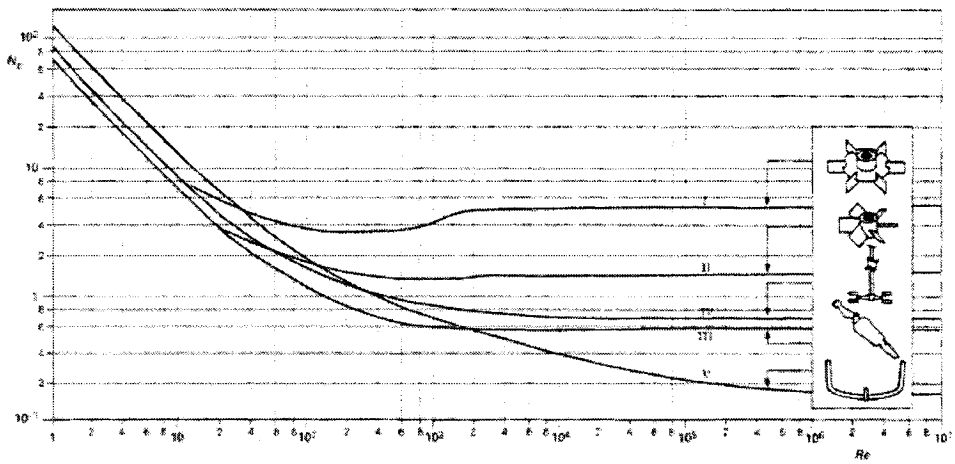


Figure 1-3 – Courbes de puissance pour différents mobiles d'agitation

1.1.3 Régime d'écoulement

A partir de ces courbes de puissance, on distingue alors trois principaux régimes :

- Pour des faibles vitesses d'agitation (Re < 10-50), correspondant à la portion de la courbe de puissance de pente -1, les forces de viscosité sont prépondérantes et le régime est dit laminaire. Les couches du fluide glissent les unes par rapport aux autres.
- Pour des vitesses d'agitation élevées (Re au-delà d'environ 500), correspondant au plateau obtenu sur la courbe de puissance, l'écoulement dans la cuve de mélange est dominé par les forces d'inertie. Le régime est dit turbulent.
- Pour des valeurs intermédiaires de Re (10-50 < Re < 500 environ), l'écoulement est très instable, pouvant basculer du régime laminaire au régime turbulent. On parle alors de régime transitoire.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Les principaux problèmes rencontrés en régime laminaire seront abordés. L'accent sera mis sur l'apparition des zones ségrégées en cuve agitée et sur le phénomène de compartimentation de l'écoulement. On répertoriera l'ensemble des solutions proposées dans la littérature pour résoudre ces problèmes. Enfin une revue sur l'utilisation des mélangeurs coaxiaux en régime laminaire sera exposée.

2.1 Le mélange en régime laminaire

2.1.1 Préliminaires

Comme évoqué précédemment, de nombreux procédés industriels (fermentation de polysaccharide, production de vaccins ou de glycoprotéines, fabrication de pâtes ou de peinture) font intervenir des fluides hautement visqueux, ce qui rend impossible les opérations de mélange en régime transitoire ou turbulent. Notons le cas particulier du procédé de fermentation de la gomme de Xanthane, fluide à propriétés non newtoniennes (rhéofluidifiant). Ce procédé est l'un des plus complexe existant en terme de variation des propriétés rhéologiques et de problèmes de mélange associés. La viscosité peut ainsi être multipliée par 4 lors du procédé. Là aussi ce procédé nécessite le recours au régime laminaire (Galindo et al., 1992).

Par ailleurs, la plupart des procédés bio-réactifs actuellement en développement dans les firmes pharmaceutiques et biotechnologiques font intervenir la culture de cellules mammifères en suspension sensibles au cisaillement. Effectuer le mélange de tels fluides en régime transitoire ou turbulent peut causer la dégradation des cellules mises en jeu. Ce type de cellules mammifères est en effet extrêmement sensible aux efforts mécaniques, et leur taux de croissance (comportement biochimique) ainsi que leur taux de survie dépend grandement des conditions d'agitation (Elias et al., 1995).

Dans toutes ces situations, les procédés d'homogénéisation nécessitent d'être réalisés en régime laminaire. Des agitateurs adaptés au mélange en régime laminaire existent bien

évidemment. L'objectif est de créer un mouvement de circulation global du fluide afin d'éviter les zones mortes.

Ces agitateurs peuvent être classés en deux catégories. On distingue :

- Les mobiles raclants, tels que le ruban hélicoidal (Figure 2-1), l'ancre. (Foucault et al., 2004).
- Les agitateurs dont le diamètre approche la cuve de mélange de type grille, herse, ou bien le Maxblend (Figure 2-2)

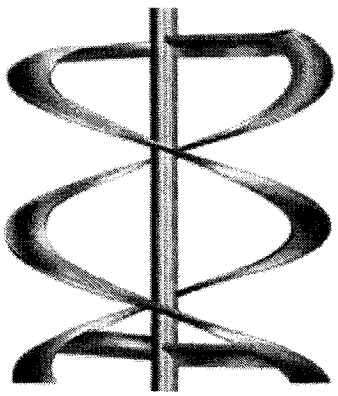


Figure 2-1 – Double ruban hélicoidal (Chemineer)



Figure 2-2 – Mélangeur Maxblend (Sumitomo industry)

Même si en théorie, il semble bien sûr mieux d'utiliser ces équipements optimisés pour le mélange en régime laminaire, la réalité industrielle et économique est toute autre. Il est en effet préférable économiquement pour un industriel d'utiliser un mélangeur générique pour le plus d'applications possibles (les usines ne disposant bien souvent que d'un unique réacteur où plusieurs produits différents sont synthétisés). Ainsi la configuration la plus répandue en industrie est celle d'une cuve agitée par un ou plusieurs agitateurs centraux. Les volumes varient de 0,5 litres mélangés par une turbine centrale (réacteurs utilisés par exemple pour la dissolution des comprimés pharmaceutiques) jusqu'à plus de 10^6 litres mélangés par plusieurs agitateurs (réacteurs utilisés par exemple dans les procédés de traitement de déchets radioactifs).

2.1.2 Problèmes rencontrés en régime laminaire

2.1.2.1 Ségrégation

Les premières tentatives d'étude de profils d'écoulement visqueux en cuve agitée (Desouza et Pike, 1972 ; Norwood et Metzner, 1960 ; Aiba, 1958) ont eu un succès limité du fait de l'utilisation de méthodes intrusives pour étudier les écoulements. Aiba (1958) mesurait ainsi les vélocités locales de l'écoulement à l'aide d'une sonde constituée d'une source de radiation reliée à un détecteur par un fil de platine. Ces auteurs sont malgré tout parvenus à montrer que pour des nombres de Reynolds inférieurs à 500, l'écoulement généré par une turbine Rushton divisait la cuve en deux et créait deux zones ségrégées toriques bien définies en haut et en bas de l'agitateur (Rice et al., 1964).

Ce phénomène de ségrégation (illustré sur la Figure 2-3) peut conduire à des effets non souhaités : réactions désirées ralenties, parfois même stoppées avant d'avoir atteint leur fin, apparition de réactions indésirables qui tendent à diminuer la sélectivité du produit final.

De nombreuses études ont par la suite été menées afin d'obtenir une meilleure compréhension des procédés gouvernant la formation et l'évolution de ces structures réactives partiellement mélangées.

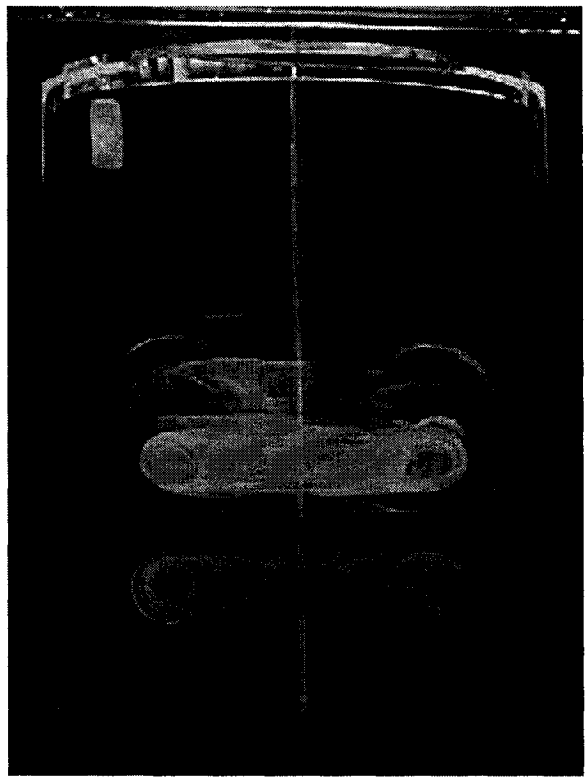


Figure 2-3 – Mise en évidence par fluorescence UV des zones ségrégées obtenues pour un fluide newtonien visqueux mélangé par une turbine Rushton - Arratia et al. (2004)

2.1.2.2 Compartimentation

Un second effet observé lors d'opérations de mélange de fluides visqueux en cuve agitée est celui de compartimentation de l'écoulement, que l'on peut considérer comme une ségrégation axiale. Alvarez et al. (2005) ont étudié en régime laminaire un bio-réacteur constitué de trois turbines Rushton, système très répandu industriellement pour les réactions de fermentation (Figure 2-4). Ils ont mis en évidence le phénomène de compartimentation de l'écoulement par fluorescence UV (Figure 2-5). Dans cette expérience, un traceur fluorescent est injecté à la surface libre. Le traceur descend le long de l'axe central avec une trajectoire de spirale (a). Deux minutes après l'injection, la partie correspondant au premier compartiment, située en haut de la première turbine, est mélangée (b). Une séparation nette dans le plan de la première turbine démarque nettement l'écoulement. Un peu plus tard le traceur pénètre dans le second compartiment (c). La progression a ainsi lieu de proche en proche. Les auteurs ont noté que cette

progression d'un compartiment à l'autre était ralentie à faible nombre de Reynolds. Ce phénomène de compartimentation résulte du faible pompage axial au sein de la cuve.

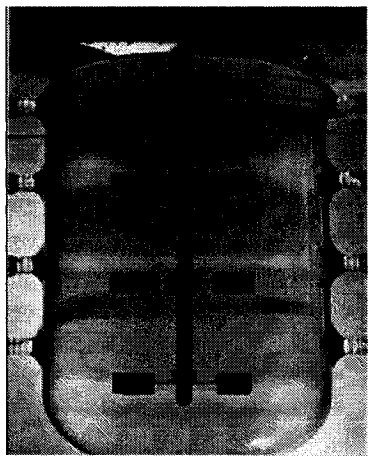


Figure 2-4 – Montage expérimental Alvarez et al. (2005)

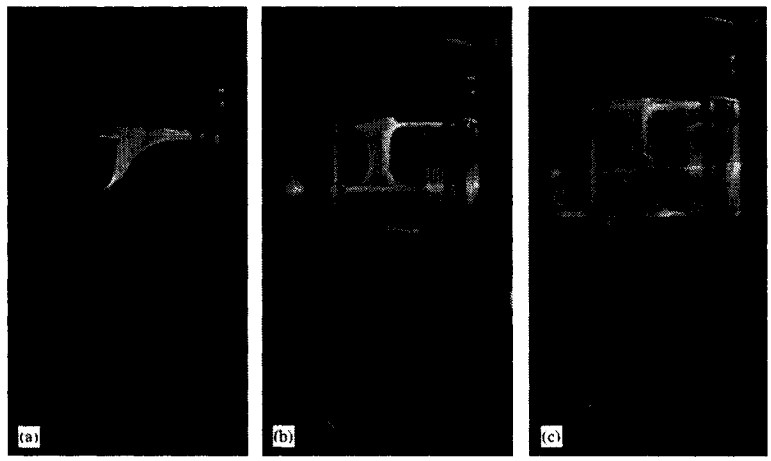


Figure 2-5 – Mise en évidence de la compartimentation par fluorescence UV

2.1.3 Approches proposées

2.1.3.1 Protocoles à vitesse variable

Lamberto et al. (1996) ont mis en évidence par une technique non intrusive la présence de ces zones ségrégées. Ils se sont appuyés sur une méthode de visualisation directe d'une réaction acide-base rapide. Les auteurs ont étudié plusieurs configurations : agitateur radial ou axial, présence ou non de contre pales. La vitesse de rotation de l'agitateur central fut fixée à 50 et 100 RPM (ce qui correspond à des nombres de Reynolds, suivant l'agitateur, compris entre 9 et *19*). Dans toutes les configurations testées, ils ont visualisé des zones ségrégées stables. Ces zones ont une structure interne complexe et sont décrites par les auteurs comme une famille de filaments hélicoïdaux entourés autour d'un tore central. Ils ont montré que la localisation des zones ségrégées dépendait de la vitesse de l'agitateur (pour la zone ségrégée située au dessus de l'agitateur, plus la vitesse est élevée, plus celle-ci se déplace vers le haut). Ils ont ensuite

cherché à tester expérimentalement le protocole suggéré par les études théoriques menées par Franjione et al. (1989) et Liu et al. (1994a, 1994b) sur le mélange chaotique. Ces derniers suggéraient pour améliorer le mélange en régime laminaire de faire osciller la vitesse d'agitation afin d'introduire du chaos dans la cuve de mélange. En faisant varier périodiquement la vitesse de l'agitateur central par cycle de 30 secondes, ils sont effectivement parvenus à faire disparaître les zones ségrégées.

Szalai et al. (2004) ont de même étudié un système constitué de 4 agitateurs Ekato Intermig (Figure 2-6) en régime laminaire.

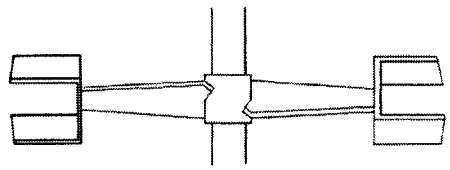


Figure 2-6 – Agitateur Ekato Intermig

Ils ont analysé expérimentalement et numériquement les profils d'écoulement visqueux de ce système. En utilisant le même protocole que Lamberto et al. (1996), ils ont constaté que le mélange convectif se produisait dans la direction axiale de façon beaucoup plus rapide à vitesse d'agitation variable qu'à vitesse fixe (Figure 2-7 et Figure 2-8). Cela confirme l'efficacité des protocoles à vitesse variable pour l'élimination du phénomène de compartimentation.

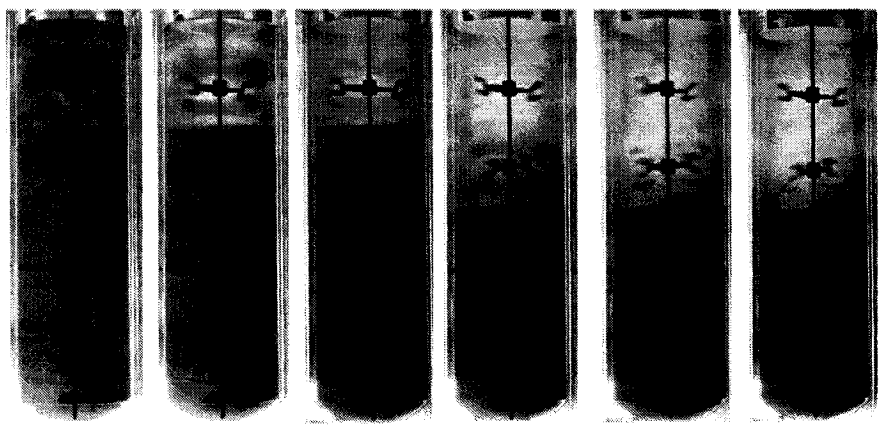


Figure 2-7 – Vitesse de rotation fixe, Re=37, Lamberto et al. (1996)

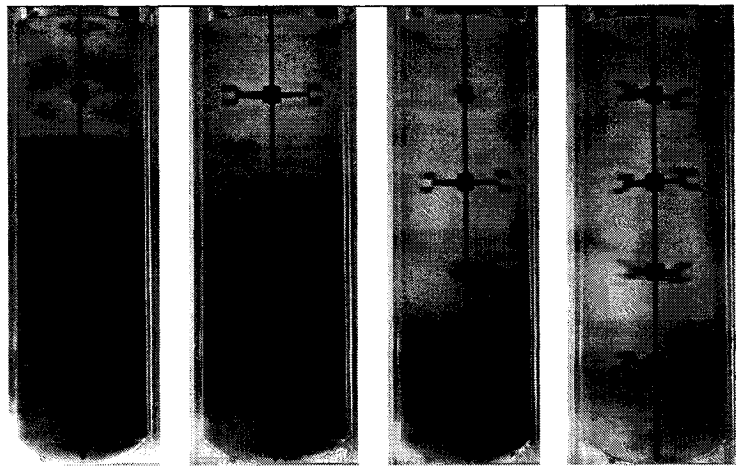


Figure 2-8 – Vitesse de rotation variable entre Re=37 et Re=74

2.1.3.2 Perturbation par un écoulement externe

Un autre moyen d'introduire une perturbation dynamique au sein du mélangeur, et ainsi d'améliorer l'efficacité du mélange en régime laminaire, est d'effectuer l'opération en régime continu.

Arratia et al. (2004) ont étudié expérimentalement et numériquement un réacteur agité en régime continu (Figure 2-9) en se basant sur une réaction acide-base ainsi que la fluorescence UV pour la visualisation de l'écoulement.

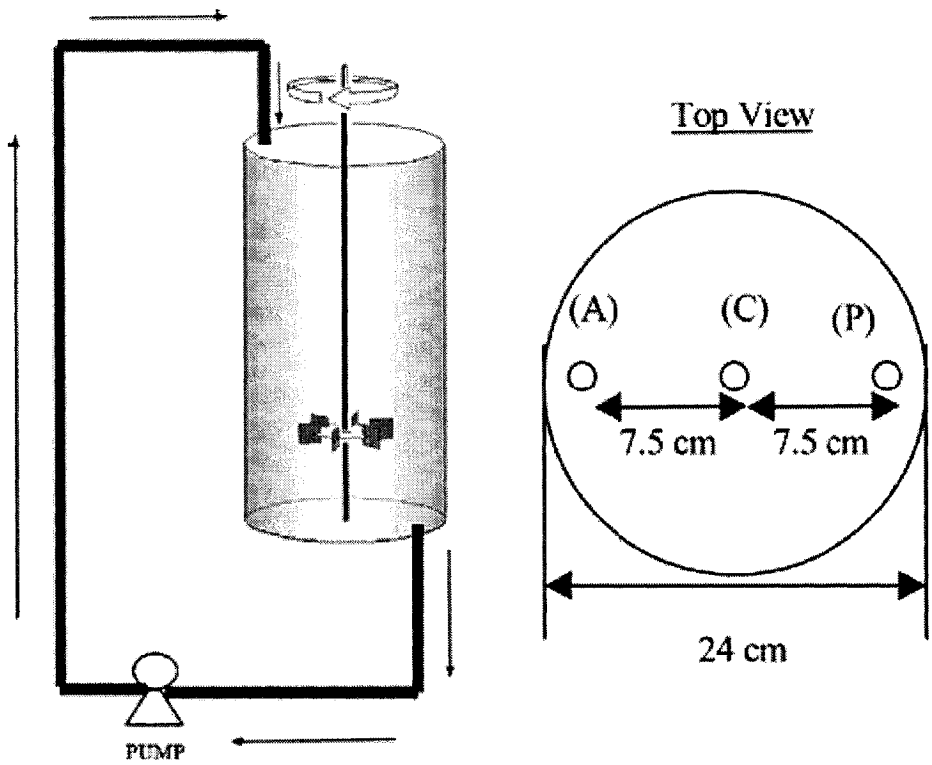


Figure 2-9 – Montage expérimental en régime continu, Arratia et al. (2004)

Ils ont étudié l'effet de la position d'entrée du système de recirculation sur la destruction des zones ségrégées (trois positions furent testées comme indiqué sur la Figure 2-9). Les auteurs ont montré que l'écoulement produit par l'agitateur central était perturbé par cet écoulement transversal, ce qui instaurait des perturbations chaotiques au sein du mélangeur. Il en résulte un profil d'écoulement asymétrique et ainsi une perturbation des zones ségrégées.

Les figures Figure 2-10, Figure 2-11 et Figure 2-12 illustrent le profil d'écoulement au bout de respectivement 2, 7 et 12 minutes pour les trois positions d'entrée à $Re = 30$.

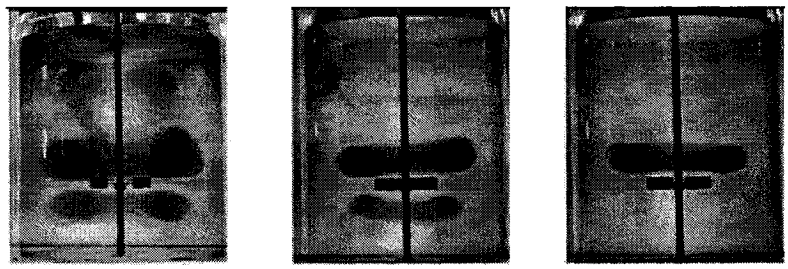


Figure 2-10 – Configuration C, Arratia et al. (2004)

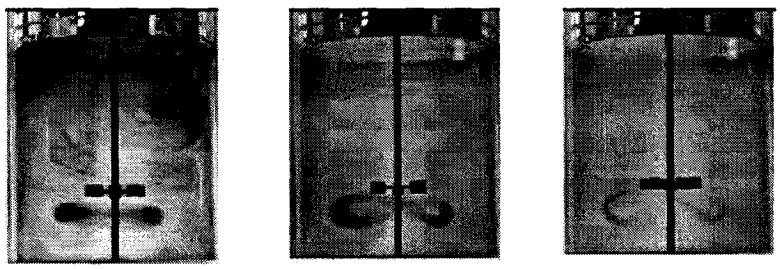


Figure 2-11 – Configuration P

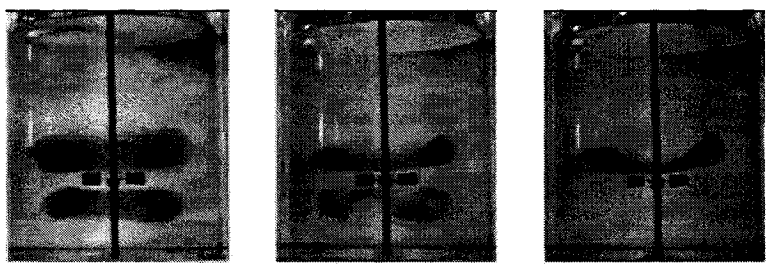


Figure 2-12 – Configuration A

Dans tous les cas, en raison de la position décentrée de la sortie du système de recirculation, la zone ségrégée située en bas de l'agitateur est détruite. Concernant la zone ségrégée en haut de l'agitateur, les auteurs montrent que seules les configurations décentrées (cas A et P) vont efficacement la perturber. La configuration P est la plus efficace des trois configurations envisagées

Un second résultat intéressant est l'augmentation de la stabilité des zones ségrégées avec le nombre de Reynolds. Les auteurs ont en effet montré que plus le Reynolds de

l'agitateur central était élevé, plus les zones ségrégées étaient difficiles à détruire par l'écoulement secondaire.

Ils ont remarqué en augmentant le débit de l'écoulement secondaire que le volume torique des zones ségrégées se contractait alors qu'il tendait à se relaxer lorsque cet écoulement était stoppé. En faisant varier périodiquement ce débit de pompage, les auteurs sont parvenus à améliorer encore la destruction des zones ségrégées. Cela rejoint le protocole de vitesse variable présenté précédemment.

2.1.3.3 Introduction d'asymétrie

Alvarez et al. (2002) ont proposé une nouvelle façon de créer du chaos dans la cuve de mélange en brisant la symétrie des agitateurs (Figure 2-13).

L'étude fut menée sur deux systèmes de mélange (a) et (b), constitués respectivement d'un et de trois agitateurs centrés, pour différentes géométries d'agitateur (un disque (c), une turbine Rushton standard (d), et une turbine Rushton modifiée où l'orientation de deux des pales a été changée (e)). Ces systèmes sont très répandus en industrie, dans les procédés de fermentation par exemple.

Ils ont étudié l'impact de l'asymétrie de l'agitateur sur la génération de chaos au sein de la cuve agitée pour $Re = 20$. Ils ont utilisé la technique de fluorescence induite par plan Laser (PLIF) pour la visualisation.

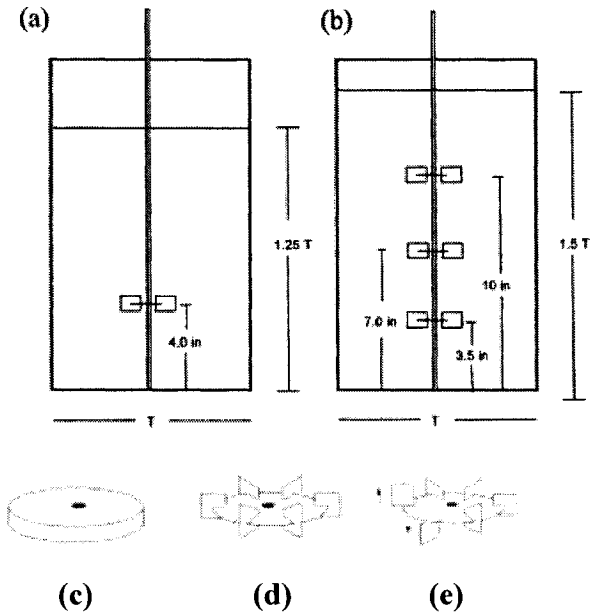


Figure 2-13 – Montage expérimental utilisé par Alvarez et al. (2002)

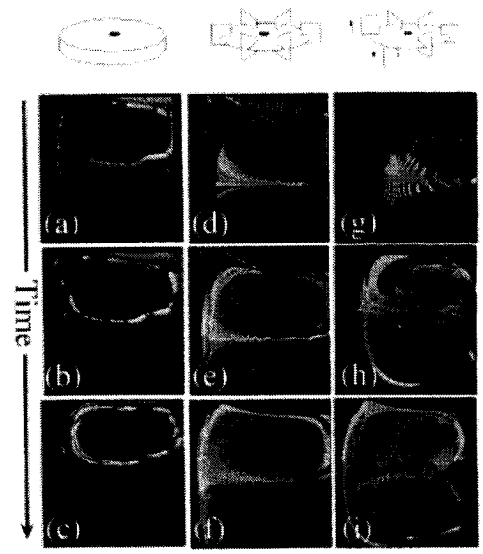


Figure 2-14 – Mélange à proximité de l'agitateur pour différentes géométries

Les résultats obtenus par les auteurs (Figure 2-14) montrent que la configuration utilisant la Rushton modifiée est plus efficace pour générer du chaos à proximité de l'agitateur. On voit en effet que l'échantillon injecté envahit plus rapidement la région

proche de l'agitateur dans les plans en dessous et au dessus de la turbine. Il en résulte un mélange global plus chaotique ce qui prévient l'apparition des zones ségrégées.

Ascanio et al. (2002), dans la continuité de ces travaux et des travaux sur l'excentricité mené par Alvarez (2000), se sont par la suite intéressés à un mélangeur biaxial constitué de deux axes chacun équipé d'une turbines Rushton (Figure 2-15). Ils ont prouvé que ce système pouvait efficacement détruire les zones ségrégées ainsi qu'améliorer le mélange de fluides visqueux rhéofluidifiants.

Cabaret et al. (2006b) ont étudié ce même système biaxial pour des fluides visqueux newtoniens et l'ont comparé à un système à un axe décentré à deux turbines (Figure 2-16). Les auteurs ont montré que le système biaxial était plus efficace que le système à un axe décentré en terme de consommation de puissance et que dans cette configuration le phénomène de compartimentation disparaissait complètement.

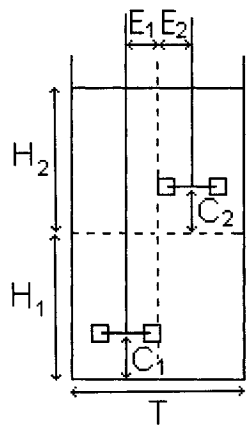


Figure 2-15 – Système biaxial, (d'après Cabaret et al., 2006b)

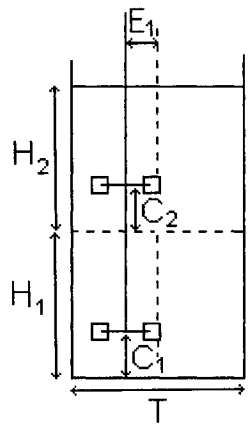


Figure 2-16 – Système à un axe décentré, (d'après Cabaret et al., 2006b)

2.2 Les mélangeurs coaxiaux

Bien que les mélangeurs coaxiaux soient de plus en plus utilisés industriellement dans des applications aussi variées que la dispersion, l'émulsification ou le mélange visqueux, la connaissance de ces systèmes de mélange est encore pauvre et leur design se fait encore de façon empirique en fonction du procédé ciblé. Plusieurs études ont été menées sur ce sujet par le laboratoire de l'URPEI (Thibault et al., 2002; Foucault et al., 2004, 2005, 2006) mais cela consistait la plupart du temps à trouver de nouvelles corrélations en régime transitoire ou turbulent pour le nombre de Reynolds, la consommation de puissance et le temps de mélange (Cf revue détaillée sur les mélangeurs coaxiaux par Foucault et al.(2004)).

Plus récemment, Rudolph et al. (2006) ont étudié numériquement et expérimentalement en régime laminaire un mélangeur coaxial composé d'une ancre couplée à deux turbines PBT (Pitched Blade Turbine) fonctionnant en mode co-rotatif (Figure 2-17).

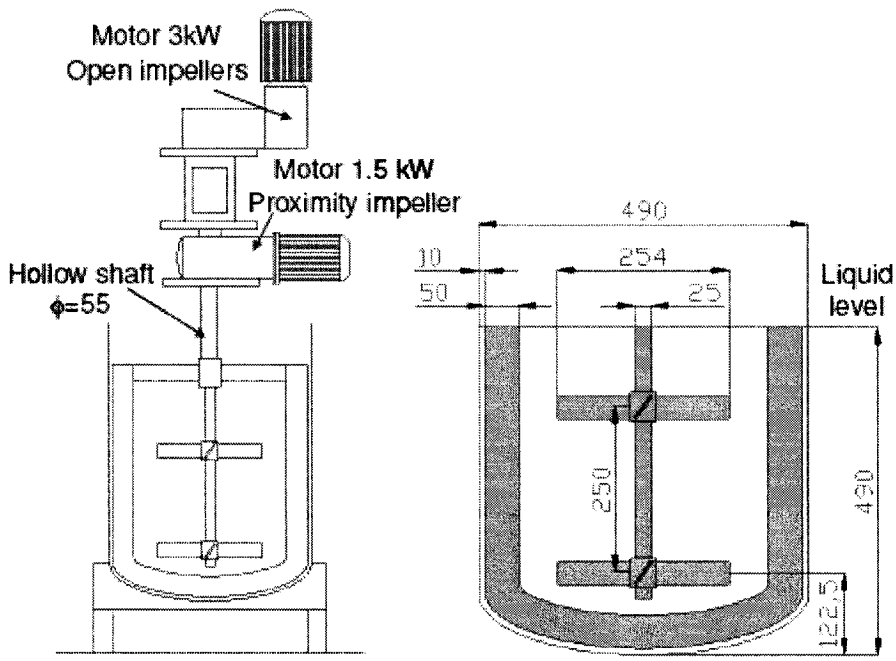


Figure 2-17 – Montage expérimental Rudolph et al. (2006)

La encore, ils se sont uniquement intéressés à la consommation de puissance de ce système ainsi qu'aux temps de mélange. Ils ont montré que la consommation de puissance des deux agitateurs centraux n'était pas affectée par la vitesse de l'ancre.

Rivera et al. (2006) ont étudié numériquement, pour des fluides newtoniens et non newtoniens, les performances d'un mélangeur coaxial en regime laminaire-transitoire mais sans considérer les phénomènes de zones ségrégées ou de compartimentation évoqués précédemment. Le montage sur lequel les simulations furent réalisées est le même que celui utilisé pour ce projet.

Ils ont montré que le mode co-rotatif était toujours plus efficace que le mode contra-rotatif en terme d'énergie, de pompage et d'homogénéisation. Un résultat intéressant est le fait qu'en mode contra-rotatif les effets de pompage axial de l'ancre et de l'agitateur central s'opposent, ce qui induit un pompage axial très faible dans la cuve. Au contraire, en mode co-rotatif, le pompage de l'agitateur central est amélioré par la présence de l'ancre. Les auteurs ont également montré que le mode co-rotatif conduit à l'obtention d'un écoulement où les capacités dispersives et distributives s'équilibraient. A l'opposé, le mode contra-rotatif produit un écoulement beaucoup moins équilibré où coexistent des zones de forts cisaillements avec des zones non mélangées. La situation est pire pour les fluides non newtoniens, pour lesquels la zone bien mélangée est réduite en comparaison avec les fluides newtoniens.

2.3 Objectifs du projet

Comme on peut le remarquer, aucune étude n'a été jusqu'à présent menée sur le comportement des mélangeurs coaxiaux face aux phénomènes de compartimentation et de ségrégation évoqués précédemment. C'est de ce constat qu'est né ce projet.

Celui-ci a donc pour objectif de caractériser les profils d'écoulement visqueux de fluides newtoniens et non newtoniens dans un mélangeur coaxial fonctionnant en régime laminaire.

Une étude fut menée d'un point de vue purement hydrodynamique, afin de mettre en évidence le role exact de l'ancre et son intéraction avec l'agitateur central en régime

laminaire. Les modes co-rotatif et contra-rotatif furent étudiés en détail pour des fluides newtoniens et non newtoniens afin de dégager la configuration optimale à utiliser pour une situation donnée. L'étude fut menée en analysant dans chaque cas la cinétique du mélange grâce à la méthode d'analyse d'image de Cabaret et al. (2006a).

CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES

3.1 Montage expérimental

Les expériences ont été réalisées sur un montage coaxial réalisé en collaboration avec la compagnie USI-MAX de Montréal (Figure 3-1).

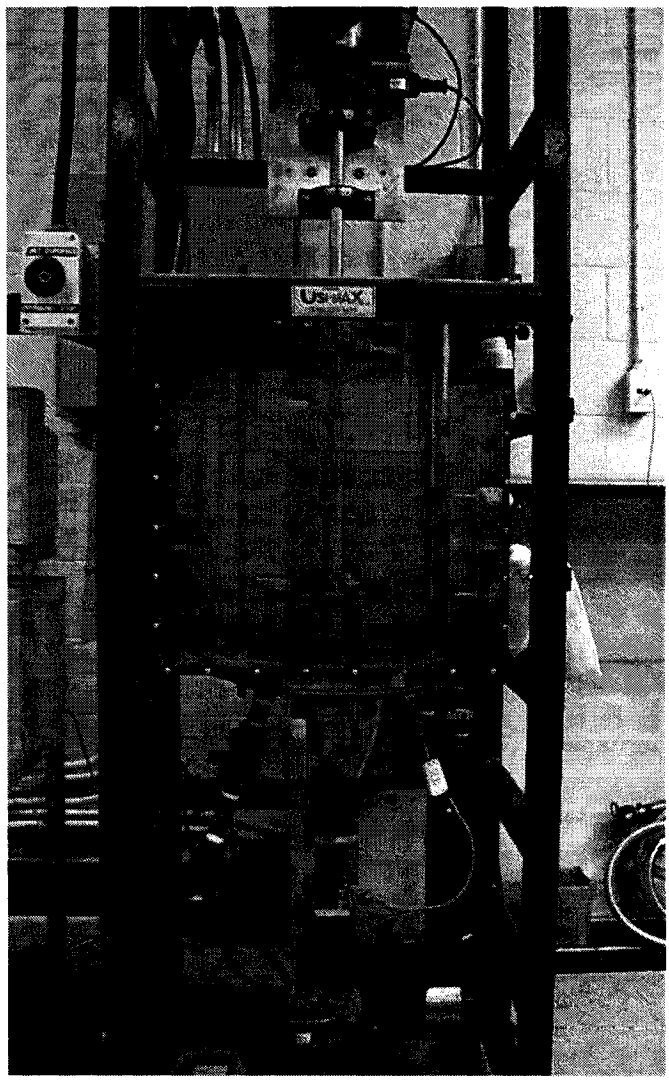


Figure 3-1 – Montage expérimental utilisé

Le schéma du montage est représenté Figure 3-2.

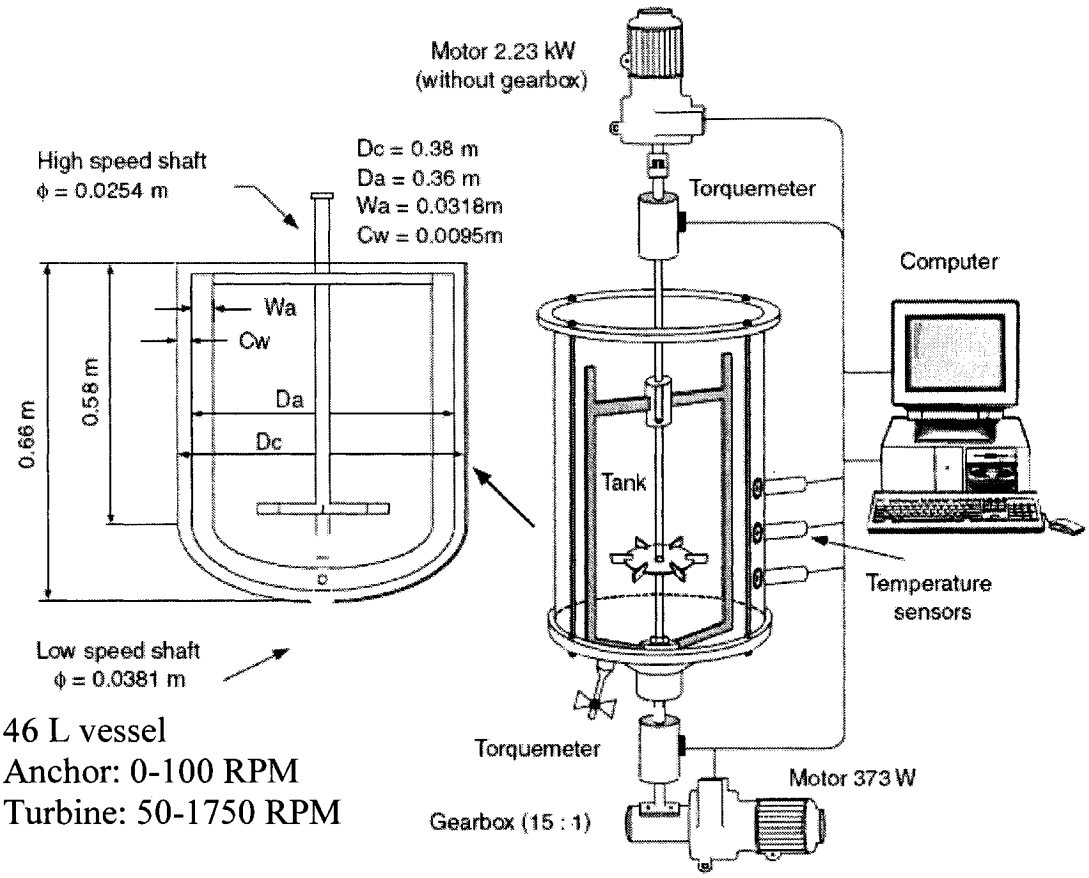


Figure 3-2 – Schéma du montage expérimental

Le système de mélange est constitué d'une ou deux turbines Rushton centrées et d'une ancre, montées sur deux axes coaxiaux indépendants fonctionnant respectivement à haute et à basse vitesse.

La Figure 3-3 présente la configuration à deux turbines.

Le diamètre de la turbine Rushton centrale est tel que le ratio D_1/T est égal à 0,4. Lorsque la seconde turbine est utilisée, son diamètre est tel que le ratio D_2/T est égal à 0,3.

La hauteur H_1 de la turbine centrale est fixée à $\frac{T}{3}$ (lorsque la seconde turbine est utilisée, la hauteur H_2 de la turbine centrale est fixée à $\frac{2T}{3}$. La hauteur du liquide au repos est maintenue constante tout au long des essais, égale à 0,41 m.

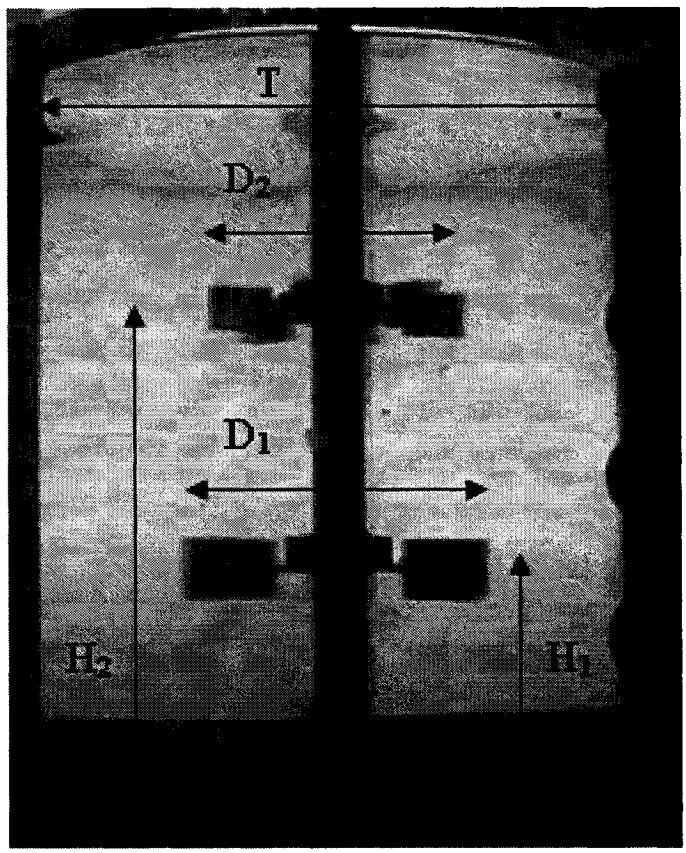


Figure 3-3 – Montage à deux turbines

Les agitateurs sont mis en rotation à l'aide de deux moteurs à vitesse variable. L'ancre peut tourner de 0 à 100 tours par minute alors que l'axe central peut tourner à des vitesses de rotation allant de 50 à 1750 tours par minute. Les deux mobiles d'agitation peuvent chacun fonctionner en sens horaire ou anti-horaire, ce qui permet au système d'être étudié aussi bien en mode co que contra-rotatif.

Le montage possède les caractéristiques mécaniques suivantes :

- L'axe central est actionné par un moteur à courant alternatif (2,23 kW ; triphasé 220 V) de vitesse nominale 1760 tours par minute.
- L'ancre est quant à elle actionnée par un moteur alternatif (378 W) possédant une vitesse nominale de 1760 tours par minute.
- Un couplemètre de la compagnie Himmelstein de 22,6 N-m (précision de ± 0,1 %) pour l'axe central.
- Un couplemètre de la compagnie Vibrac de 11,3 N-m (précision de ± 0,5 %) pour l'ancre.
- Deux tachymètres optiques (précision ± 0,1 Tours par minute) mesurant la vitesse de rotation de chacun des arbres.
- Un réducteur de vitesse par 15 diminuant la vitesse nominale à environ 115 tours par minutes pour le moteur de 373 W.
- Trois thermocouples de type J (jonction fer-constantan) de très faible inertie thermique.

3.2 Rhéologie des fluides utilisés

Un rappel sur les fluides newtoniens et non newtoniens est présenté en annexe. La partie qui suit détaille les propriétés rhéologiques des fluides utilisés.

3.2.1 Fluides newtoniens

Les expériences en milieu newtonien ont été réalisées en utilisant des solutions aqueuses de glucose (Glucose Enzose 62DE, Univar). Connaissant la forte dépendance de la viscosité des solutions de glucose avec la température, celle-ci est fixée toujours égale à 23,5°C lors des différentes expériences, conduisant à une viscosité de 3 Pa.s. La densité des solutions utilisées est de 1350 kg/m^3

3.2.2 Fluide non newtoniens

Le fluide non newtonien utilisé est une solution de CMC (Carboxylmethyl Cellulose) concentrée à 1,5%. Sa rhéologie est donnée Figure 3-4.

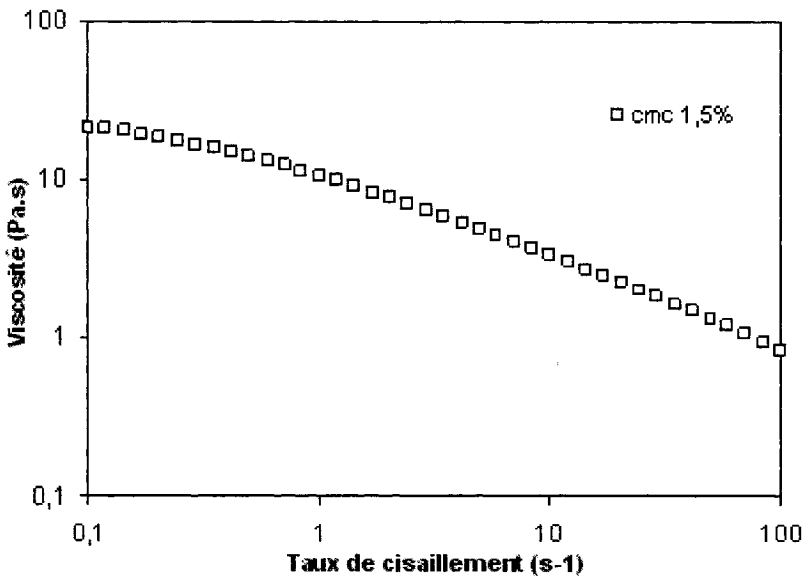


Figure 3-4 – Rhéologie de la solution de CMC utilisée

Ce fluide a la particularité d'avoir un fort comportement rhéofluidifiant. Il obéit à la loi de puissance : son indice de consistance *m* vaut 8,3 Pa.s et son indice de rhéofluidifiance *n* est égal à 0,5. La densité des solutions utilisées fut mesurée égale à 1010 kg/m^3.

Le CMC a été choisi en raison de sa transparence, ce qui permet d'effectuer des mesures de temps de mélange par la méthode de coloration/décoloration.

Par ailleurs, dans la gamme de cisaillement étudiée, ce fluide peut être considéré comme inélastique.(des mesures pour déterminer le nombre de Weissemberg en fonction du cisaillement furent effectuées , montrant que celui-ci était inférieur à 1 sur la plage étudiée).

Il est à noter que le CMC est une base faible et qu'ainsi sa structure subit de légères modifications à chaque réaction acido-basique. En conséquence, la viscosité des solutions de CMC est controlée régulièrement (en moyenne toutes les cinq réactions acido basiques).

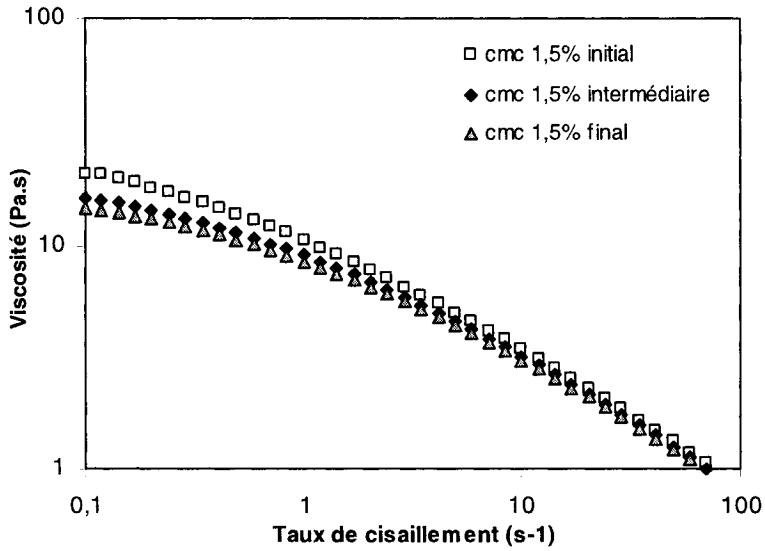


Figure 3-5 – Influence des réactions acido basiques sur la rhéologie des solutions de CMC

La Figure 3-5 présente l'influence des réactions acido basiques sur la rhéologie des solutions de CMC. Trois échantillons ont été testés :

- Un échantillon initial avant la première réaction acido basique.
- Un échantillon intermédiaire au bout de 5 réactions successives.
- Un échantillon final après 10 réactions acido basiques.

On s'apercoit que la viscosité évolue légèrement après quelques réactions acide/base. Des corrections ont donc été apportées à la viscosité pour chaque expérience.

3.3 Technique de coloration/décoloration pour la visualisation

La technique de coloration/décoloration est basée sur une réaction rapide entre un acide fort et une base forte. Cette technique fut utilisée en premier par Fox et Gex (1956) pour mesurer des temps de mélange. Elle fut ensuite employée pour visualiser les profils d'écoulement 3D et détecter les zones ségrégées et les zones mortes (Lamberto et al., 1996 ; Solomon et al. 1981).

Cabaret et al. (2006a) ont par la suite développé une méthode qui permet désormais de connaître l'évolution du macro-mélange d'un agitateur dans une cuve transparente en suivant le changement de couleur d'un indicateur coloré. Il s'agit d'enregistrer numériquement sur vidéo la réaction de coloration/décoloration dans un système agité et d'utiliser l'analyse d'images pour interpréter les résultats. Le changement de couleur est quantifié grâce à la détermination d'un seuil issu du modèle de couleurs RGB.

Le dispositif expérimental est représenté Figure 3-6. La cuve de mélange est placée dans un réservoir transparent rempli d'eau afin de minimiser les distorsions optiques dues à sa courbure. Afin d'obtenir un éclairage uniforme, une feuille de papier blanche est utilisée comme diffuseur de lumière. L'évolution du mélange est filmée à l'aide d'un camescope numérique mono CCD (Digital Handycam DCR-PC101, Sony) relié à un ordinateur d'acquisition par un cable FireWire.

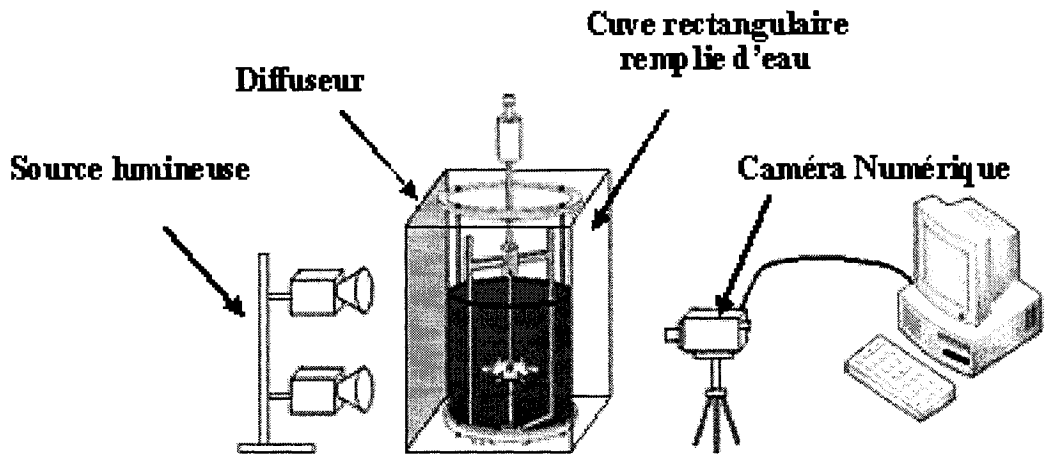


Figure 3-6 – Dispositif expérimental, lumière et acquisition vidéo

Chaque expérience consiste à enregistrer l'évolution du changement de couleur d'une réaction acide base pour ensuite analyser les vidéos obtenues afin de quantifier ce changement de couleur.

L'indicateur coloré utilisé est une solution de Bromocresol pourpre (0,08 % w/w dans l'eau). Celui-ci est jaune en milieu acide, lorsque pH < 5,2 et pourpre lorsque pH > 6,8. Afin de réaliser le changement de couleur, des solutions de NaOH et de HCL à 10 Mol/L ont été utilisées.

Dans toutes les expériences, on suit l'évolution de la couleur de la solution du pourpre au jaune car il est plus simple de détecter une zone pourpre non mélangée dans un liquide jaune que l'inverse.

Avant chaque expérience, la solution est amenée à sa couleur pourpre à l'aide de la solution de NaOH à 10 M.

Un échantillon de cette solution est alors mélangé à une quantité d'acide suffisante pour réaliser le changement de couleur. La quantité d'acide chlorhydrique 10 M à ajouter est la suivante: 2 mL d'acide pour 10 L de solution aqueuse de glucose et 6 mL d'acide pour 10 L de solution de CMC (le carboxymethylcellulose (CMC) étant comme vu précédemment une base faible, la réaction acide/base nécessite plus d'acide).
Lorsque l'on atteint un régime hydrodynamique stable, on procède à l'injection de l'échantillon acide en démarrant simultanément le camescope numérique afin d'enregistrer la réaction de changement de couleur. Pour des soucis de reproductibilité, l'échantillon acide est toujours injecté rapidement et délicatement au même endroit de la surface
L'influence du point d'injection fut étudiée et ne modifie en rien l'allure des courbes obtenues par la suite. Dans notre étude, l'échantillon fut toujours injecté à mi-distance entre l'axe central et la paroi de la cuve.

Le traitement d'image est réalisé d'après la méthode proposée par Cabaret et al. (2006a). Chaque vidéo capturée est échantillonée, les images obtenues étant sauvegardées puis analysées individuellement. Chaque image est repérée par le temps qui la sépare de l'instant d'injection. Pour chaque pixel, on suit alors l'évolution de son intensité en vert G dans le modèle RGB au cours du temps. En définissant une moyenne sur la valeur de vert entre la première image (correspondant à l'instant d'injection) non mélangée et la dernière (correspondant à un système complètement mélangé), on peut définir un critère pour savoir si le pixel peut être dit mélangé ou non (si la valeur de vert du pixel est inférieur à la moyenne calculée, alors le pixel est considéré comme non mélangé, et mélangé dans le cas contraire). Pour nos expériences, les courbes furent réalisées en utilisant une valeur de séparation X de 50 % comme recommandé par Cabaret et al. (2006a).
Pour chaque image issue de l'échantillonage de la vidéo, on compte ainsi le nombre de pixels mélangés puis on trace le ratio (M %) $\frac{N_{Mixed\ Pixels}}{N_{Total\ Pixels}}$ en fonction du temps pour obtenir la courbe de cinétique de décoloration apparente. Cette courbe quantifie le

changement de couleur en fonction du temps du point de vue de l'observateur. Cette technique a l'avantage d'être facile à mettre en oeuvre, hautement reproductible et permet d'avoir accès non seulement au temps de mélange mais également à l'évolution complète du changement de couleur, information très utile pour comprendre la façon dont le mélange a lieu pendant la réaction.

CHAPITRE 4 CHARACTERIZATION OF VISCOUS FLOW PROFILES IN A COAXIAL MIXER

Characterization of viscous flow profiles in a coaxial mixer

Sylvain Bonnot (a), Francois Cabaret (a), Louis Fradette (a), Philippe A. Tanguy (a)

(a)Department of Chemical Engineering, URPEI, Ecole Polytechnique, Montreal, Canada

Keywords: Mixing, Coaxial, Laminar, Compartmentalization, Experimental, Stirred tanks

Submitted: Chemical Engineering Research and Design (November 2006)

4.1 Abstract

The hydrodynamics performance of a coaxial mixing system operating in the laminar regime has been studied experimentally by flow visualization. A Rushton turbine was used in combination with an anchor in both co and counter-rotating modes to mix viscous Newtonian and non-Newtonian fluids. Image analysis of a discoloration reaction was used to quantify the mixing evolution in the tank. The mixing curves generated by this method were used to reveal the presence of flow compartmentalization and dead zones. It was shown that the co-rotating mode is better to avoid the flow compartmentalization while the counter-rotating mode appears to be more efficient to break the segregated regions.

4.2 Introduction

Many biochemical processes developed by pharmaceutical and biotechnological firms rely on the culture of shear-sensitive mammalian, insect, or plant cells. As reported by Elias et al. (1995) and Nikolai et Hu (1992), mixing such fluids in turbulent or transitional regime can cause the degradation of the shear-sensitive cells. Because of the specific nature of the fluid to mix, these processes are thus often achieved in the laminar regime making them more challenging to operate efficiently.

Few data exist in literature concerning mixing in bio-stirred tanks in the laminar regime, as shown by Alvarez et al. (2005). However, two main issues are clearly identified: the apparition of segregated zones in the tank and the phenomenon of flow compartmentalization (Szalai et al., 2004; Zalc et al., 2001; Harvey et al., 1997).

Cabaret et al. (2006b) studied a dual impeller system with two eccentric shafts in the laminar regime. The authors showed that the eccentricity could be a good solution to handle these issues in a single mixer although no industrial use has yet been reported. Coaxial mixers with concentric shafts are potentially good candidates to avoid flow compartmentalization and segregation.

Although coaxial mixers are more and more used in a wide range of applications such as dispersion, emulsification or viscous blending, the fundamental knowledge of coaxial mixing is still poor and their design and operation remain often empirical. Several studies have been conducted by Tanguy and co-workers (Thibault et al., 2002; Foucault et al., 2004, 2005, 2006) focusing on power consumption and mixing time. No specific interest was given to the fluid mechanics in the laminar regime. Köhler et Hemmerle (2003) studied a system composed of a double pitched blade turbine coupled with an anchor in counter-rotating mode but they only considered transitional and turbulent regimes (Re>100). More recently, Rudolph et al. (2006) studied a coaxial mixer (composed of an anchor in combination with a dual set of pitched blade turbine) in the laminar regime but once again only the power consumption and the mixing times were the object of the investigation. Rivera et al. (2006) also investigated the performance of a coaxial mixer in the laminar-transitional flow regime but numerically and without considering the phenomena of segregated zones and compartmentalization.

The aim of the present study is to investigate the performance of a coaxial mixing system operating in the laminar regime. A different approach based on mixing curves will be used for Newtonian fluids and non-Newtonian fluids in order to characterize the flow patterns.

4.3 Materials and methods

4.3.1 Equipment

The experiments were carried out in a fully instrumented coaxial mixer of 46 L presented in Figure 4-1. This mixing system consists of one or two Rushton turbines and an anchor mounted on two independently driven coaxial shafts running respectively at high and low speed. The diameter of the central Rushton turbine provides a ratio D/T equal to 0.4. When used, the diameter of the second turbine is such that this ratio is equal to 0.3. The position of the turbine on the high speed shaft is 1/3 of the liquid height (and 2/3 for the second one if used). The impellers can be operated either in co or counter-rotating mode.

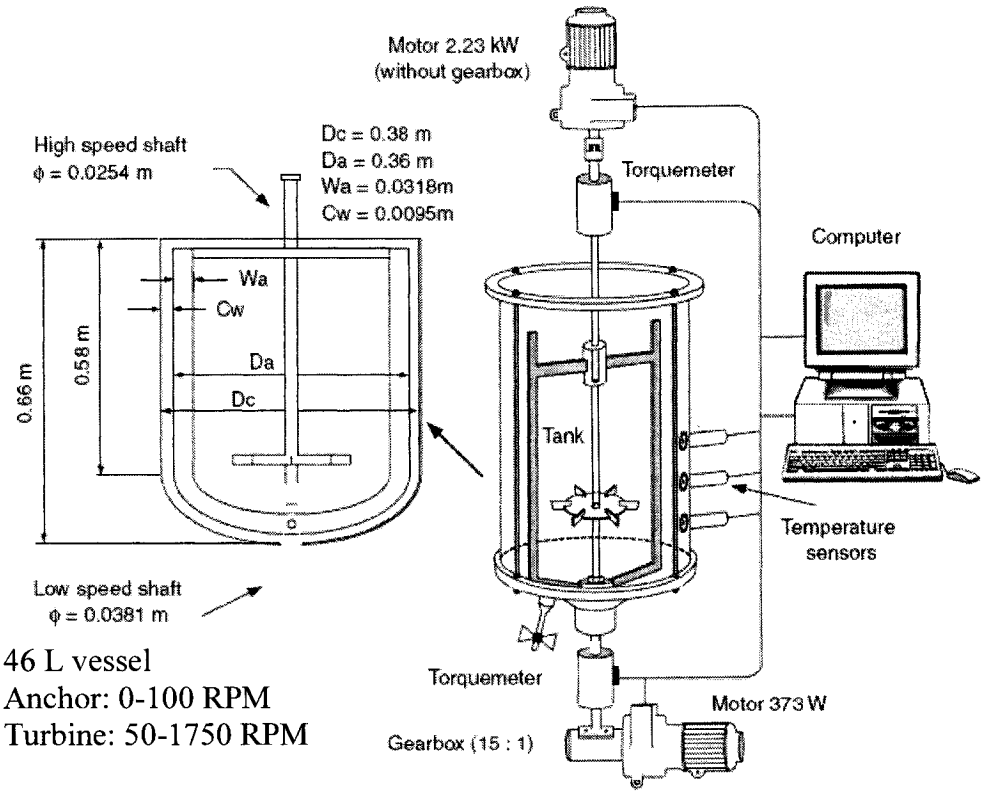


Figure 4-1 – Experimental setup

The rheological properties of both Newtonian and non-Newtonian fluids were determined with a Bohlin Viscometer 88-BV with a Couette configuration.

An aqueous solution of corn syrup (Glucose Enzose 62DE, Univar) was chosen as the viscous Newtonian fluid. Knowing that the viscosity μ of the viscous corn syrup solutions varies significantly with temperature, the temperature was always set equal to 23.5°C which gives a viscosity equals to 3 Pa.s for the different experiments. The solution density was 1350 kg/m^3.

Carboxymethyl cellulose solutions (CMC, Finnfix 700 and 30000) were used as non-Newtonian fluids. This fluid was found to obey a power law model. The shear-thinning index n and the consistency index m were respectively 0.5 and 8.3 Pa.s, and the density was 1010 kg/m^3.

In all the experiments the solutions were settled for 24 h before starting the measurements in order to eliminate air bubbles.

The mixing vessel was immersed in a rectangular water-filled chamber in order to minimize optical distortions due to the curvature of the tank. To obtain homogeneous illumination, white paper was used as a light diffuser on the rectangular vessel. The mixing process described in the next section was filmed with a digital mono CCD camera (Digital Handycam DCR-PC101, Sony) linked to a computer via a 1394 IEEE (FireWire) cable.

4.3.2 Decolorisation method

Each experiment consisted in recording an acid-base color change and then to analyse this video in order to quantify the color change. A fast acid-base indicator reaction (Bromocresol purple 0.08% w/w in water) was used to reveal the mixing evolution. This indicator is yellow when pH < 5.2 and purple when pH > 6.8. Alkaline solution of 10 M NaOH and acidic solution of 10 M HCL were used to achieve the color change.

In all the experiments, we followed the color evolution from the purple towards the yellow because it is easier to detect purple unmixed zones in a yellow liquid than the opposite.

Before each experiment, the solution was set to purple by using the alkaline solution. A sample of the solution was then mixed with an acid quantity always in excess to neutralize the alkalinity in the tank. When the steady hydrodynamic state was reached in the vessel, the acidic sample was injected and the digital camera switched on to record the color change. For reproducibility purposes, the acidic solution was always rapidly and gently injected at the same location on the free surface using a syringe having a large orifice to minimize jet effect.

4.3.3 Image analysis

The image analysis was carried out according to the method proposed by Cabaret et al. (2006a). Each video captured by the digital camera during the acid-base color change was sampled. The resulting images were then analysed individually. For each pixel, the evolution of the green intensity G in the RGB model is followed over the time. By defining an individual green threshold on the RGB color model between the first

unmixed picture and the last fully mixed picture, a pixel can be considered either mixed or unmixed by comparing its level of green with the threshold. In our experiments we have used a X separation value of 50% as recommended by Cabaret et al. (2006a). For each image sampled from the video, we then count the number of mixed pixels $N_{Mixed\ Pixels}$, and plot the ratio $(M\ \%)\ \frac{N_{Mixed\ Pixels}}{N_{Total\ Pixels}}$ over time to obtain the mixing curve. The resulting curve quantifies the color change in time from the observer point of view. The technique has been shown to be highly reproducible and yields not only an eventual mixing time value but also a complete evolution of the color change.

4.4 Results and Discussion

4.4.1 Hydrodynamics of the Rushton turbine alone for Newtonian fluids

To challenge the image analysis reproducibility, the same experiment was repeated four times. In this experiment, the anchor was steady and the Rushton turbine rotated at such a speed that $Re_{Turbine}$ was equal to 60. The mixing curves obtained after image analysis (Figure 4-2) present very small variations, a clear sign of excellent reproducibility of the technique.

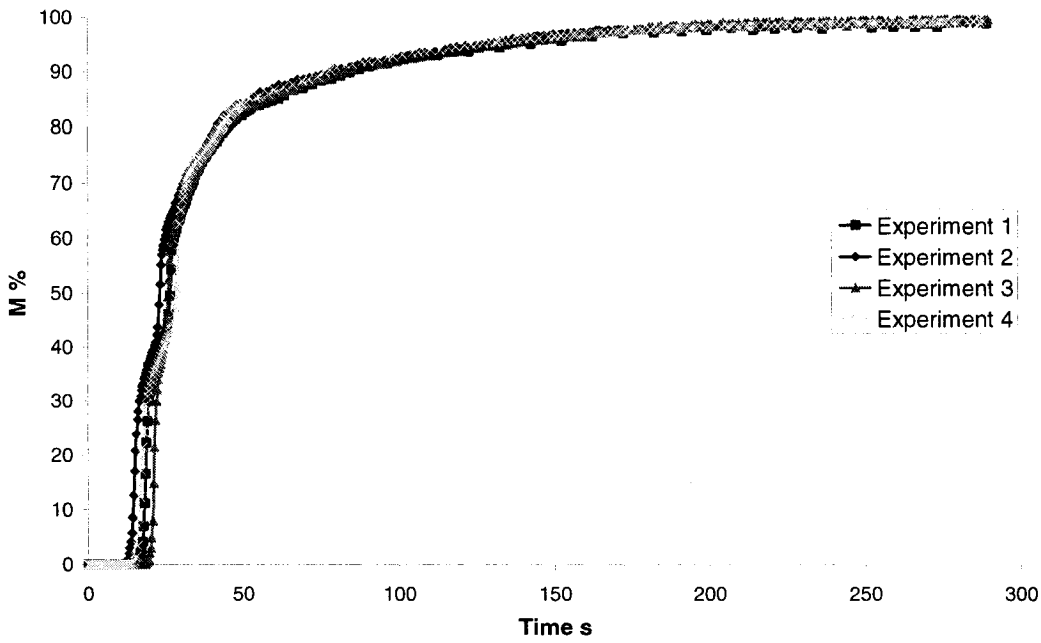


Figure 4-2 – Mixing curves obtained for the reproducibility test, $Re_{turbine}$=60, anchor steady

The hydrodynamics of the Rushton turbine alone was then investigated. For that purpose, a new set of experiments was carried out in the same conditions (anchor still steady) but $Re_{Turbine}$ was varied from 20 to 60.

Figure 4-3, Figure 4-4 and Figure 4-5 present illustrations and the mixing curve obtained at $Re_{Turbine} = 20$.

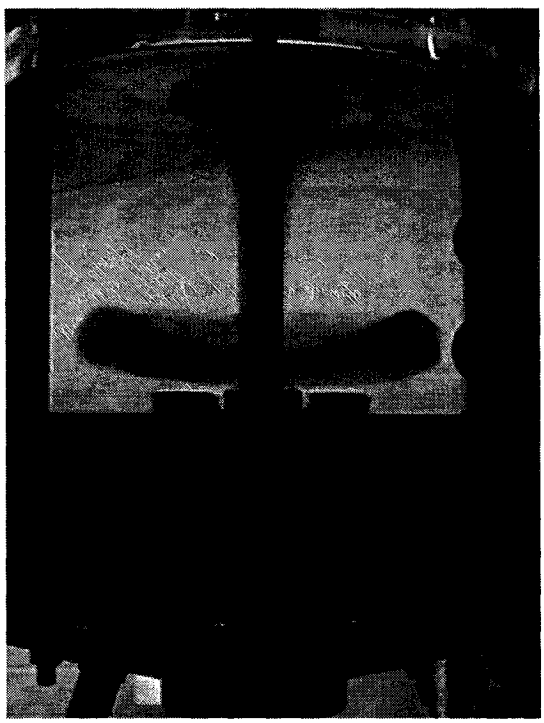


Figure 4-3 – Flow compartmentalization phenomenon, $Re_{turbine}$=20, anchor steady

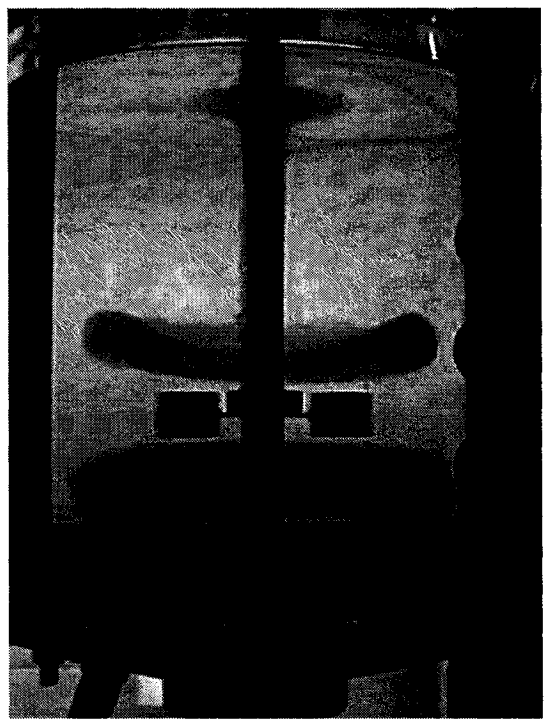


Figure 4-4 – Segregated zones, $Re_{turbine}$=20, anchor steady

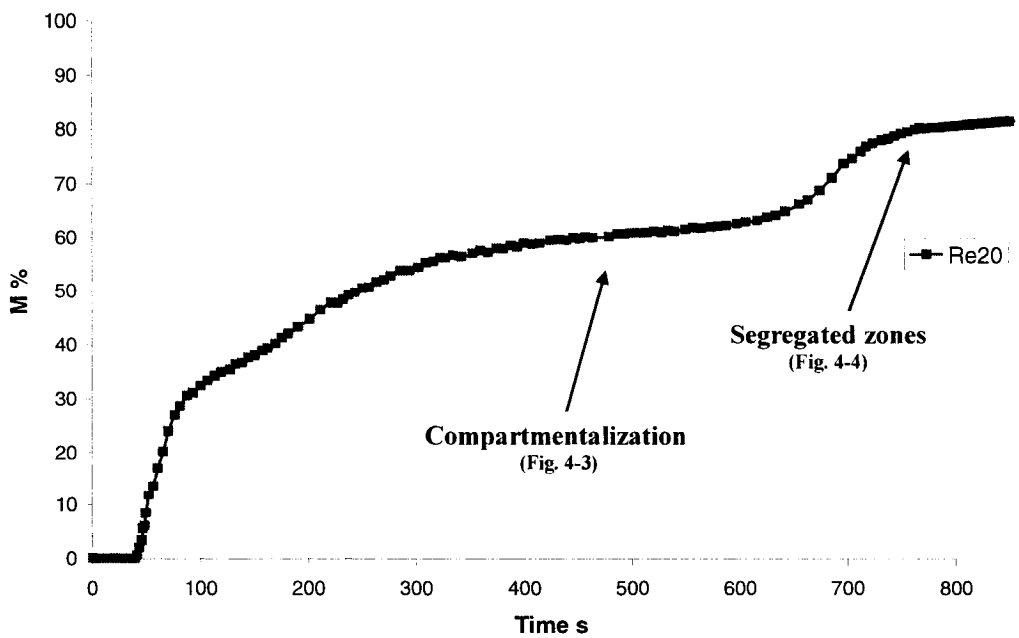


Figure 4-5 – Mixing curves of the Rushton turbine alone, $Re_{turbine}$=20, anchor steady

Figure 4-3 and Figure 4-4 clearly illustrate the two major mixing challenges mentioned before : the flow compartmentalization phenomenon on Figure 4-3 and the apparition of segregated toric structures, also called "rings", at the top and at the bottom of the turbine on Figure 4-4. The mixing curve (Figure 4-5) reveals these two phenomena: the presence of a plateau in the curve is the signature of the flow compartmentalization, while the final M value at ±80 % indicates the presence of at least one segregated zones in the tank.

Figure 4-6 represents the evolution of the mixing curves of the Rushton alone with $Re_{Turbine}$ as a parameter.

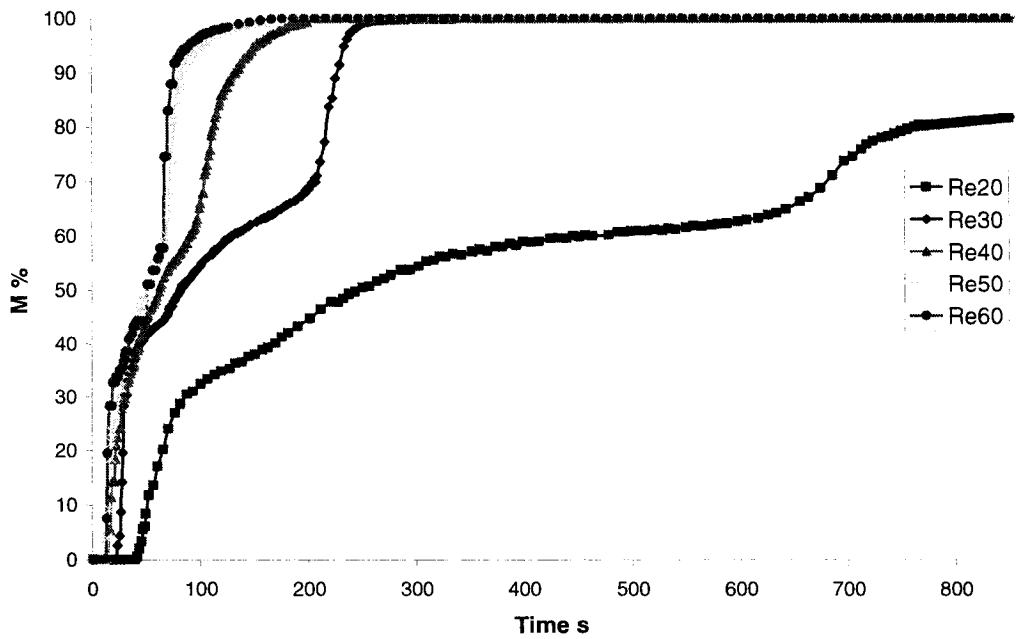


Figure 4-6 – Mixing curves of the Rushton turbine alone with $Re_{turbine}$ as a parameter, anchor steady

We see that the segregated zones disappear when $Re_{Turbine}$ exceeds 30 (M goes to 100 %). We also observe that the compartmentalization time, which can be related to the length of the plateau present in the curves, decreases when $Re_{Turbine}$ increases. Indeed, the pumping capacity of the Rushton turbine increases with $Re_{Turbine}$ (Rice et al., 2006), inducing a better transfer between the top and the bottom of the vessel which helps diminish flow compartmentalization.

4.4.2 Breaking stable segregated zones by the operating mode of the anchor

The next experiments were carried out setting $Re_{Turbine}$ equal to 20, with variable anchor speed. This case is the most problematic for industrial applications because both segregated zones and a flow compartmentalization phenomenon coexist.

In these experiments, the turbine was put in rotation alone during the first 12 minutes in order to generate stable segregated zones. Then the anchor was switched on, in co or counter-rotating mode, with a speed ratio R_n ($\frac{N_{Turbine}}{N_{Anchor}}$) equal to 15. The evolution of the viscous flow is displayed in Figure 4-7 and Figure 4-8.

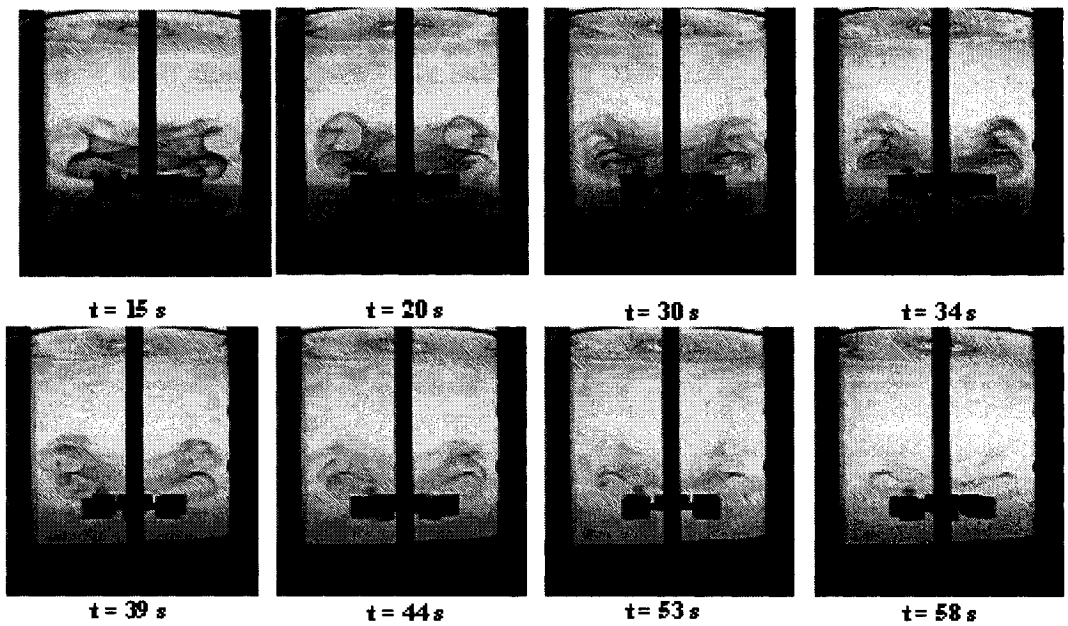


Figure 4-7 – Breaking of segregated zone for the counter-rotating mode

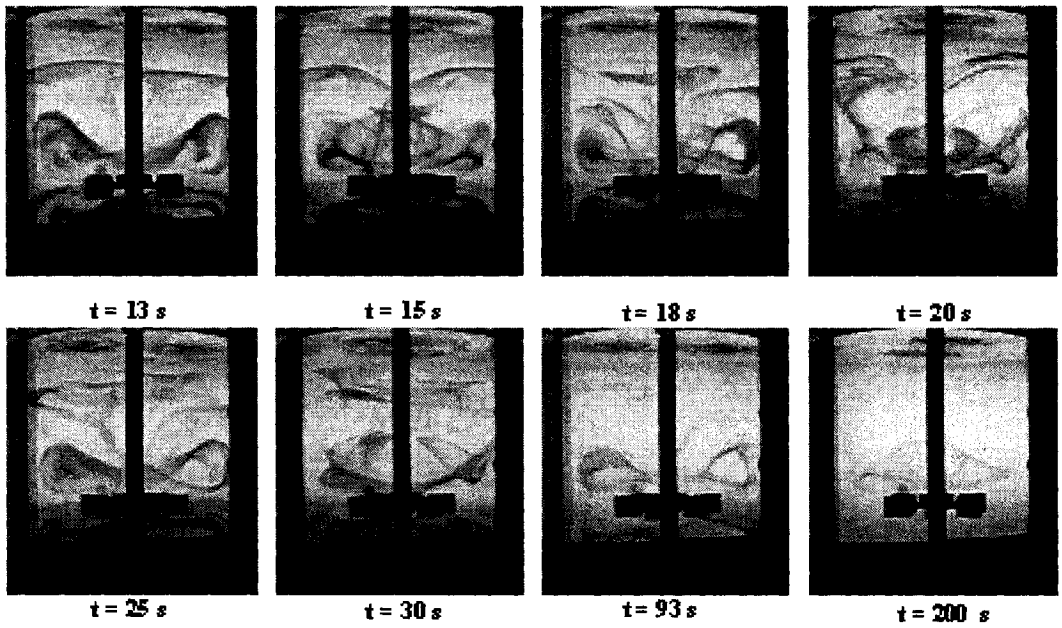


Figure 4-8 – Breaking of segregated zone for the co-rotating mode

.The counter-rotating mode appears to destroy more efficiently the segregated zones than the co-rotating mode. Indeed, the counter-rotating mode is known to produce more shear than the co-rotating one (Rivera et al., 2006), especially close to the turbine. Moreover, as the axial pumping of this mode is quite low in comparison with the co-rotating one, the segregated zones will tend to stay near the turbine (see Figure 4-7) where the shear is high, which explains why these zones quickly disappear. On the contrary, in the co-rotating mode, the pumping is enhanced by the presence of the anchor. Thus the segregated zones will circulate in the whole tank (see Figure 4-8) and will take longer to disappear.

4.4.3 Comparison between co and counter-rotating modes for Newtonian fluids

4.4.3.1 Co-rotating mode

In this section, the experiments were carried out starting the anchor and the central turbine from the beginning. $Re_{Turbine}$ was set to 20 with the aim to compare the co-rotating mode against the Rushton turbine rotating alone (in the form of mixing curves). A set of experiments was carried out for different speed ratios R_n. Results are reported on Figure 4-9.

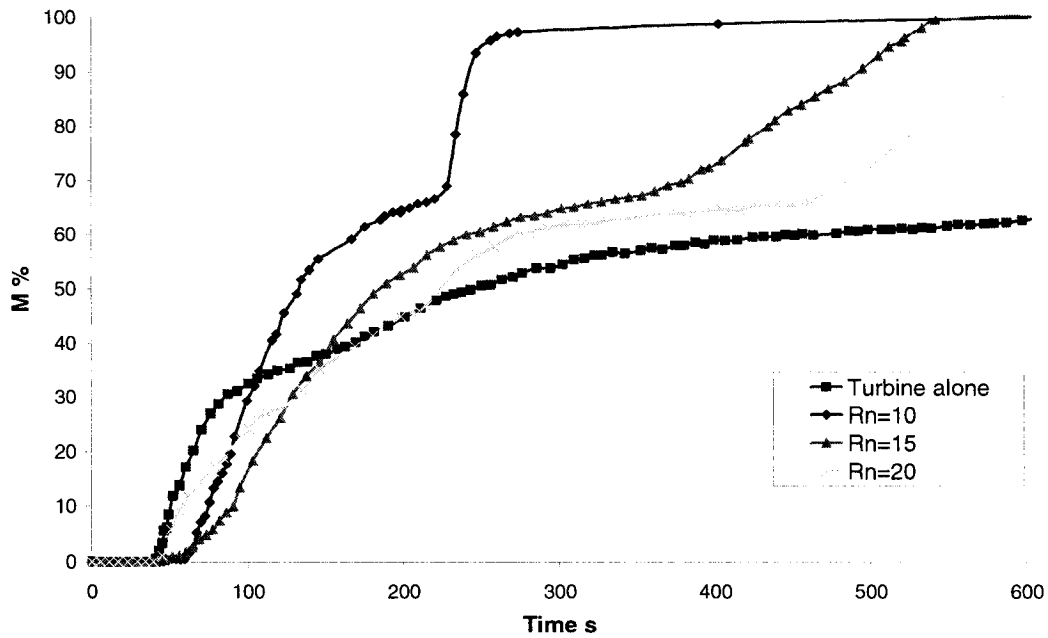


Figure 4-9 – Mixing curves of the co-rotating mode for different speed ratios *Rn*

Irrespective of the speed ratio between the two impellers, it was found out that the mixing was more efficient in the co-rotating mode than with the Rushton turbine alone, except for the first 30-40% color change.

At the very beginning of the process, the anchor seems to perturbate the flow produced by the central turbine. It seems that the anchor reduce the mixing efficiency of the Rushton turbine to pump the reactive dye on the free surface.

It is interesting to note that in this mode, the lower the R_n, the better the mixing. Indeed, a low value of R_n means a high speed of anchor and consequently a better axial pumping in the vessel. The compartmentalization thus takes less time to disappear.

4.4.3.2 Counter-rotating mode

The counter-rotating mode was investigated in the same fashion as the co-rotating one. The aim was to study if there existed a configuration where the counter-rotating mode would be more efficient than the co-rotating one. The resulting mixing curves are reported on Figure 4-10.

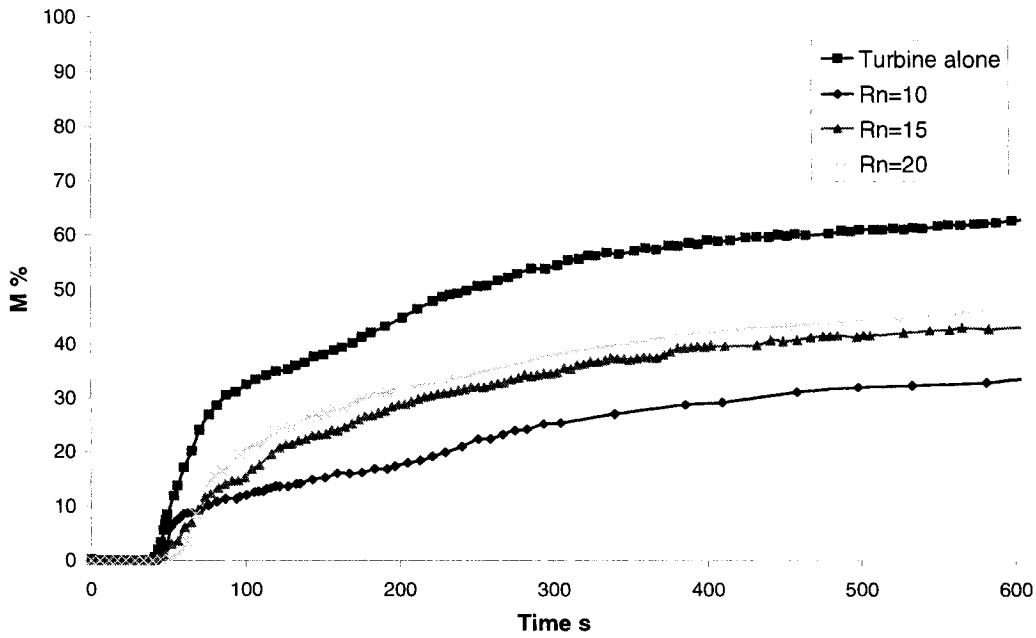


Figure 4-10 – Mixing curves of the counter-rotating mode for different speed ratios *Rn*

It is clear that this mode is always worse than operating with the Rushton turbine alone. Moreover as shown on Figure 4-11, a new dead zone appears at the top of the vessel due to the fact that the axial pumping is too low.

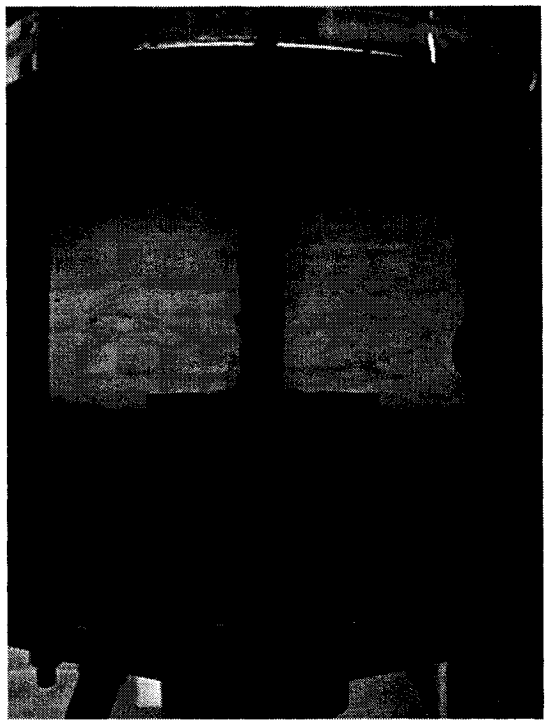


Figure 4-11 – Apparition of new dead zone for the counter-rotating mode, *Rn*=10

It was found out that the best rotating combination is at a high value of R_n. In this mode, the anchor tends to reduce the global pumping in the vessel. This confirms the results found numerically by Rivera et al. (2006) who showed that the two impellers have pumping effect in opposite directions in the counter-rotating mode.

4.4.4 Improving the mixing for Newtonian fluids

New configurations were investigated in order to improve the mixing in the laminar regime, to reduce the compartmentalization time and eliminate the segregated zones observed when the Rushton turbine is operated alone.

Shearing is higher in counter-rotating mode, as observed previously, but the axial pumping in this mode is not sufficient to efficiently move the fluid in the whole vessel.

The first idea was to combine the shearing of the counter-rotating mode with the axial pumping of the co-rotating one. A set of experiments was carried out where the direction of rotation was inversed during the experiment. Results are presented on Figure 4-12.

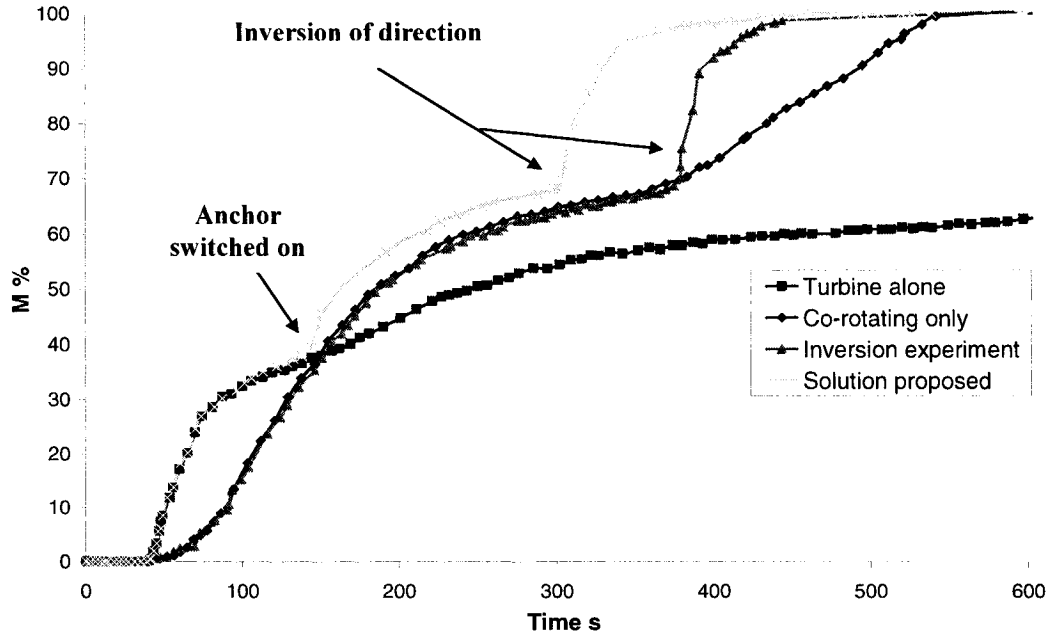


Figure 4-12 – Effect of the inversion of direction on the mixing curves

It was determined that the best operation was to first run the anchor in co-rotating mode and then to switch it to counter-rotating mode. The optimum time was found to be the time at which the compartmentalization comes close to its end, that is to say when the transfer begins to occur between the top and the bottom of the vessel. An experiment was also carried out where the anchor was switched not from the beginning but just after the turbine promoted the pumping of the dye from the free surface. Figure 4-12 shows that this way of proceeding, combined with the inversion of direction, is the most efficient way to achieve quick mixing in the tank.

The second idea was to put a second turbine at the top of the tank in order to increase pumping in the vessel, and to analyse whether the counter-rotating mode was still worse in that case. In our set of experiments, the diameter of the top turbine was smaller than the central one. Results are presented on Figure 4-13 for the co-rotating mode.

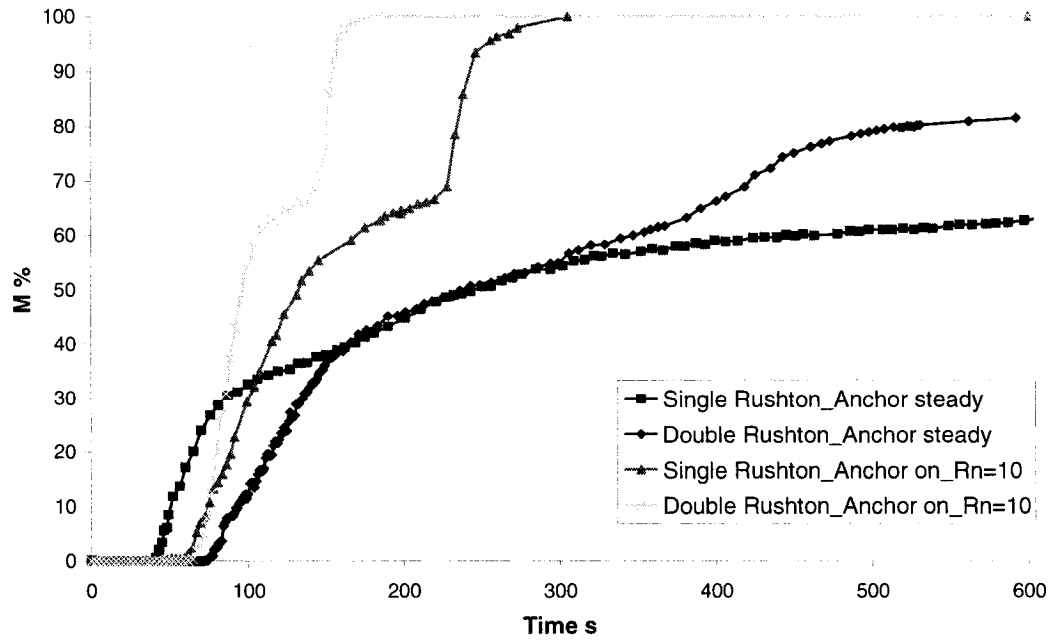


Figure 4-13 – Mixing curves of the co-rotating mode with two turbines

It can be noticed that the presence of this second turbine improves significantly the co-rotating mode in comparison with the single turbine configuration.

Figure 4-14 shows the mixing curves obtained for the counter-rotating mode.

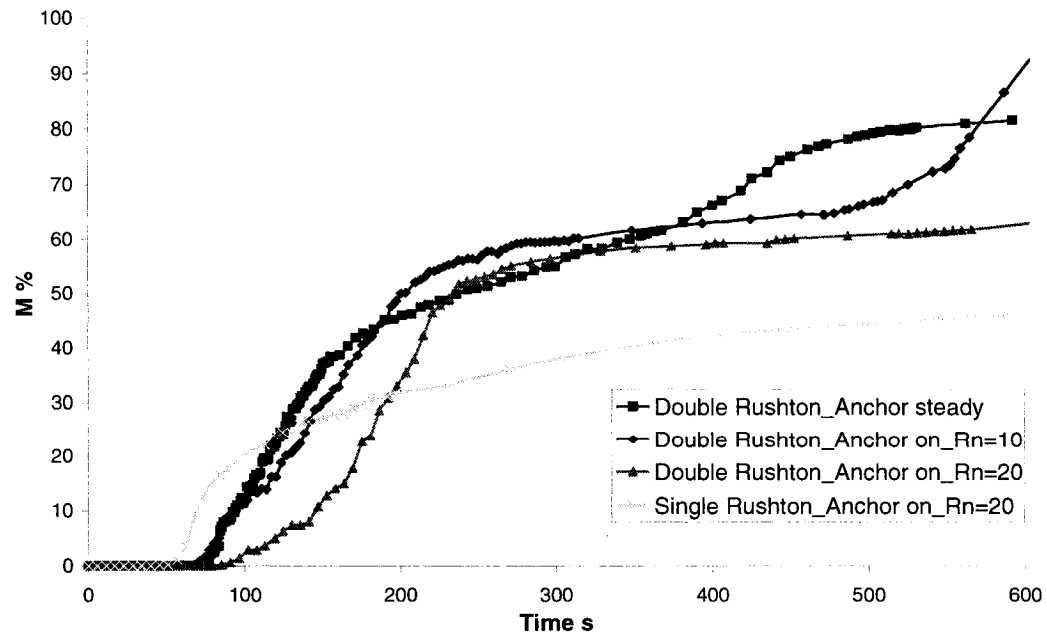


Figure 4-14 – Mixing curves of the counter-rotating mode with two turbines

This mode is also improved but is still worse than the co-rotating one or the Rushton turbine alone. One interesting point is to notice that contrary to the case where there is only one turbine, a low R_n (high speed of the anchor) achieves a better mixing.

4.4.5 Extension to Non-Newtonian fluids

Finally experiments were carried out using Non-Newtonian fluids. $Re_{Turbine}$, calculated using the Metzner and Otto concept, was set equal to 20.

For shear-thinning fluids, a high shear region means a low viscosity area. When the Rushton turbine is running alone, the area close to the impeller (where the shear rate is higher) will be thus well mixed while the rest of the vessel will take longer to mix. A good mixing for shear-thinning fluids will be consequently achieved if the homogenisation is realised with an uniform shearing in the whole vessel. In this case, the anchor seems a good candidate to enhance mixing.

Results for the co-rotating mode are reported on Figure 4-15.

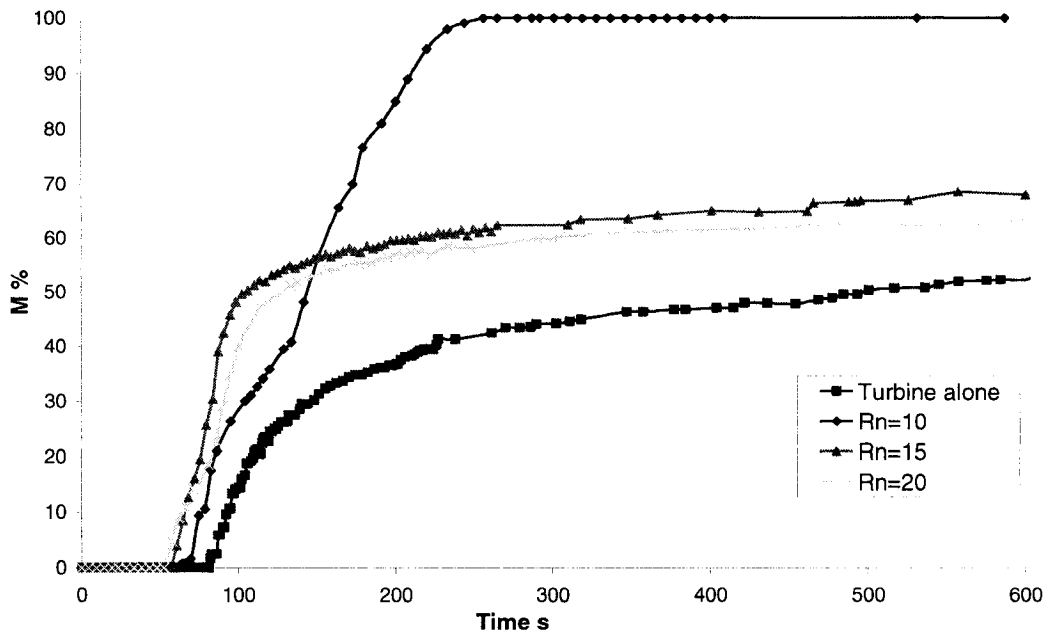


Figure 4-15 – Mixing curves of the co-rotating mode for different speed ratios *Rn* for Non-Newtonian fluids

The same trend is observed than with Newtonian fluids. In this mode, the configuration where the speed ratio R_n is lower seems to be the best. Indeed, in this case, the shearing is reduced and the pumping effect is enhanced with the speed of the anchor.

In the counter-rotating mode, as seen for Newtonian fluids, a lot of shear is created, especially in the area close to the high speed turbine. The best configuration, as expected, is obtained when the anchor is running at lower speed, leading to a higher R_n (Figure 4-16).

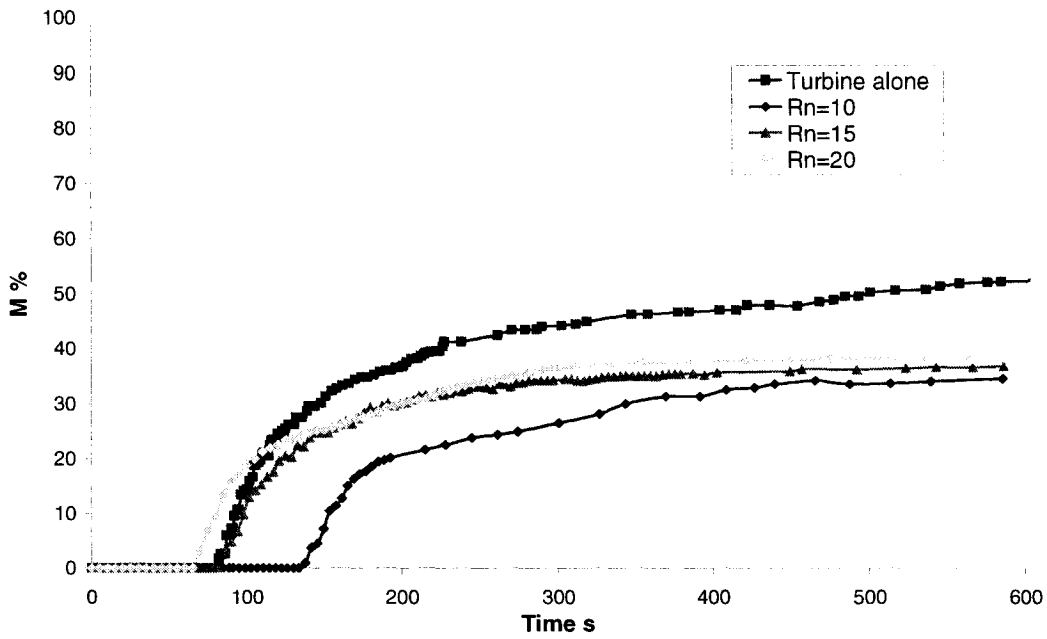


Figure 4-16 – Mixing curves of the counter-rotating mode for different speed ratios *Rn* for Non-Newtonian fluids

4.5 Summary and conclusions

The objective was to characterize viscous flow profiles in a coaxial mixer for Newtonian and Non-Newtonian fluids. The effect of the rotational mode of the anchor on segregated zones and compartmentalization phenomenon was studied experimentally.
In all the configurations studied, the co-rotating mode remains the best option in comparison with the counter-rotating mode, except for breaking stable segregated zones already present in the tank. It was proved experimentally that the co-rotating mode is better to promote a good axial circulation in the tank, while the counter-rotating mode is better to generate shear. It was found also that a second turbine adds to the efficiency of the co-rotating mode. Finally, new ways of operating the agitators, like switching on the anchor after the turbine or changing the direction of rotation, were successfully tested.

4.6 Acknowledgments

The support of NSERC and the members of the Consortium 'Innovative non-Newtonian Mixing Technologies' is gratefully acknowledged.

CHAPITRE 5 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Il a été prouvé expérimentalement que, pour le mode co-rotatif, le débit de pompage global dans la cuve était amélioré, ce qui permet une meilleure circulation axiale dans la cuve agitée et ainsi de réduire le phénomène de compartimentation de l'écoulement.

Ces résultats vont dans le sens de l'étude numérique menée par Rivera et al. (2006).

Il a également été montré que le mode contra-rotatif introduisait plus de cisaillement dans la cuve agitée, d'où le fait qu'il soit meilleur pour détruire les zones ségrégées.

L'ajout d'une seconde turbine sur l'axe central améliore encore l'efficacité du mode co-rotatif par rapport à la turbine seule ou au mode contra-rotatif. Le débit de pompage est en effet dans ce cas amélioré.

Enfin de nouveaux protocoles ont été suggérés pour bénéficier au maximum des différents effets mentionnés précédemment lors d'une opération de mélange.

Le protocole idéal consiste dans un premier temps à démarrer uniquement la turbine centrale (afin que l'échantillon à mélanger soit pompé le plus efficacement possible depuis la surface libre sans qu'il y ait gêne de l'ancre), puis à démarrer l'ancre en mode co-rotatif (pour réaliser une bonne homogénéisation axiale afin de prévenir le phénomène de compartimentation) et enfin à changer la direction de l'ancre en mode contra-rotatif (afin de cisailler efficacement les zones non mélangées éventuelles qui pourraient subsister dans la cuve agitée).

CHAPITRE 6 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Les profils d'écoulement visqueux dans un mélangeur coaxial ont été caractérisés pour des fluides newtoniens et non newtoniens. L'objectif était d'analyser les pathologies de mélange dans un système coaxial. Afin d'étudier l'effet de l'ancre sur les zones ségrégées et le phénomène de compartimentation en régime laminaire, une réaction rapide acido basique couplée à un traitement d'analyse d'image a été utilisée pour la visualisation. Les résultats obtenus, évoqués au chapitre précédent, sont très utiles d'un point de vue industriel. Une prolongation de ces travaux expérimentaux serait de paramétriser et de modéliser numériquement les phénomènes observés.

Dans la continuité de ces travaux et en suivant l'approche suggérée par Alvarez et al. (2002) et Cabaret et al. (2006) (consistant à introduire de l'asymétrie dans la cuve agitée afin de générer plus de chaos en régime laminaire), il serait également intéressant d'étudier le même système où l'axe central aurait été décentré.

Cela va d'ailleurs dans le sens des réalités industrielles, le mélangeur coaxial posant en effet un problème majeur dans l'industrie : il nécessite pour sa mise en œuvre de modifier l'ensemble du système d'agitation (mise en place d'un axe avec deux arbres de transmission concentriques). Le fait de décentrer la turbine dispersive réduirait considérablement le coût d'implantation du mélangeur.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AIBA S. (1958). Flow patterns of liquids in agitated vessels. AIChE Journal, 4, 485-489.

ALVAREZ M.M. (2000) Using spatio-temporal asymmetry to enhance mixing in chaotic flows : from maps to stirred tanks, Ph.D. Thesis, Rutgers university.

ALVAREZ M.M., ZALC J.M., SHINBROT T., ARRATIA P.E., MUZZIO F.J. (2002). Mechanisms of mixing and creation of structure in laminar stirred tanks. AIChE Journal, 48, 2135-2148.

ALVAREZ M.M., GUZMAN A., ELIAS M. (2005). Experimental visualization of mixing pathologies in laminar stirred tank bioreactors. Chemical Engineering Science, 60, 2449-2457.

ARRATIA P.E., LACOMBE J., SHINBROT T., MUZZIO F. (2004). Segregated regions in continuous laminar stirred tank reactors. Chemical Engineering Science, 59 (7), 1481–1490.

ASCANIO G., BRITO-BAZAN M., BRITO-DE LA FUENTE E., CARREAU P.J., TANGUY P.A. (2002). Unconventional configuration studies to improve mixing times in stirred tanks. Canadian Journal of Chemical Engineering, 80, 558-565.

CABARET F., FRADETTE L., TANGUY P.A. (2006a). Characterization of macro-mixing kinetics using advanced image analysis. Proceedings of the 12th European Conference on Mixing, Bologna, Italy, 27-30 June 2006.

CABARET F., RIVERA C., FRADETTE L., HENICHE M., TANGUY P.A. (2006b). Performance of a dual shaft mixing system in viscous Newtonian liquids mixing.

Proceedings of the 12th European Conference on Mixing, Bologna, Italy, 27-30 June 2006.

DESOUZA A., PIKE R.W. (1972). Fluid dynamics and flow patterns in stirred tanks with a turbine impeller. Canadian Journal of Chemical Engineering, 50, 15-23.

ELIAS C.B., RAJIV B.D., MILIND S.P., JYESHTHARAJ B.J., RAGHUNATH A.M. (1995). Turbulent shear stress-effect on mammalian cell culture and measurement using laser Doppler anemometer. Chemical Engineering Science, 50(15), 2431–2440.

FOUCAULT S., ASCANIO G., TANGUY P.A. (2004). Coaxial Mixer Hydrodynamics with Newtonian and non-Newtonian Fluids. Chemical Engineering and Technology, 27(3), 324-329.

FOUCAULT S., ASCANIO G., TANGUY P.A. (2005). Power Characteristics in Coaxial Mixing: Newtonian and Non-Newtonian Fluids. Industrial and Engineering Chemistry Research, 44, 5036-5043.

FOUCAULT S., ASCANIO G., TANGUY P.A. (2006). Mixing times in coaxial mixers with Newtonian and non-Newtonian fluids. Industrial and Engineering Chemistry Research, 45 (1), 352-359.

FOX E.A., GEX V.E. (1956). Single-phase blending of liquids. AIChE Journal, 2(4), 539-544.

FRANJIONE J.G., LEONG C.W., OTTINO J.M. (1989). Symmetries within chaos: a route to effective mixing. Physics of Fluids, AI, 1772-1783.

GALINDO E., NIENOW A.W. (1992). Mixing of Highly Viscous Simulated Xanthan Fermentation Broths with the Lightnin A-315 Impeller. Biotechnol. Prog., 8, 233-239

HARVEY A.D., WOOD S.P., LENG D.E. (1997). Experimental and computational study of multiple impellers flows. Chemical Engineering Science, 52, 1479-1491.

KÖHLER S., HEMMERLE W. (2003). Analysis of the power characteristic of a coaxial agitator with varied diameter and speed ratio of inner and outer mixing device. Proceedings of the 11th European Conference on Mixing, Bamberg, Germany, VDI-Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen (VDI GVC), Berlin, 14-17.

LAMBERTO D.J., MUZZIO F.J., SWANSON P.D., TONKOVICH A.L. (1996). Using time-dependent RPM to enhance mixing in stirred vessels. Chemical Engineering Science, 51, 733-741.

LIU M., MUZZIO F.J., PESKIN R.L. (1994a). Quantification of mixing in aperiodic chaoctic flows. Chaos, Solitons, and Fractals, 4, 869.

LIU M., MUZZIO F.J., PESKIN R.L. (1994b). Effects of manifolds and corner singularities on stretching in chaotic cavity flows. Chaos, Solitons, and Fractals, 4, 2145.

NIKOLAI T.J., HU W.S. (1992). Cultivation of mammalian cells on macroporous microcarriers. Enzyme and Microbial Technology, 14 (3), 203–208.

NORWOOD K.W., METZNER A.B. (1960). Flow patterns and mixing rates in agitated vessels. AIChE Journal, 6, 432-437.

RICE A.W., TOOR H.L., MANNING F.S. (1964). Scale of mixing in a stirred vessel. AIChE Journal, 10, 125-129.

RICE M., HALL J., PAPADAKIS G., YIANNESKIS M. (2006). Investigation of laminar flow in a stirred vessel at low Reynolds numbers. Chemical Engineering Science, 61, 2762–2770.

RIVERA C., FOUCAULT S., HENICHE M., ESPINOSA-SOLARES T., TANGUY P.A. (2006). Mixing analysis in a coaxial mixer. Chemical Engineering Science, 61(9), 2895-2907.

RUDOLPH L., SCHAEFER M., ATIEMO-OBENG V., KRAUME M. (2006). Mixing of high viscosity fluids: experimental and numerical explorations of co-axial mixers. Proceedings of the 12th European Conference on Mixing, Bologna, Italy, 27-30 June 2006.

SOLOMON J., ELSON T.P., NIENOW A.W., PACE G.W. (1981). Cavern sizes in agitated fluids with a yield stress. Chemical Engineering Communications, 11, 143-164.

SZALAI E.S., ARRATIA P., JOHNSON K., MUZZIO F.J. (2004). Mixing analysis in a tank stirred with Ekato Intermig impellers. Chemical Engineering Science, 59, 3793-3805.

TANGUY P.A., THIBAULT F., BRITO DE LA FUENTE E., ESPINOSA-SOLARES T., TECANTE A. (1997). Mixing performance induced by coaxial flat blade-helical ribbon impellers rotating at different speeds. Chemical Engineering Science, 52(11), 1733-1741.

TATTERSON G.B. (1991). Fluid mixing and gas dispersion in agitated tanks. New York: McGraw-Hill, Inc.

THIBAULT F. (1999). Analyse du procédé de mélange solide-liqude: application à la préparation des sauces de couchage du papier. Ph.D. Thesis, Ecole Polytechnique of Montreal.

THIBAULT F., TANGUY P.A. (2002). Power Draw Analysis of a coaxial mixer with Newtonian and non-Newtonian fluids in the laminar regime. Chemical Engineering Science, 57, 3861-3872.

ZALC J.M., ALVAREZ M.M., MUZZIO F.J., ARIK B.E. (2001). Extensive validation of computed laminar flow in a stirred tank with three rushton turbines. AIChE Journal, 47, 2144-2154.

ANNEXES

ANNEXE A - FLUIDES NEWTONIENS ET NON NEWTONIENS

Tous les fluides homogènes pour lesquels la dissipation d'énergie est due aux collisions de petites espèces moléculaires ont un comportement newtonien. C'est le cas des gaz, des liquides et des solutions de molécules de faible poids moléculaire (Foucault, 2004). Ces fluides sont caractérisés par une prédominance des forces hydrodynamiques comparées aux forces colloïdales (Thibault, 1999). Ainsi, les fluides newtoniens ont une viscosité constante indépendamment du taux de cisaillement.
Il est utile de définir les termes suivants : contrainte de cisaillement, déformation et taux de cisaillement.

- La contrainte de cisaillement, notée τ, est la grandeur dynamique fondamentale en rhéologie. Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, deux couches au contact l'une de l'autre se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre. Il apparaît à l'interface de ces deux couches des forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche, appelées force de cisaillement (Figure A-1 d'après Foucault, 2004).

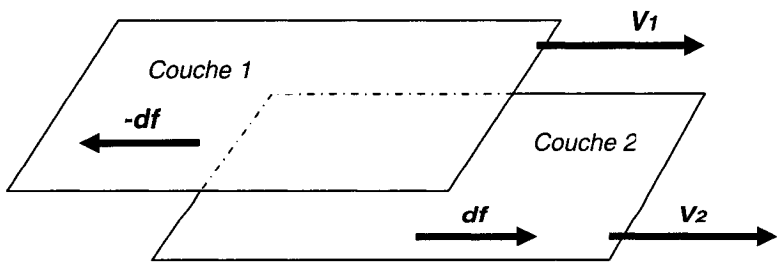


Figure A-1 – Forces de cisaillement agissant sur deux couches de fluide voisines

On suppose que la couche (1) est animée d'une vitesse V_1 supérieure à la vitesse V_2 de la couche (2).

La couche (1) exerce alors sur la couche (2) une force de cisaillement df parallèle au mouvement du fluide et tendant à accélérer la couche (2). La couche (2) exerce pour sa part sur la couche (1) une force de cisaillement $-df$ tendant à la freiner.

On définit ainsi la contrainte de cisaillement (par unité de surface) :

$$\tau = \frac{df_{cisaillement}}{dS} \qquad \text{(A-1)}$$

Elle représente une force par unité de surface et s'exprime en Newton/m^2 (plus communément en Pascal). Notons que dS est la surface élémentaire considérée.

- Déformation et vitesse de cisaillement sont les deux grandeurs cinématiques fondamentales en rhéologie. La définition de la déformation de cisaillement est présentée dans le cas particulier d'un mouvement de cisaillement présentant une symétrie plane. Le matériau est cisaillé entre deux plans parallèles, l'un mobile et l'autre immobile (Figure A-2).

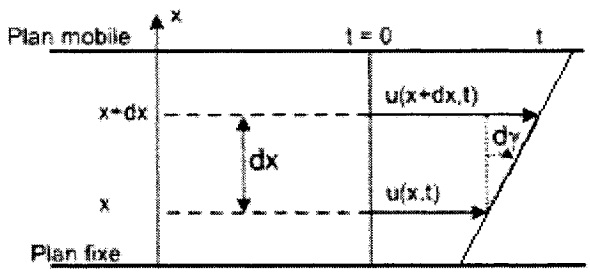


Figure A-2 – Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles

On considère arbitrairement que les particules de matière de deux couches adjacentes se trouvent à l'instant $t=0$ dans une section droite. A l'instant t, les particules auront

parcouru la distance $u(x,t)$ pour la particule située à la position x et $u(x+dx,t)$ pour la particule située à la position $x+dx$.

La déformation de cisaillement est définie par :

$$\gamma = \frac{du(x,t)}{dx} \tag{A-2}$$

L'expression de la vitesse de cisaillement est donnée par :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \tag{A-3}$$

où $\dot{\gamma}$ est en s^{-1}.

La détermination de la contrainte de cisaillement et de la déformation permet de définir l'équation rhéologique d'état du matériau :

$$\dot{\gamma} = f(\tau) \tag{A-4}$$

Les rhéogrammes sont les courbes traduisant graphiquement l'équation rhéologique d'état du matériau. La représentation la plus courante consiste à exprimer la variation de la contrainte de cisaillement avec celle de la vitesse de cisaillement (Figure A-3).

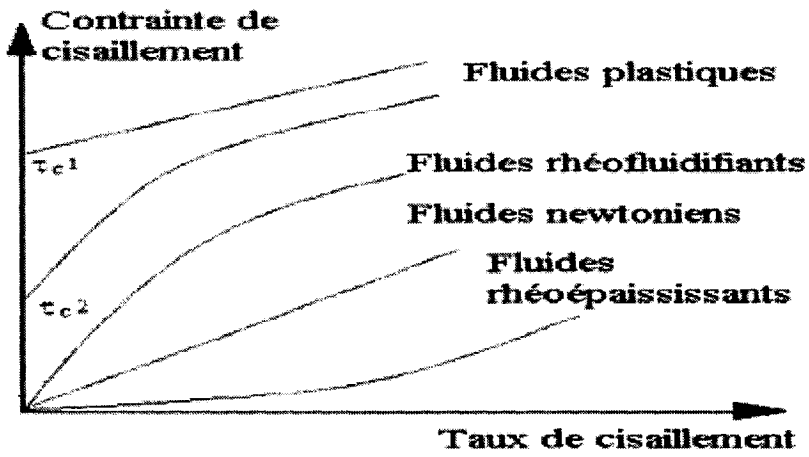


Figure A-3 – Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides avec ou sans contrainte critique

Typologie de l'écoulement

Dans le cas des fluides newtoniens, vitesse de cisaillement et contrainte de cisaillement sont reliées par une loi linéaire. La pente de la droite alors obtenue en traçant le rhéogramme est la viscosité du fluide. Tous les fluides homogènes pour lesquels la dissipation d'énergie est due aux collisions d'espèces moléculaires relativement petites ont un comportement newtonien (gaz, liquides usuels et solutions de molécules de faible poids moléculaire).

Par contre la majorité des fluides présente toutefois des comportements non newtoniens qui font appel à l'utilisation de modèles rhéologiques plus complexes pour décrire leur comportement en écoulement.

Fluides sans contrainte critique

On distingue deux grandes catégories de fluides sans contrainte critique :

- les fluides rhéofluidifiants, aussi appelés pseudo plastiques. La particularité de ces fluides est que leur viscosité diminue avec le taux de cisaillement. Le fluide utilisé dans le cadre de ce projet (CMC) est un fluide rhéofluidifiant. De nombreux fluides pseudo plastiques existent : ciments, colles, certaines peintures, etc..
- les fluides rhéoépaississants, aussi appelés dilatants. La particularité de ces fluides est qu'au contraire leur viscosité augmente avec le taux de cisaillement. Cette catégorie de fluide est plus rare. Il s'agit souvent de suspensions à forte teneur en matière solide (concentrations volumiques supérieures à 50 %).

Plusieurs lois rhéologiques existent pour décrire le comportement de tels fluides mais le modèle le plus utilisé est la loi d'Ostwald-De Waele aussi appelée loi de puissance.
Dans ce modèle, la viscosité des fluides sans contrainte critique s'exprime par :

$$\tau = m\gamma^n \qquad \text{(A-5)}$$

où τ est la contrainte de cisaillement, m l'indice de consistance du fluide et n l'indice de la loi de puissance.

- Quand $0 < n \leq 1$, le fluide a un comportement rhéofluidifiant.
- Quand $n > 1$, le fluide a un comportement rhéoépaississant.

Fluides avec contrainte critique

Cette catégorie de fluide est aussi communément désignée par l'appellation fluide plastique. Il s'agit de fluides ne s'écoulant pas avant qu'il leur soit appliqué une contrainte de cisaillement minimale.