

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

DÉTERMINATION DE LA VISCOSITÉ EN LIGNE
DES SAUCES DE COUCHAGE DU PAPIER

ALFA CLAUDIA ARZATE-LÓPEZ
DÉPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE CHIMIQUE)
FÉVRIER 1999



**National Library
of Canada**

**Acquisitions and
Bibliographic Services**

**395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada**

**Bibliothèque nationale
du Canada**

**Acquisitions et
services bibliographiques**

**395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada**

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

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

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

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

0-612-42894-X

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

DÉTERMINATION DE LA VISCOSITÉ EN LIGNE
DES SAUCES DE COUCHAGE DU PAPIER

présenté par: ARZATE-LÓPEZ Alfa Claudia

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

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

M. PERRIER Michel, Ph.D., président

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

M. GUY Christophe, Ph.D., membre

À mon cher Olivier

À mes parents

À ma fille, Manon

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier tout particulièrement le Professeur Philippe A. Tanguy, titulaire de la chaire CRSNG/PAPRICAN-URPEI, pour l'opportunité qu'il m'a donnée d'effectuer ma maîtrise au Québec, pour sa confiance, pour son support scientifique remarquable et pour son appui financier.

Je souhaite aussi remercier Madame L. Patricia Martínez Padilla pour m'avoir initiée à la recherche, pour ses conseils précieux et pour tous ses encouragements tout au long de mes études, ainsi que l'Université Nationale Autonome du Mexique pour son support financier au début de ma formation scientifique.

Je voudrais également remercier Monsieur Olivier Réglat qui par ses conseils, sa disponibilité et son amitié a pris part aux résultats de ce mémoire.

J'adresse également mes remerciements à tous les membres de l'URPEI, de l'École Polytechnique. Je remercie en particulier Monsieur François Bertrand pour son aide au niveau théorique, Monsieur Richard Labrie pour son support informatique et Madame Nathalie Tourangeau pour ses services efficaces.

RÉSUMÉ

Dans le procédé de couchage du papier, la qualité de la sauce de couchage appliquée sur le papier influe sur les propriétés du produit final. La formulation des sauces de couchage est principalement basée sur un mélange de pigments minéraux et liants, ce qui la rend très complexe. Ainsi, la qualité de ces fluides dépend de plusieurs propriétés physiques, telles que la masse volumique, le pH, la teneur en matière solide, la viscosité Dans un contexte industriel, il est important de contrôler ces propriétés physiques afin de les maintenir constantes.

Une option viable pour contrôler la qualité de ces fluides en ligne consiste à mesurer les propriétés rhéologiques et leur évolution en utilisant un viscosimètre en ligne. De ce fait, l'objectif de ce travail est de développer et tester le principe de mesure des propriétés rhéologiques d'un fluide de type loi de puissance dans un système intégré dans le procédé.

Ce viscosimètre est basé sur le Concept de Metzner et Otto (1957) qui nous permet de faire la relation entre le cisaillement effectif et la perte de charge. Notre méthode repose en particulier sur l'établissement des constants K_p et K_s .

En pratique, deux mélangeurs statiques sont introduits dans le tube servant au transfert de la sauce de couchage et on mesure la perte de charge dans chaque mélangeur. À partir de ces mesures, on peut évaluer la viscosité en ligne. Notre méthode comprend principalement les deux étapes suivantes :

- ♦ l'étalonnage du système et l'analyse de sensibilité.
- ♦ la mesure de la perte de charge et le calcul de la viscosité en ligne pour des fluides rhéofluidifiants et pour des fluides modèles de sauce de couchage.

Des fluides newtoniens de différentes viscosités ont été utilisés pour l'étalonnage et pour déterminer la sensibilité de l'appareil. Les résultats ont été assez satisfaisants, le calcul de la viscosité a été fait avec 17% d'incertitude. Par ailleurs, pour les fluides modèles de sauces de couchage on a identifié des phénomènes liés à la teneur en matière solide qui engendrent des perturbations sur les mesures de perte de charge.

ABSTRACT

In paper coating process, the quality control of coating fluids is an important issue that influences end-product properties. Coating fluid composition is very complex. Quality control depends on several physical properties such as density, pH, solids concentration, viscosity, etc. In an industrial context, the control of these physical properties is important.

One option to control in-line the quality of coating colors consists of measuring its rheological properties and its evolution. The aim of this work is to develop and test a method that allows the determination and monitoring of the viscosity of coating colors in the coating transport line.

Our in-line viscometer is based on an extension of the Metzner-Otto concept widely used in mechanical agitation which enables to relate the effective shear rate to the pressure drop. More specifically, our method lays on the determination of constants K_p and K_s .

From a practical standpoint, two static mixers are inserted in the coating transport pipe and the pressure drop across each mixer is measured. From this, in-line viscosity can be calculated.

Our testing methodology is composed of two steps:

- ◆ system calibration and sensitivity analysis,
- ◆ pressure drop measurement and viscosity calculation (shear thinning fluids and coating model fluids).

Newtonian fluids of different viscosities have been used for calibration purpose and to establish the sensitivity of the apparatus. Results are satisfying: 17% of uncertainty on the results for the viscosity calculated. Moreover coating model fluids revealed phenomena linked to solids content. These phenomena originate some disturbances on the pressure drop measurement.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
DÉDICACE	iv
REMERCIEMENTS	v
RÉSUMÉ	vi
ABSTRACT	viii
TABLE DES MATIÈRES	x
LISTE DES TABLEAUX	xiii
LISTE DE FIGURES	xvi
LISTE DE SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xx
 INTRODUCTION	 1
 CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS	 3
I.1 Procédé de couchage du papier	3
I.1.1 Définition du couchage	3
I.1.2 Types de procédé	5
I.2 Sauces de couchage	13
I.2.1 Définition des sauces de couchage	13
I.2.2 Fonction des ingrédients principaux	13
I.2.3 Formulations typiques	17
I.2.4 Propriétés physiques des sauces de couchage	21
I.3 Mélangeurs statiques	22
I.3.1 Définition des mélangeurs statiques	22

I.3.2 Fonctionnement du mélangeur statique	22
I.3.3 Types de mélangeurs statiques	23
I.3.4 Calcul de la perte de charge dans un mélangeur statique	26
I.4 Objectif général	29
 CHAPITRE II : REVUE DE LA LITTÉRATURE	 30
II.1 Rhéologie des suspensions	30
II.1.1 Définition des suspensions	32
II.1.2 Comportement rhéologique des suspensions	32
II.1.3 Expressions pour définir la viscosité relative des suspensions	33
II.1.4 Facteurs influençant le comportement rhéologique	37
II.2 Comportement rhéologique des sauces de couchage	41
II.3 Mesure de la viscosité en ligne	48
II.3.1 Définition de la viscosité en ligne	48
II.3.2 Equipement existant pour mesurer la viscosité en ligne	49
II.4 Agitation	55
II.4.1 Principes de base	55
II.4.2 Application à la rhéometrie	59
II.5 Problématique et objectifs spécifiques	59
 CHAPITRE III : DÉMARCHE SCIENTIFIQUE	 62
III.1 Démarche analytique	64
III.2 Démarche expérimentale	70
III.2.1 Montage et mesures	70
III.2.2 Étalonnage du système de mesure de la perte de charge	83
III.2.3 Obtention des paramètres rhéologiques en ligne	84

CHAPITRE IV: ANALYSE DE RÉSULTATS	86
IV.1 Étalonnage du système de mesure	86
IV.1.1 Caractérisation de la pompe	86
IV.1.2 Capteurs de pression différentiels	88
IV.1.3 Élément de mesure	91
IV.2 Étalonnage du système de mesure dans le tube vide	95
IV.2.1 Fluides newtoniens	95
IV.2.2 Fluides non newtoniens	98
IV.3 Mesure de la perte de charge avec les mélangeurs statiques	101
IV.3.1 Fluide de référence	101
IV.3.2 Fluides rhéofluidifiants	103
IV.4 Détermination des paramètres rhéologiques	108
IV.4.1 Calcul de K_p et $K_{p(n)}$	108
IV.4.2 Calcul de K_s	113
IV.4.3 Calcul des paramètres rhéologiques	118
IV.5 Application au cas des fluides modèles de sauce de couchage	121
IV.5.1 Mesure de la perte de charge	121
IV.5.2 Calcul des propriétés rhéologiques	122
 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	 124
 RÉFÉRENCES	 126

LISTE DE TABLEAUX

	Page
CHAPITRE I	
Tableau 1.1 : Caractéristiques de la coucheuse à barre rotative et de la coucheuse à lame	12
Tableau 1.2 : Formulations typiques des sauces de couchage (Casey, 1985) ..	18
Tableau 1.3 : Formulations typiques des sauces de couchage (Loomer, 1970)	19
Tableau 1.4 : Formulations des sauces de couchage (Booth et al., 1997)	20
Tableau 1.5 : Teneur en matière solide et viscosité d'une sauce de couchage classique (Booth et al., 1997)	21
CHAPITRE III	
Tableau 3.1 : Caractéristiques des capteurs de pression différentiels	71
Tableau 3.2 : Caractéristiques des mélangeurs statiques	74
Tableau 3.3 : Formulations employées pour la préparation des fluides étudiés	77
Tableau 3.4 : Propriétés physiques des fluides étudiés	78
CHAPITRE IV	
Tableau 4.1 : Comparaison entre le débit mesuré et le débit calculé (fluides newtoniens et rhéofluidifiants)	87
Tableau 4.2 : Facteur d'étalonnage des capteurs de pression différentiels	89
Tableau 4.3 : Incertitude sur les mesures d'étalonnage des capteurs de pression	91
Tableau 4.4 : Comparaison de la perte de charge pour le PEG 18%	92

Tableau 4.5 : Incertitude sur les mesures de la perte de charge (fluides newtoniens)	94
Tableau 4.6 : Comparaison de la perte de charge mesurée et calculée pour PEG 14%	95
Tableau 4.7 : Différence entre la perte de charge calculée et mesurée (fluides newtoniens)	97
Tableau 4.8 : Comparaison de la perte de charge mesurée et calculée pour XTN 0,5%	98
Tableau 4.9 : Différence entre la perte de charge calculée et mesurée (fluides rhéofluidifiants)	100
Tableau 4.10 : Incertitude sur les mesures de la perte de charge (fluides rhéofluidifiants)	100
Tableau 4.11 : Perte de charge dans les mélangeurs statiques pour le fluide de référence	101
Tableau 4.12 : Relation entre le facteur de friction et le nombre de Reynolds pour le fluide de référence	103
Tableau 4.13 : Valeur de K_f pour le fluide de référence	103
Tableau 4.14 : Perte de charge dans les mélangeurs statiques pour XTN 0,5%	104
Tableau 4.15 : Incertitude sur les mesures de la perte de charge dans les mélangeurs statiques pour les fluides rhéofluidifiants	105
Tableau 4.16 : Relation entre le facteur de friction et le nombre de Reynolds pour les fluides rhéofluidifiants	106
Tableau 4.17 : Valeurs de α pour les fluides considérés	107
Tableau 4.18 : Valeur de K_f pour les fluides rhéofluidifiants	107

Tableau 4.19 : Valeur de K_p et $K_{p(n)}$	109
Tableau 4.20 : Valeur de K_p et $K_{p(n)}$ obtenus à partir de l'analyse d'erreur	112
Tableau 4.21 : Incertitude sur K_p et $K_{p(n)}$ (fluides newtoniens et rhéofluidifiants)	112
Tableau 4.22 : Analyse de variance pour K_s (MS-01)	113
Tableau 4.23 : Analyse de variance pour K_s (MS-02)	114
Tableau 4.24 : Valeur de K_s pour les mélangeurs statiques	116
Tableau 4.25 : Comparaison des valeurs de n et k à $6 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$	118
Tableau 4.26 : Valeurs de $\dot{\gamma}_{\text{apparente}}$ calculées à partir des valeurs de K_s	119
Tableau 4.27 : Valeurs de $\eta_{\text{procédé}}$ obtenues à partir de la méthode à $49,6 \text{ s}^{-1}$..	119
Tableau 4.28 : Pertes de charge des fluides modèles de sauces de couchage	122
Tableau 4.29 : Propriétés rhéologiques des fluides modèles de sauces de couchage	123
Tableau 4.30 : Viscosité en ligne des fluides modèles de sauces de couchage ..	123

LISTE DE FIGURES

	Page
 CHAPITRE I	
Figure 1.1 : Coupe transversale d'un papier couché (Smook, 1992)	4
Figure 1.2 : Système de préparation des sauces de couchage en " <i>semi-batch</i> " (Booth, 1997)	8
Figure 1.3 : Système de préparation des sauces de couchage en continu (Bublitz et Hershey, 1993)	9
Figure 1.4 : Coucheuse à barre rotative (d'après Réglat, 1997)	10
Figure 1.5 : Coucheuse à lame (d'après Réglat, 1997)	11
Figure 1.6 : Mélangeur statique ROSS ISG	24
Figure 1.7 : Mélangeur statique ROSS LPD	25
Figure 1.8 : Mélangeur statique Kenics	25
Figure 1.9 : Mélangeur statique Sulzer SMV et SMX	26
Figure 1.10: Coefficient de résistance de l'élément mélangeur SULZER en fonction du nombre de Reynolds (Tauscher et Schütz, 1973)	28
 CHAPITRE II	
Figure 2.1 : Courbe de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement d'une sauce de couchage	42
Figure 2.2 : Viscosimètre à cylindre concentrique en ligne (Macosko, 1994) ..	50

Figure 2.3 : Viscosimètre à cylindre concentrique en ligne pour polymères fondus (Macosko, 1994)	50
Figure 2.4 : Viscosimètres capillaires en ligne pour polymères fondus (Macosko, 1994)	51
Figure 2.5 : Rhéomètre à fente en ligne avec recirculation (Macosko, 1994) ...	51
Figure 2.6 : Installation d'un viscosimètre commercial dans une cuve	54
Figure 2.7 : Montage en ligne d'un viscosimètre commercial	54
Figure 2.8 : Courbe de puissance pour un fluide newtonien	56
Figure 2.9 : Obtention de la viscosité de procédé	57

CHAPITRE III

Figure 3.1 : Schéma de la démarche scientifique	63
Figure 3.2 : Étalonnage du fabricant	71
Figure 3.3 : Système d'écoulement	72
Figure 3.4 : Système de mesure de la perte de charge	73
Figure 3.5 : Mélangeurs statiques	75
Figure 3.6 : Graphique viscosité apparente - vitesse de cisaillement	79
Figure 3.7 : Schéma de l'obtention des paramètres rhéologiques en ligne	85

CHAPITRE IV

Figure 4.1 : Étalonnage de la pompe	88
Figure 4.2 : Courbe d'étalonnage pour les capteurs de pression (paire #1)	90
Figure 4.3 : Courbe d'étalonnage pour les capteurs de pression (paire #2)	90
Figure 4.4 : Mesures de la perte de charge pour le CP-01 (fluides newtoniens)	93

Figure 4.5 : Mesures de la perte de charge pour le CP-02 (fluides newtoniens)	93
Figure 4.6 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-01 (fluides newtoniens)	96
Figure 4.7 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-02 (fluides newtoniens)	96
Figure 4.8 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-01 (fluides newtoniens et $L/D=50$)	97
Figure 4.9 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-01 (fluides rhéofluidifiants)	99
Figure 4.10 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-02 (fluides rhéofluidifiants)	99
Figure 4.11 : Perte de charge avec le fluide de référence	102
Figure 4.12 : Facteur de friction (fluides newtoniens)	102
Figure 4.13 : Perte de charge avec les fluides rhéofluidifiants	105
Figure 4.14 : Facteur de friction (fluides rhéofluidifiants)	106
Figure 4.15 : Courbe de puissance pour les fluides newtoniens	108
Figure 4.16 : Courbe de puissance pour les fluides rhéofluidifiants	109
Figure 4.17 : Intervalle des valeurs de K_p pour les fluides newtoniens (PEG 14%)	111
Figure 4.18 : Intervalle des valeurs de $K_{p(n)}$ pour les fluides rhéofluidifiants (XTN 0,7%)	111
Figure 4.19 : Évolution de K_s en fonction du débit et n (MS-01)	114
Figure 4.20 : Évolution de K_s en fonction du débit et n (MS-02)	115
Figure 4.21 : Intervalle des valeurs de K_s pour le MS-01	117

Figure 4.22 : Intervalle des valeurs de K_s pour le MS-02	117
Figure 4.23 : Pertes de charge des fluides modèles de sauce de couchage	122

LISTE DE SIGLES ET ABRÉVIATIONS

SYMBOLE	DESCRIPTION	UNITÉ
a	accélération	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$
A	section transversale d'écoulement	m^2
A	facteur en fonction du nombre de Reynolds (équation 1.2)	[—]
b	constante de l'équation (1.5)	[—]
B	facteur en fonction du nombre de Reynolds (équation 1.3)	[—]
c	constante de l'équation (1.5)	[—]
d	diamètre des particules	m
D	diamètre du tube	m
f	facteur de friction	[—]
F	forces	N
F_v	forces visqueuses	N
F_p	forces de pression	N
k	indice de consistance	$\text{Pa} \cdot \text{s}^n$
K_f	facteur de résistance à l'écoulement	[—]
K_{OL}	paramètre spécifique du mélangeur statique	Pa
K'_{OL}	paramètre spécifique du mélangeur statique	Pa
K_{OT}	paramètre spécifique du mélangeur statique	Pa
K_p	constante de géométrie de l'équation (2.13) pour un fluide newtonien	[—]

$K_{p(n)}$	constante de géométrie de l'équation (2.19) pour un fluide rhéofluidifiant	[—]
K_s	constante de géométrie de l'équation (2.12)	[—]
L	longueur	m
m	masse	kg
n	indice de comportement	[—]
N	vitesse de rotation	s^{-1}
P	puissance	Watt
P_c	puissance consommée	Watt
P_i	puissance liée aux forces d'inertie	Watt
P	perte de charge dans les mélangeurs statiques	Pa
q	constante de l'équation (2.4)	[—]
Q	débit	$m^3 \cdot s^{-1}$
v	volume	m^3
V	vitesse moyenne d'écoulement	$m \cdot s^{-1}$
Z	rapport entre perte de charge dans le mélangeur statique et la perte de charge dans le tube vide	[—]

NOMBRES ADIMENSIONNELS :

SYMBOLE	DESCRIPTION
N_p	nombre de puissance
Re	nombre de Reynolds

SYMBOLS GRECS :

SYMBOLE	DESCRIPTION	UNITÉ
ΔP	perte de charge	Pa
Φ	concentration volumique (fraction)	[—]
Φ_f	compacité des structures (fraction)	[—]
Φ_m	fraction d'empilement (équation 2.4)	[—]
$\dot{\gamma}$	vitesse de cisaillement	s^{-1}
$\dot{\gamma}_e$	vitesse de cisaillement effective	s^{-1}
η	viscosité apparente	Pa·s
η_e	viscosité de procédé	Pa·s
μ	viscosité dynamique	Pa·s
ρ	masse volumique	$kg \cdot m^3$
τ	contrainte	Pa

INDICES :

SYMBOLE	DESCRIPTION
d	donnée
m	mesurée
eff	effective
i	valeur inférieure
s	valeur supérieure
L	phase liquide

LP	loi puissance
max	maximal
n	non newtonien
MS	mélangeur statique
p	particules
r	relative
R	procédé
ss	suspension
TV	tube vide
x	direction
y	direction

INTRODUCTION

À l'heure actuelle, l'industrie chimique est présente dans toutes les facettes de la vie quotidienne. Le génie chimique fait appel à une très large gamme de procédés qui interviennent dans la fabrication de plusieurs produits tant domestiques qu'industriels. Dans ce domaine sont inclus tous les procédés qui permettent de transformer une matière première, par exemple la séparation, l'évaporation, le séchage, le mélange, ...

De même, le contrôle efficace de qualité des matières qui interviennent dans ces procédés est très important car il assure les caractéristiques requises pour les produits finaux. Dans l'industrie chimique, pour faire ce contrôle, la connaissance des propriétés physiques telles que : masse volumique, pH, teneur en matière solide, propriétés rhéologiques, etc. sont indispensables.

De nos jours, on distingue différents modes de contrôle de qualité selon le type de procédé : en temps différé, en semi-continu et en continu. Ce dernier est très important puisqu'il permet de faire le contrôle directement sur la ligne de procédé.

La technologie du demain pour la préparation de suspensions fortement concentrées comme les sauces de couchage dans l'industrie papetière sera basée sur des procédés entièrement continus. Le contrôle de qualité des fluides en ligne sera un plus, il pourra être fait moyennant la connaissance et le suivi des propriétés rhéologiques. Dans ce cas, une viscosité en ligne connue permettra d'avoir une idée de la qualité de la préparation, comme l'incorporation des pigments et l'efficacité du mélange, opérations qui influencent

les propriétés rhéologiques de la sauce de couchage et, par conséquent, sur le procédé de couchage lui-même.

Par ailleurs, la présence de solides (0,1 à 5 mμ) dans la sauce de couchage qui confèrent une structure finement poreuse à la surface du papier fini, ne permettent pas d'utiliser avec satisfaction les viscosimètres conventionnels en ligne en raison des phénomènes de sédimentation. C'est pourquoi le développement d'un appareil permettant de mesurer les propriétés rhéologiques en ligne dans ces conditions sera un outil de grande utilité dans ce domaine. Un tel appareil devra mesurer la viscosité et son évolution, sans altération due au phénomène de sédimentation.

Le concept de Metzner et Otto est utilisé de façon courante en agitation mécanique. Il est ici démontré que ce concept peut être appliqué avec des mélangeurs statiques pour mesurer les propriétés rhéologiques du fluide en écoulement. Ce concept permet de faire la relation entre le taux de cisaillement effectif et la perte de charge pour développer une procédure analytique. Au niveau expérimental, nous avons installé deux mélangeurs statiques dans le tuyau qui conduit la sauce de couchage de la pompe vers la coucheuse, pour mesurer la perte de charge dans chaque mélangeur dans les conditions réelles d'écoulement. À partir de ces mesures, on peut évaluer la viscosité en ligne et, de plus assurer un mélange simultané pour éviter la sédimentation.

Dans ce mémoire sont présentés l'installation et la procédure de calcul, ainsi que les résultats expérimentaux obtenus. Cette étude comprend l'étalonnage du système de mesure et l'analyse de sensibilité, les mesures de la perte de charge et le calcul de la viscosité en ligne pour des fluides rhéofluidifiants homogènes ainsi que pour quelques fluides modèles de sauces de couchage.

CHAPITRE I

GÉNÉRALITÉS

Cette première partie décrit le contexte de notre étude, par une analyse de l'information reliée à la détermination de la viscosité en ligne des sauces de couchage du papier. Tout d'abord les généralités du procédé de couchage du papier et des sauces de couchage permettent de bien identifier certains des besoins de l'industrie papetière et de décrire le fluide à l'étude. De plus, après avoir décrit le principe de fonctionnement des mélangeurs statiques, nous verrons comment on peut l'utiliser pour résoudre le problème posé.

I.1 Procédé de couchage du papier.

I.1.1 Définition du couchage.

Le couchage du papier consiste à déposer une mince couche d'un fluide (sauce de couchage) sur la surface du papier. Ce fluide est composé d'un mélange aqueux de pigments et liants dont le but est de conférer certaines propriétés supplémentaires à la feuille de papier, telles que : son apparence (le satiné, la blancheur et l'opacité), ses qualités d'impression (la porosité, le lissé, la réceptivité à l'encre), sa résistance mécanique (la résistance au déchirement et à la traction), ses propriétés optiques (le brillant, le lustre et l'élimination du peluchage), etc.

Avant même que l'opération de couchage ne commence, un certain nombre de facteurs doit être considérée : les propriétés initiales de la feuille; la composition, la viscosité et l'épaisseur de la couche; les interactions entre le fluide et la trame; la vitesse de production et finalement le standard requis de qualité de la couche mince.

L'objectif principal du couchage du papier est de fournir à l'imprimeur une feuille présentant une surface d'impression de qualité supérieure (lisse et semi-absorbante). Un bon lissage est obtenu par recouvrement des fibres à la surface du papier et par le remplissage des cavités qui se trouvent entre ces fibres (Figure 1.1).

Les papiers couchés sont principalement utilisés pour élaborer des brochures publicitaires, des magazines, des catalogues, des étiquettes, etc. Les papiers couchés sont donc fabriqués en fonction des besoins des procédés d'impression suivants : typographie ordinaire, typographie à l'encre thermoséchante, lithographie, offset, héliogravure, etc.

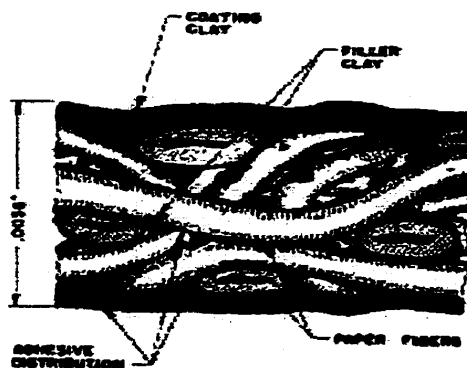


Figure 1.1 : Coupe transversale d'un papier couché (Smook, 1992).

I.1.2 Types de procédé.

Il existe plusieurs types de procédé pour traiter la surface du papier : les coucheuses à brosses, les coucheuses à rouleaux, les coucheuses à couteaux d'air, les coucheuses à lame et les coucheuses à barre rotative avec rouleau applicateur ou faible temps de résidence. Le nom du procédé est attribué en fonction des différents types d'applicateurs employés dans l'opération de couchage.

En général, deux étapes sont impliquées dans le procédé du couchage, la préparation de la sauce de couchage et son application.

a) Étape de préparation.

Le but de cette étape est d'obtenir une sauce de couchage homogène en mélangeant correctement les ingrédients de la formulation. La méthode choisie pour l'élaboration des sauces de couchage est très importante car elle détermine la qualité du mélange principalement entre le pigment et le liant et de fait les propriétés finales du papier couché.

La solution de liant est normalement préparée séparément et refroidie avant d'être ajoutée à la suspension du pigment; dans le cas d'amidons, de meilleurs résultats sont obtenus si la solution est ajoutée à la suspension de pigments alors qu'elle est chaude, ou encore si l'on effectue la cuisson de l'amidon avec la dispersion du pigment.

Le mélange mécanique des ingrédients de la sauce de couchage dans un homogénéisateur est le meilleur moyen pour assurer un contact intime entre le liant et les pigments. De cette façon le mélange atteint l'équilibre plus rapidement.

Les sauces de couchage doivent être préparées avec la plus grande précision parce que la bonne marche du procédé, couchage et séchage, ainsi que la qualité du produit fini en dépendent fortement.

Les temps de mélange et les conditions opératoires dépendent de la formulation de la sauce de couchage et du type de papier à produire. Il existe trois méthodes pour faire la préparation des sauces de couchage, la préparation en " *batch* " (traitement en lots ou en temps différé), la préparation en " *semi-batch* " et la préparation en continu (fabrication de la sauce au fur et à mesure de l'application).

- Préparation en temps différé.

Ce type de préparation est recommandé pour les industries qui produisent des petites quantités de papier et qui changent souvent leurs formulations, ou qui travaillent avec des formulations à haut contenu en solides. La sauce de couchage est alimentée de façon discontinue dans une cuisine de couchage. Les principaux inconvénients de cette méthode sont les dépenses d'énergie, la maintenance, la main-d'oeuvre, entre autres. Le temps d'élaboration devient très important pour des productions de papier élevées.

♦ Préparation en " *semi-batch* ".

Au départ, la préparation de la sauce de couchage est un procédé en temps différé jusqu'au réservoir de préparation, et à partir du réservoir de transformation de l'amidon, le procédé devient continu (voir Figure 1.2).

♦ Préparation en continu.

Ce type de préparation est utilisé dans les coucheuses de grande taille. Ce traitement est une option récente qui permet de faire la préparation des sauces de couchage et le couchage en continu. Elle comprend une série de pompes doseuses qui acheminent les matières premières vers le mélangeur qui alimente la machine. Dans ce cas, le procédé est automatique et les ajouts des produits chimiques sont établies en fonction des consignes programmées dans l'ordinateur de contrôle (voir Figure 1.3).

Ce procédé est recommandé, aussi bien, pour des productions simples que complexes et permet de produire des sauces de couchage de qualité uniforme (propriétés contrôlées : teneur en matière solide, pH, masse volumique ...) selon les spécifications du papier. L'ordre d'incorporation des ingrédients dépend de la compatibilité physico-chimique des divers composants.

En général, la vitesse de production des sauces de couchage est proche de la vitesse du procédé du couchage (vitesse de la coucheuse); c'est pourquoi les accessoires suivants devraient être installés dans la zone de production et de transport (Bublitz et Hershey, 1993) :

- Un contrôleur programmable équipé d'un système de détection de failles dans le procédé d'élaboration.
- Une alarme.

- Un système de mesure fiable pour assurer que les matières premières soient ajoutées selon les propriétés désirées.
- Un système pour contrôler la viscosité en ligne, car cette propriété en général est mesurée par échantillonnage en laboratoire.
- Des instruments pour mesurer les niveaux, la pression, la masse volumique et le débit, principalement.
- Un système de nettoyage " *in situ* ".

Notons qu'à l'heure actuelle la mesure de la viscosité en ligne des sauces de couchage est peu pratiquée car elle est jugée peu fiable avec les moyennes actuels (Wiener, 1993).

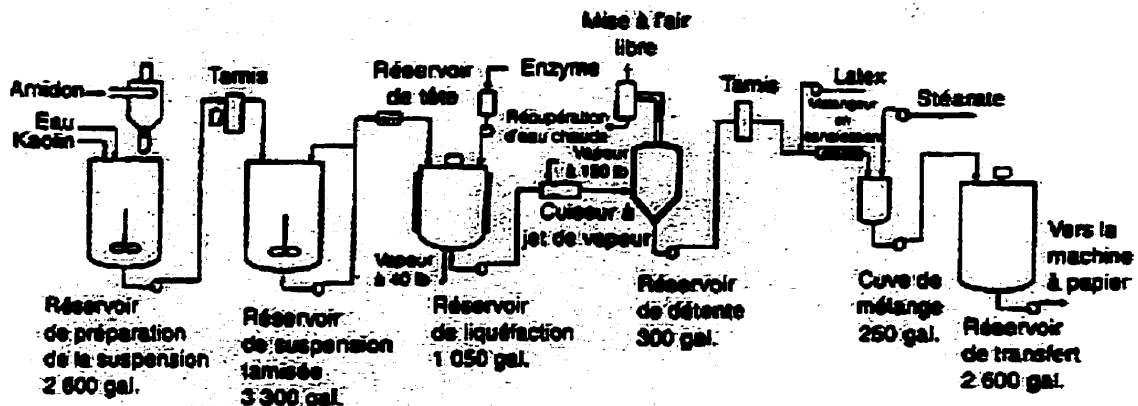


Figure 1.2 : Système de préparation des sauces de couchage en " *semi-batch* "

(Booth et al., 1997).

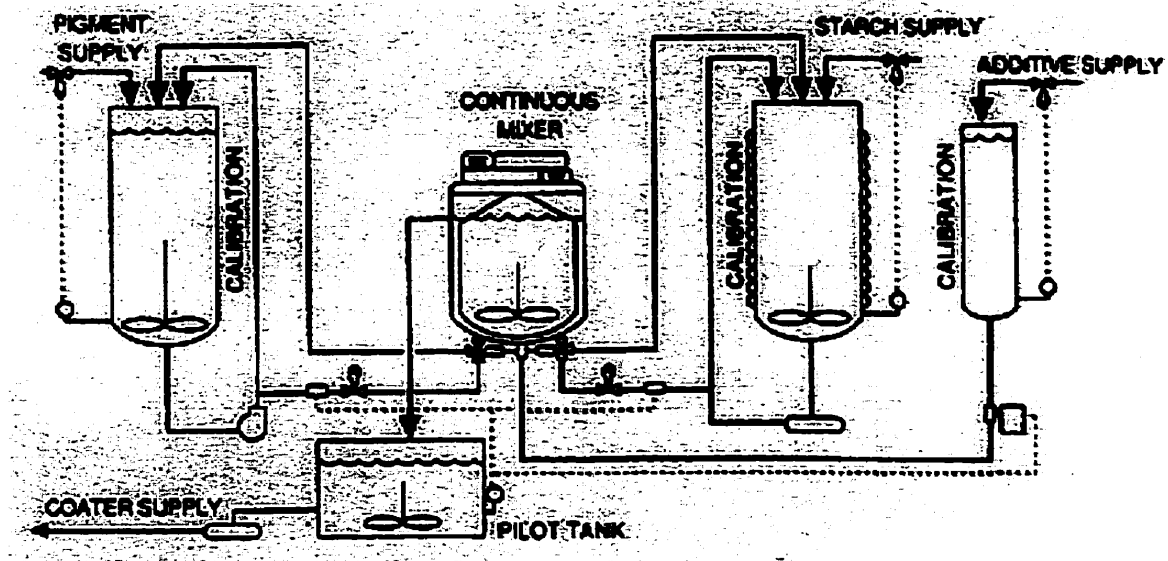


Figure 1.3 : Système de préparation des sauces de couchage en continu
(Bublitz et Hershey, 1993).

b) Étape d'application.

Cette étape comprend le dosage et l'application de la couche de sauce de couchage sur la surface du papier. Il existe principalement deux types de procédés : le procédé avec applicateur à rouleau de transfert et le procédé avec applicateur à contact direct sur le papier. La différence entre ces deux procédés réside dans la façon de déposer la couche sur le papier et dans la pression appliquée sur la trame de papier, qui dépend directement de l'applicateur utilisé.

Nous présentons au Tableau 1.1 les caractéristiques des deux procédés les plus courants actuellement : la coucheuse à barre rotative (Figure 1.4) et la coucheuse à lame (Figure 1.5).

♦ Applicateur à rouleaux de transfert.

Dans cet applicateur la feuille passe entre deux rouleaux, un rouleau de transfert recouvert d'un film de sauce de couchage et un contre-rouleau (Figure 1.4). L'application et le

dosage ne sont pas simultanés : le dosage est d'abord effectué sur le rouleau de transfert, après quoi la couche est appliquée à la surface du papier. Le dosage peut se faire par trempage dans un bain de sauce de couchage (quand le couchage se fait à une vitesse inférieure à 300 m/min) ou en utilisant une lame, une barre, un rouleau doseur ... Cet applicateur impose un niveau de contraintes relativement faible sur le papier, puisque le dosage s'effectue en amont de la feuille.

♦ **Applicateur à contact direct.**

La feuille passe ici entre un rouleau (contre-rouleau) et un applicateur qui effectue simultanément l'application et le dosage sur la surface du papier (Figure 1.5). Le niveau de contraintes associé à cette opération est élevé dû au cisaillement direct de la sauce sur le papier.

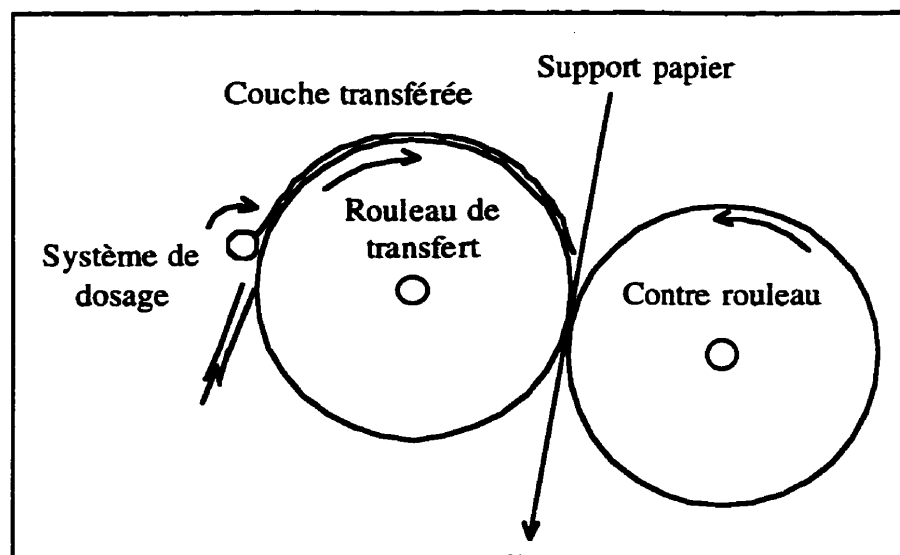


Figure 1.4 : Coucheuse à barre rotative (d'après Réglat, 1997).

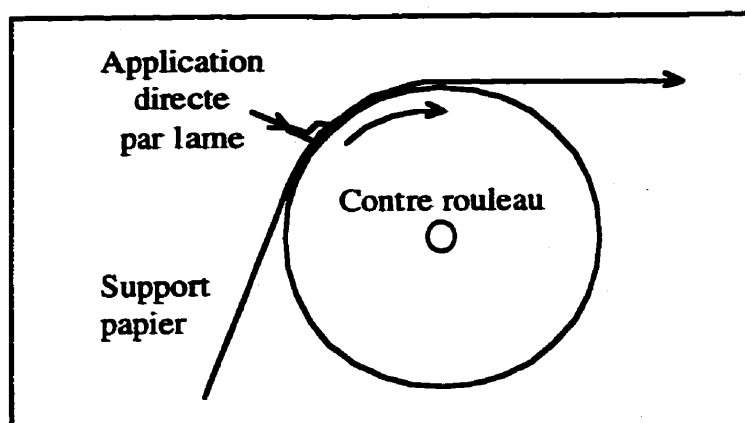


Figure 1.5 : Coucheuse à lame (d'après Réglat, 1997).

Tableau 1.1 : Caractéristiques de la coucheuse à barre rotative et de la coucheuse à lame.

CARACTÉRISTIQUE	COUCHEUSE À BARRE ROTATIVE	COUCHEUSE À LAME
APPLICATION	film transféré à la trame du papier	film formé directement sur la trame de papier
DOSAGE	sur le rouleau de transfert	simultané avec l'application
APPLICATEUR	rouleau de transfert	chambre à l'amont de la lame
DOSEUR	barre rotative	lame
SUPPORT	qualité standard (pâte mécanique ou chimique) flexible	papier très exigeant (pâte chimique) bonne résistance mécanique
CONTRAINTES	faibles	élevées
SOLIDES	haut ($\leq 70\%$)	solides limités ($\leq 60\%$)
POIDS DE COUCHE	4 à 30 g/m ²	2 à 8 g/m ²
VITESSE	1500 m/min	1500 m/min
PAPIER À PRODUIRE	pour livres, magazines, etc.	pour livres, magazines, etc.
QUALITÉ FINALE	bon recouvrement	bon lissé

I.2 Sauces de couchage.

I.2.1 Définition des sauces de couchage.

Une sauce de couchage est un mélange aqueux de pigments, de liants et d'additifs fonctionnels qui peut compter jusqu'à une quinzaine d'ingrédients.

I.2.2 Fonction des ingrédients principaux.

a) Les pigments.

Le rôle principal des pigments est d'améliorer la blancheur, l'opacité, le satiné et la porosité afin d'assurer une absorption plus uniforme de l'encre. De nos jours, les deux principaux pigments couramment utilisés sont le kaolin (argile blanche) et le carbonate de calcium (de 20 à 80% du mélange de pigments). D'autres pigments comme le dioxyde de titane et l'alumine hydratée peuvent être utilisés pour des applications particulières. Ils ne représentent pas plus de 20% du mélange. On utilise parfois du satin blanc, des silicates et des pigments synthétiques.

b) Les liants.

Les liants sont employés pour assurer la cohésion des particules de pigment dans la couche. Ils améliorent sensiblement les propriétés au déchirement et à la traction, et réduisent également le peluchage dans les papiers offset et les papiers couchés.

Ils peuvent être naturels ou synthétiques. Dans les liants naturels utilisés aujourd'hui, l'amidon modifié est le plus important (extrait de céréales ou fécule extraite de pommes de terre), suivi de la protéine de soja et de la caséine. Dans les liants synthétiques, on

peut trouver le latex de styrène-butadiène (le plus commun), le latex d'acétate de polyvinyle, le latex d'acrylate ou encore l'alcool polyvinylique.

Il est important souligner que l'ajout de liants peut augmenter de façon importante la viscosité des sauces de couchage.

L'étude de l'amylose isolée et de l'amylopectine isolée, montre que les molécules longues et linéaires donnent un très bon pouvoir d'adhésion et donc augmentent sensiblement les propriétés mécaniques du papier (Smook, 1992). L'amidon gonflé possède beaucoup de groupes hydroxyles libres. C'est un excellent agent de liaison entre les fibres dans le papier. Il agit par multiplication des points de contact.

La protéine de soja est souvent utilisée dans le couchage du carton. Ce liant a une très basse thermoplasticité (c'est-à-dire une très basse malléabilité à la chaleur).

c) Les additifs.

Il existe de très nombreux additifs qui peuvent être utilisés dans les sauces de couchage, à savoir : les dispersants, les modificateurs de viscosité, les lubrifiants, les co-liants, les bactéricides, les agents contrôleurs du pH, les agents répulsifs, les agents brillants, les colorants et les antimousses. D'autres produits tels les agents antistatiques, les polymères conductifs, les floculants cationiques, les antioxydants et les agents plastifiants peuvent également être présents.

◆ Dispersants.

Tel que leur nom l'indique, ces produits sont utilisés pour disperser les pigments ou pour les maintenir à l'état dispersé. Certains dispersants sont organiques (polyacrylate

de sodium), d'autres inorganiques (polyphosphate de tétra-sodium ou hexaméta phosphate de sodium).

♦ Modificateurs de viscosité.

Ils sont très utilisés dans les systèmes avec liants synthétiques pour le contrôle de la viscosité et la fixation de l'eau. Dans ce groupe, on peut trouver la Carboxyméthyl cellulose (CMC), l'hydroxyéthyl cellulose (HEC), l'alginate de sodium, l'amidon à haute viscosité, etc.

♦ Lubrifiants.

Ils sont utilisés pour réduire l'entraînement de poussières dans les rouleaux des calandres. Le plus commun est probablement le stéarate de calcium; cependant il en existe d'autres, comme les émulsions de polyéthylène, le stéarate d'ammoniac, le polyéthylène glycol, les huiles sulfatées, les acides gras, etc.

♦ Co-liants.

Ils sont souvent utilisés dans les sauces qui contiennent de l'amidon et dans les sauces offset qui contiennent des protéines, où la résistance de la trame à la friction est importante. Parmi les plus utilisés, on peut trouver l'amide condensée, le carbonate de sel d'ammoniac de zirconium, les solutions tampon ou les résines modifiées de glyoxal.

♦ Bactéricides.

Ils sont ajoutés en partie humide pour combattre le développement de certains micro-organismes (bactéries) qui se développent dans la pâte et qui peuvent diminuer la

résistance du papier, encrasser la machine ou la tuyauterie. Les plus communs sont les aldéhydes et les composants organo-sulfureux.

♦ Agents contrôleurs du pH.

Il existe de nombreux agents contrôleurs du pH, mais les plus communs aujourd'hui sont l'hydroxyde d'ammoniac et l'hydroxyde de sodium. Ils sont utilisés pour garder un niveau de pH qui permet la stabilisation de la sauce de couchage et l'interaction avec le papier.

♦ Agents répulsifs.

Ils sont généralement utilisés pour éviter que le papier adhère aux rouleaux des calandres. On peut trouver les composants du silicone, les complexes de chrome et quelques substances chimiques fluorescentes.

♦ Agents brillants.

Ils fonctionnent selon le principe de fluorescence et font en sorte que la surface du papier soit très blanche à l'œil humain. On peut trouver les dérivés de stilbène, les dérivés de benzophénone et le dibutyldithio carbamate.

♦ Colorants.

Ils sont utilisés dans pratiquement tous les papiers pour leur donner la nuance désirée. Ils peuvent être organiques (jaune Hansa, orange Hansa, jaune benzidine, etc) et inorganiques (jaune chrome, roux cadmium, bleu prussien, orange molybdène, etc).

♦ Antimousses.

Ils sont employés en partie humide pour éliminer les bulles d'air dans le papier qui produisent des trous d'épingle. De plus ils améliorent la formation et la surface du papier. Ils peuvent être solubles ou insolubles, du type non ionique et mélanges d'alcools.

1.2.3 Formulations typiques.

Il est difficile de sélectionner une formulation de sauce de couchage qui soit d'application générale, puisque la méthode de couchage et les propriétés finales du papier couché définissent les proportions de chaque ingrédient.

La teneur optimale des solides dans une sauce de couchage est fixée pour le type de procédé de couchage, c'est-à-dire une même qualité de papier couché peut avoir des formules légèrement différentes lorsqu'elle est fabriquée sur deux machines distinctes. De plus, il est très difficile d'établir une formule type, car la technologie en évolution constante, fait appel à des propriétés rhéologiques différentes et influe également sur les propriétés optiques et de résistance.

Le liant et le pigment constituent la partie principale des formulations : le pigment représente 75 à 90% (du poids des ingrédients secs) et le liant représente 10 à 25%. La quantité d'eau varie de 10 à 25% et la teneur en matière solide de 30 à 70% (Clark et Sutermeister, 1953; Casey, 1985; Anderson et Huber, 1993).

Nous présentons aux Tableaux 1.2 et 1.3 quelques formulations tirées des ouvrages de Loomer (1970) et de Casey (1985).

Tableau 1.2 : Formulations typiques des sauces de couchage (Casey, 1985).

PAPIER INGRÉDIENT	LIVRES	MAGAZINES		FEUILLE ÉMAILLÉ	LIVRES
PIGMENT (parts) a. Argile b. CaCO ₃ c. Satin blanc	100	80 20	75 25	80 20	100
LIANT (parts) a. Amidon oxydé b. AD c. ATE d. α-protéine e. Caséine	20	25	18	15	15
DISPERSANT (parts) a. HMP-S b. Savon c. PP-S	0,3 0,2	0,3 0,2	0,3	0,1	0,2 0,2
SOLIDES (%)	45	42	38	45	55

Les abréviations du Tableau 1.2 correspondent aux ingrédients : amidon dextrinisé (AD), amidon transformé enzymatiquement (ATE), hexamétaphosphate de sodium (HMP-S) et pyrophosphate de sodium (PP-S).

Tableau 1.3 : Formulations typiques des sauces de couchage (Loomer, 1970).

PAPIER INGRÉDIENT	IMPRIMERIE (Formulation base)	GRAVURE (Formulation base)	OFFSET (*)	AUTRES (*)
PIGMENT (kg) a. Argile b. CaCO ₃	453,60	385,56 68,04		
LIANT (kg) a. Amidon (A) b. Amidon oxydé ou hydroxyéthylaté c. A éthylaté	90,72 à 136,08	90,72 à 136,08	81,65 ou 68,04	
ADDITIF (kg) a. Dispersant b. Stéarate de calcium c. Latex (solides secs) d. Protéine e. Polyvinyle alcool.	1,36 4,54	4,54	22,68 ou 68,04	45,36 45,36 68,04

(*) Formulations contenant une composition de base plus les ingrédients mentionnés.

Nous présentons aux Tableaux 1.4a, 1.4b et 1.4c différentes formulations des sauces de couchage pour une coucheuse à lame. La formulation est exprimée en fonction du nombre de parties en poids de l'extrait sec des éléments constitutifs. Notons comment la teneur en matières solides varie selon le type de papier couché désiré.

Tableau 1.4 : Formulations de sauces de couchage (Booth et al., 1997).

a) Sauce de couchage à teneur de matières solides courante.	
Kaolin	94
Carbonate de calcium broyé fin	6
Latex SBR	14
Protéine de soja	2,5
Insolubilisant	0,04
Stéarate de calcium (lubrifiant)	1
Matières solides : 58-61%	

b) Sauce de couchage à teneur de matières solides élevée.	
Kaolin	20
Kaolin délaminé	40
Carbonate de calcium broyé fin	30
Kaolin calciné	5
Dioxyde de titane	5
Latex SBR	13,5
CMC (faible viscosité)	0,4
Stéarate de calcium (lubrifiant)	1
Matières solides : 65-68%	

c) Sauce de couchage pour papier offset.	
Kaolin No. 1	30
Kaolin No. 2	65
Dyoxide de titane	5
Latex SBR	8
Protéine	9
Hexaméthylènetétramine (insolubilisant de protéine)	14
Lubrifiant	2
Matières solides : 37%	

I.2.4 Propriétés physiques des sauces de couchage.

Au Tableau 1.5 nous résumons brièvement le lien entre deux propriétés physiques des plus importantes de la sauce de couchage, à savoir la viscosité (Pa.s) et la teneur en matière solide (%).

Tableau 1.5 : Teneur en matière solide et viscosité d'une sauce de couchage classique
(Booth et al., 1997).

MÉTHODE DE COUCHAGE	MATIÈRES SOLIDES (%)	μ (Pa.s) Brookfield (à 20 tr/min)	μ (Pa.s) Herculès (à 4000 s⁻¹)
Lame d'air ou barre	35 - 45	0,025-0,5	trop fluide
Rouleaux	50 - 55	0,5-1,0	0,07-0,125
Lame traînante	50 - 60	1,0-10	0,05-0,4
Court temps de séjour et forte teneur en matières solides	68 - 73	3,0-18	hors plage

I.3 Mélangeurs statiques.

Nous présentons l'information reliée aux mélangeurs statiques dans le but de comprendre leur fonctionnement et d'identifier en quoi ils peuvent être utiles pour mesurer la viscosité des fluides décrits précédemment dans le procédé de couchage.

I.3.1 Définition des mélangeurs statiques.

Un mélangeur statique est un dispositif composé d'un ou plusieurs éléments fixes de forme diverse inséré dans un tube d'écoulement. Par exemple, en utilisant un simple tube vide courbé en tant que mélangeur statique, les effets de turbulence permettent d'obtenir dans certains cas des mélanges de fort bonne qualité. L'insertion d'obstacles à l'écoulement comme des chicanes, des sections de rétrécissement, ou des buses latérales améliorent l'efficacité. Ces dispositifs représentent une nouvelle génération d'appareils de mélange qui ont fait leur apparition sur le marché dans les années soixante (Oldshue, 1983; Pahl et Muschelknautz, 1982).

Dans ce qui suit, nous décrivons le fonctionnement et les types de mélangeurs statiques qui se trouvent sur le marché, ainsi que le calcul de leur perte de charge.

I.3.2 Fonctionnement du mélangeur statique.

Le mélangeur statique ne comprend aucune partie mobile comme son nom l'indique. Des éléments de guidage sont installés les uns à la suite des autres dans un tube d'écoulement et produisent l'effet de mélange désiré. Ils divisent l'écoulement en courants partiels qui sont continuellement rassemblés, séparés et de nouveau regroupés selon la géométrie du mélangeur jusqu'à ce qu'un mélange satisfaisant soit obtenu à la sortie. La croissance du nombre de ces courants obéit à une loi de progression géométrique. Les formes des éléments de mélange peuvent être des disques, des chicanes, des trous, des plaques ...

L'écoulement résultant permet d'obtenir une répartition spatiale uniforme des composants. L'énergie nécessaire au mélange est fournie par le dispositif d'écoulement (pompe). Un mélangeur statique peut être adapté à n'importe quelle installation existante, fonctionnant en continu ou en semi-continu.

Les matériaux utilisés dans la fabrication des mélangeurs statiques sont très variés : acier inoxydable, " *hastelloy* ", monel, titane, tantale, polypropylène, PVC, PTFE ... Ils sont fixés dans des tubes munis de brides, de flasques ou soudés, adaptés aux pressions de service des installations dans lesquelles ils sont incorporés. Ils sont placés immédiatement après le point de rencontre des composants à mélanger.

I.3.3 Types de mélangeurs statiques.

Il existe environ 35 modèles de mélangeurs statiques actuellement disponibles sur le marché (Mustakis et al., 1986) et une centaine de brevets (Cybulski et Werner, 1986) ont été déposés. La forme, les profils d'écoulement générés et le fonctionnement des mélangeurs diffèrent grandement selon la géométrie des éléments de mélange.

Un grand nombre de critères techniques sont utilisés pour déterminer le meilleur système pour une application donnée. Les facteurs qui influent sur la sélection englobent le degré de mélange requis, la perte de charge provoquée par le mélangeur, le diamètre, la longueur, la vitesse de cisaillement, la distribution des temps de résidence et le transfert de chaleur. D'après l'ouvrage d'Oldshue (1983), la majorité des mélangeurs peuvent donc être divisés en deux classes :

a) Les appareils qui provoquent un effet de mélange par cisaillement rotatif (rotation produite dans un tube). Dans ce cas les mélangeurs statiques sont relativement longs et caractérisés par de faibles pertes de charge.

b) Les appareils qui provoquent un effet de mélange par cisaillement élongationnel (étirement du fluide). Ils sont courts et créent une perte de charge élevée.

La plupart des mélangeurs statiques commercialisés sont fabriqués par CHEMINEER, ROSS et SULZER (ou KOCH-GLITSCH en Amérique du Nord). Dans ce qui suit, nous présentons une petite description de chacun de ces mélangeurs statiques (Pahl et Muschelknautz, 1982; Oldshue, 1983; Williams, 1984).

a) Mélangeur statique ROSS ISG (Interfacial Surface Generator).

La géométrie particulière des extrémités forme une chambre de mélange tétraédrique à la jonction de deux éléments. L'écoulement traverse chaque élément pour rejoindre la chambre de mélange suivante à travers quatre canaux. Ces canaux forment un angle et de ce fait, le fluide près de la paroi du tube est dévié et ressort pratiquement au centre de l'élément suivant et ainsi de suite (Figure 1.6).



Figure 1.6 : Mélangeur statique ROSS ISG.

b) Mélangeur statique ROSS LPD (Low Pressure Drop).

Chaque élément est composé de deux diaphragmes semi-elliptiques (ou demi-lunes) se croisant au centre avec un angle de 45° ou 60° par rapport à l'axe de l'écoulement (Figure 1.7).



Figure 1.7 : Mélangeur statique ROSS LPD.

c) Mélangeur statique KENICS de CHEMINEER.

Il comprend une série alternée d'éléments hélicoïdaux à gauche et à droite, décalés de 90° , fixés longitudinalement dans une enveloppe tubulaire (Figure 1.8).



Figure 1.8 : Mélangeur statique Kenics.

d) Mélangeurs statiques KOCH-SULZER.

Cette firme propose le mélangeur SMV et le mélangeur SMX (Figure 1.9) pour des conditions d'écoulement turbulent et laminaire, respectivement. En général, le mélangeur statique Sulzer se compose de plusieurs éléments disposés les uns derrière les autres et décalés de 90° . Chaque élément est constitué d'un ensemble de plaques gaufrées, superposées de manière à former une multitude de canaux ouverts croisés.

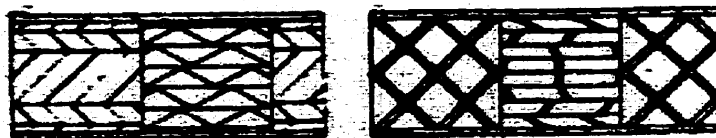


Figure 1.9 : Mélangeurs statiques Sulzer SMV et SMX.

I.3.4 Calcul de la perte de charge dans un mélangeur statique.

La perte de charge est une fonction du débit, de la masse volumique, de la viscosité, du diamètre et de la longueur du mélangeur statique. En général, les équations pour calculer la perte de charge dans le mélangeur statique dépendent du régime d'écoulement, lequel est divisé en deux catégories : laminaire et turbulent. Certains fabricants définissent le seuil de laminarité par $Re \leq 500$, et d'autres par $Re \leq 2000$ (Oldshue, 1983). Quelques fabricants ignorent le régime transitoire et d'autres le considèrent seulement pour les systèmes pilotes.

La détermination précise de la perte de charge dans un mélangeur statique est l'un des points fondamentaux de spécification, puisque le dimensionnement de toute l'installation en dépend. Nous présentons dans ce qui suit deux approches pour obtenir la perte de charge pour un mélangeur statique.

a) Relation des pertes de charge.

Cette approche considère la relation (Z) de la perte de charge dans le mélangeur statique (ΔP_{MS}) et la perte de charge dans le tube vide (ΔP_{TV}) pour un tube avec le même diamètre et la même longueur.

$$Z = \frac{\Delta P_{MS}}{\Delta P_{TV}} \quad (1.1)$$

Le calcul de la perte de charge pour un mélangeur statique KENICS utilise cette approche. Le facteur Z , est une fonction de la géométrie du mélangeur et du nombre de Reynolds et il peut être calculé, par l'équation 1.2 ou 1.3 selon le régime d'écoulement, laminaire ou turbulent, respectivement.

$$Z = (K'_{OL} * A) + K_{OL} \quad (1.2)$$

$$Z = K_{OT} * B \quad (1.3)$$

où les facteurs A et B sont obtenus en fonction du nombre de Re sur des graphiques du fabricant. De même K'_{OL} , K_L et K_T sont des paramètres spécifiques selon le régime d'écoulement.

b) Coefficient de résistance.

Cette approche considère l'établissement d'un coefficient de résistance pour chaque type de mélangeur. Ce coefficient est utilisé dans l'équation générale suivante :

$$\Delta P = \lambda \frac{2\rho V^2 L}{D} \quad (1.4)$$

où ρ est la masse volumique du fluide, V est la vitesse moyenne d'écoulement dans le tube garni d'éléments, L est la longueur totale du mélangeur, D est le diamètre du tube et λ est le coefficient de résistance rapporté à la vitesse moyenne d'écoulement dépendant du nombre de Reynolds et les constantes b et c .

$$\lambda = \frac{b}{Re^c} \quad (1.5)$$

Un exemple de l'utilisation de cette approche est le calcul de la perte de charge pour un mélangeur statique SULZER. Dans ce cas, le coefficient de résistance qui a été expérimentalement déterminé est représenté sur la Figure 1.10, en fonction du nombre de Reynolds. Le changement d'écoulement laminaire à turbulent se produit pour $Re \approx 10^2$.

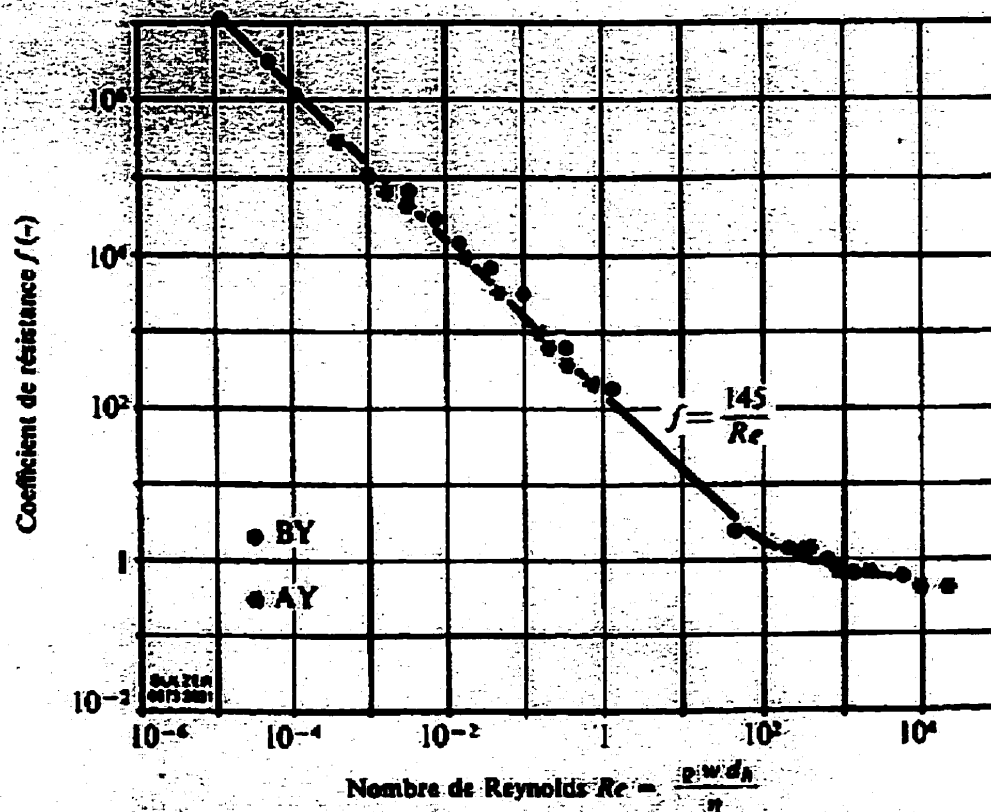


Figure 1.10 : Coefficient de résistance de l'élément mélangeur KOCH-SULZER en fonction du nombre de Reynolds (Tauscher et Schütz, 1973).

I.4 Objectif général.

Nous avons vu dans ce premier chapitre que les sauces de couchage sont des suspensions constituées de différents produits chimiques qui les rendent rhéologiquement complexes. Malgré ceci, la qualité de ces fluides doit être contrôlée, car les propriétés finales du papier couché en dépendent. En général, ce contrôle est fait en mesurant la masse volumique et la viscosité par échantillonnage, ce qui génère un certain délais avant d'effectuer les corrections nécessaires.

Par ailleurs, nous avons identifié que l'élaboration des sauces de couchage en continu est de plus en plus répandue. De ce fait, la mesure des propriétés en ligne de fabrication devient indispensable car elle permet d'effectuer les corrections en temps réel. De plus, un contrôle complet de qualité des sauces de couchage doit inclure la connaissance et le suivi du comportement rhéologique (paramètres rhéologiques) au taux de cisaillement employé dans le procédé de couchage (transport des sauces vers la coucheuse).

L'intégration de mélangeurs statiques dans un viscosimètre en ligne permet d'éviter l'écueil lié au phénomène de sédimentation lorsqu'on utilise des fluides fortement pigmentés, tels les sauces de couchage.

Dans ce contexte l'objectif général de notre travail est de *“développer et tester le principe de mesure des paramètres rhéologiques d'un fluide type des sauces de couchage dans un système intégré dans le procédé”*.

CHAPITRE II

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce chapitre comprend les résultats de la recherche sur les sujets plus spécifiques qui nous permettent de préciser le contexte théorique du problème posé. Ceci comprend la rhéologie des suspensions et des sauces de couchage, l'évaluation de la viscosité en ligne et l'agitation. Par la suite nous présentons une synthèse des travaux réalisés sur le sujet dans le but d'identifier la problématique existante et d'établir les objectifs spécifiques.

II.1 Rhéologie des suspensions.

La rhéologie des suspensions fait l'objet de nombreuses recherches depuis plus d'un demi-siècle en raison de son impact important sur les procédés industriels. Parmi les suspensions les plus étudiées, citons les suspensions de ciment, de charbon minéral, de fibres de cellulose, d'argile, de baryte, les peintures, les polymères, les liquides abrasifs de nettoyage, le sang, les médicaments et les fluides alimentaires.

La majorité des recherches tant pour les suspensions avec micro particules (1 micron) que pour celles qui contiennent des macro particules (100 à 1000 microns), ont comme objectif :

- a) de définir la viscosité relative de la suspension en fonction de la fraction volumique des solides contenus.
- b) de définir les variations de la viscosité en fonction de :

- ◆ la taille, la forme, la distribution et la masse volumique des particules,
- ◆ la masse volumique et la viscosité du liquide,
- ◆ les interactions particule-particule et particule-liquide,
- ◆ les charges électriques,
- ◆ le comportement rhéologique de la phase suspendante.

Des équations rhéologiques d'état sont établies pour décrire le comportement des suspensions, les paramètres des équations étant exprimés en fonction de la concentration en particules. Quatre approches peuvent être utilisées pour établir les équations. La première méthode est la méthode de la micro-rhéologie selon laquelle on établit l'interdépendance entre les propriétés rhéologiques de la suspension et les propriétés rhéologiques de ses composants. La deuxième méthode suit un point de vue macro-rhéologique. Elle est fondée sur des observations expérimentales du comportement rhéologique dans un rhéomètre de laboratoire et le calage de ces données par un modèle mathématique. La troisième méthode est basée sur l'établissement d'équations empiriques seulement valides pour les conditions d'expérience données. La quatrième méthode est basée sur la physique statistique qui décrit les interactions moléculaires et leur implication macroscopique.

Ces modèles devront permettre d'interpréter, de manière cohérente, un certain nombre de phénomènes fréquemment observés, comme les écoulements bouchons, le glissement aux parois, la présence de couches marginales appauvries en particules (couches pariétales déplétées), etc.

II.1.1 Définition des suspensions.

Une suspension est un système constitué d'une distribution (aléatoire) discrète de particules (phase solide) dans un milieu fluide (phase liquide). La suspension est de type colloïdal, quand la particule a une taille inférieure à 1 micron.

II.1.2 Comportement rhéologique des suspensions.

Jinescu (1974) et Kao (1983) ont proposé une classification des suspensions en fonction du comportement rhéologique de la phase liquide et de la concentration de la phase solide, comme suit :

a) Suspensions avec phase liquide newtonienne.

- ◆ Comportement newtonien.
- ◆ Comportement non newtonien.
 - indépendant du temps.
 - dépendant du temps.

b) Suspensions avec phase liquide non newtonienne.

- ◆ Comportement non newtonien.

a) Suspensions avec phase liquide newtonienne.

Le comportement newtonien apparaît pour les suspensions dont la concentration de la phase solide ne dépasse pas 37%. Le comportement dépend de la nature, de la forme et de la taille des particules. En général, les suspensions contiennent des particules sphériques dans des liquides simples dont la viscosité change seulement avec la température. Cette viscosité peut être mesurée par un viscosimètre conventionnel.

La viscosité de certaines suspensions augmente rapidement quand on atteint la concentration critique. Cette concentration est de 15% pour les suspensions de baguettes de verre et de 40% pour les suspensions de sphères de méthacrylate de polyméthylène.

Le comportement non newtonien qui apparaît pour des suspensions fortement concentrées est causé par l'interaction entre les particules. Ces interactions peuvent être de type hydrodynamique ou électrostatique. Des suspensions viscoplastiques (fibres de cellulose, argile, dioxyde de titane), rhéofluidifiantes (argile, oxyde de zinc), rhéoépaississantes (pigments, dioxyde de titane, sable), viscoélastiques, thixotropiques (argile, bentonite de sodium) et rhéopectiques (kaolin 65%) sont des exemples de ce comportement.

b) Suspensions avec phase liquide non newtonienne.

Aux faibles concentrations, le comportement newtonien est dû principalement à la phase liquide. Aux fortes concentrations, le comportement est dû principalement à la phase liquide et aux interactions entre les particules. En général, les comportements sont similaires aux comportements décrits précédemment.

II.1.3 Expressions pour définir la viscosité relative des suspensions.

Jinescu (1974) présente dans sa revue bibliographique les expressions permettant de définir la viscosité relative des suspensions en fonction de la géométrie et de la concentration des particules solides.

En 1905, Einstein a établi la première expression pour les faibles concentrations volumiques (pas plus de 10% vol.). Elle a été développée en considérant l'aspect hydrodynamique. Cette expression reliant la viscosité et la concentration des particules solides dans un liquide, est valable si :

- ◆ les particules sont grandes par rapport aux molécules de la phase fluide, et petites par rapport au système de mesure employé.
- ◆ les particules sont sphériques, solides et non hydratées par la phase continue.
- ◆ la concentration est assez faible pour qu'aucune des particules n'interfère avec l'écoulement du liquide autour d'une autre particule.

La viscosité relative (μ_r) est une fonction linéaire de la concentration volumique (Φ) des concentrations plus petites que 0,10 (équation 2.1).

$$\mu_r = \frac{\mu_{ss}}{\mu_L} = 1 + K_1 \Phi \quad (2.1)$$

où μ_{ss} est la viscosité de la suspension, μ_L est la viscosité de la phase liquide, K_1 a une valeur de 2,5 et Φ est définie par l'équation 2.2.

$$\Phi = \frac{v_P}{v_{ss}} \quad (2.2)$$

où v_P est le volume occupé par la phase solide et v_{ss} le volume occupé par la suspension (somme des volumes des deux phases).

Cependant, lorsque les particules ne sont plus sphériques (par exemple, des tiges ou des disques), la perturbation hydrodynamique s'étend sur un volume plus grand que celui associé à une particule sphérique de même volume. Pour la même fraction volumique, il en résulte une valeur de K_1 supérieure à 2.5. Plusieurs chercheurs ont déterminé les valeurs de cette constante, appelée facteur de forme, en fonction de la concentration volumique de la suspension (Hatschek, 1910; Happel, 1957; Andres, 1959; Kurgaeu, 1960 et Pokrovskii, 1968; Lus en Jinescu, 1974).

L'équation générale établie pour des particules solides à petites concentrations volumiques est représentée par l'équation 2.3. Le facteur K_1 dépend de la concentration volumique de la phase solide, de la nature de la particule, de la rugosité de la surface de la particule en termes de facteur de friction (f), du diamètre de la particule (d), des conditions d'écoulement exprimées par la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) et de la distance d'écoulement de l'entrée jusqu'à la fin du procédé (L).

$$\mu_r = 1 + K_1(\Phi, f, d, \dot{\gamma}, L)\Phi \quad (2.3)$$

Un grand nombre d'approches phénoménologiques et empiriques a été développé pour établir la relation de la viscosité relative en fonction de la concentration volumique pour les suspensions concentrées (plus que 10% vol.).

L'approche phénoménologique proposée par Dougherty (1959) et Krieger (1967), basée sur les travaux de Mooney, prend en compte l'effet d'encombrement que les particules initialement présentes font sentir aux particules ajoutées (Quémada, 1985). Elle considère cet effet moyennant la fraction d'empilement des particules (Φ_m).

$$\mu_r = \left(1 - \frac{\Phi}{\Phi_m}\right)^{-q} \quad (2.4)$$

À partir de l'hypothèse d'énergie dissipée minimale, une relation identique à (2.4) a été développée, mais avec $q = 2$. Cette relation a été déduite en appliquant, dans un écoulement diphasique à couche pariétale déplétée, le principe de l'optimisation de l'énergie dissipée par viscosité, valable pour les fluides newtoniens (Quémada, 1977).

$$\mu_r = \left(1 - \frac{1}{2} K_1 \Phi_{\text{eff}}\right)^{-2} \quad (2.5)$$

où $\Phi_{\text{eff}} = \Phi/\Phi_f$ est la fraction volumique effective, Φ_f est la compacité des structures et K_1 est le facteur de forme des unités structurales supposées toutes identiques.

Plusieurs relations empiriques, bien vérifiées par l'expérience, et donc d'utilisation courante, sont très proches des variations de l'équation (2.5). Citons par exemple l'équation d'Eilers (Quémada, 1985):

$$\mu_r = \left[1 + \frac{2.5\Phi}{2(1-b\Phi)}\right]^2 \quad (2.6)$$

et l'équation de Maron (Quémada, 1985) :

$$\mu_r = (1 - b\Phi)^{-2} \quad (2.7)$$

Enfin, remarquons qu'il existe plusieurs expressions pour définir la viscosité relative en fonction de la fraction volumique. Certaines sont de relations empiriques, d'autres considèrent l'effet de la déformation des particules, introduisent l'effet des interactions dynamiques ou encore considèrent que Φ tend vers Φ_{max} . Certaines expressions ont été développées pour des sphères rigides. De façon générale les relations empiriques ont la forme suivante :

$$\mu_r = 1 + K_1\Phi + K_2\Phi^2 \pm K_3\Phi^3 \pm \dots \quad (2.8)$$

où $K_1 = 2,5$ (cas limite de la corrélation d'Einstein) et les autres constantes dépendent des interactions entre particules à haute concentration. Les valeurs de ces constantes sont

rapportées pour chaque étude particulière. Les suspensions avec particules solides non sphériques ont été peu étudiées, mais il existe des relations qui sont fonction de la géométrie. Pour les particules solides ellipsoïdales, la viscosité est fonction de leur orientation dans l'espace et de la vitesse de cisaillement.

II.1.4 Facteurs influençant le comportement rhéologique.

Jeffrey et Acrivos (1976), Jinescu (1974) et Barnes et al. (1989) décrivent dans leurs revues bibliographiques les différents facteurs qui affectent le comportement rhéologique des suspensions. Ces facteurs sont présentés ci-dessous.

a) Effet de la nature des phases liquide et solide.

La viscosité de la suspension augmente avec la masse volumique des particules pour les mêmes conditions de taille, de forme et de concentration. Lorsque les masses volumiques des particules et du fluide suspendant sont différentes, les effets de la force de gravité sont toujours présents comme dans le cas d'une sédimentation ou d'un crémage qui, avec la floculation, entraînent l'instabilité de la dispersion.

b) Effet de la forme, taille, distribution de la taille et de la nature de la surface des particules solides.

En général, les particules sphériques développent une viscosité minimale; celle-ci tend à augmenter avec l'asymétrie de la forme des particules. La rotation et le contact des particules augmentent avec leurs dimensions. En général la viscosité augmente avec le diamètre.

Les suspensions avec polydispersité (encombrement stérique) possèdent une viscosité plus petite que les suspensions monodisperses. Les surfaces rugueuses provoquent une plus grande viscosité que les surfaces lisses.

c) Effet de la vitesse de cisaillement.

Lorsque la vitesse de cisaillement augmente, les forces de cisaillement rompent la structure. Différents processus sont impliqués dans cette destruction, supposée réversible : d'abord désagrégation, et ensuite orientation et éventuellement déformation des structures. Cependant certains systèmes montrent en régime stationnaire un comportement rhéoépaississant, avec une nouvelle structure formée à partir de structures beaucoup plus lâches.

Cette diminution de la compacité des unités structurales induite par le cisaillement s'accompagne d'une augmentation du volume du fluide piégé entre les particules formant les unités structurales. Du fluide suspendant libre est alors drainé dans ces nouvelles structures, ce qui entraîne une augmentation de viscosité. Enfin, en régime instationnaire, ce processus n'est pas instantané, et des temps caractéristiques interviennent dans l'évolution de la structure.

d) Effet de la concentration volumique.

Ce facteur est le plus important. À faible concentration volumique, $\Phi \leq \Phi_{\max}$, la viscosité augmente de façon linéaire. À plus forte concentration, $\Phi \leq \Phi_{\max}$, la viscosité croît très rapidement pour une très faible augmentation de la concentration.

e) Effet des procédés physiques et chimiques.

Selon le type de procédé, la formation de nouvelles particules change la valeur de la viscosité initiale (par exemple la cristallisation, sédimentation, etc.). Cette viscosité dépend du temps du procédé et de la quantité de particules créées.

f) Effets des forces hydrodynamiques.

Ces forces sont responsables des anisotropies dans la distribution de particules non sphériques (par alignement progressif des particules dans la direction de l'écoulement, au fur et à mesure que les gradients de vitesse augmentent), effets qui se font déjà sentir à faible Φ .

g) Effets des forces d'origine non hydrodynamique.

Les effets dépendent de la taille et de la forme des particules, de la présence de charges électriques à leur surface, du contenu ionique et/ou macromoléculaire du fluide suspendant.

Lorsque la dimension caractéristique des particules est très petite ($\leq 10 \mu\text{m}$), l'agitation thermique des molécules du fluide suspendant provoque la diffusion brownienne. Lorsque les particules sont chargées superficiellement, les forces coulombiennes à grand rayon d'action provoquent une répulsion électrostatique. Mais, lorsque le fluide suspendant contient des ions, il se forme une double couche ionisée qui fait écran au champ électrostatique. Dans le cas de particules chargées les forces électromagnétiques peuvent intervenir.

h) Effet de la pression.

Dans le cas où le liquide est compressible, la pression affecte la viscosité de la phase liquide et les espaces vides entre les particules. Elle affecte aussi, par voie de conséquence la viscosité des suspensions.

i) Effet de la température.

La viscosité diminue si la température augmente. L'équation d'Arrhenius décrit bien ce phénomène. Quand la température change, les espaces vides changent aussi, particulièrement dans les suspensions avec des particules compressibles (latex, asphalte, etc).

II.2 Comportement rhéologique des sauces de couchage.

Les sauces de couchage sont des suspensions (colloïdales) concentrées de composition complexe: particules de forme plate ou sphérique, taille de particules très étendue (0,2 à 5 μm), présence d'une phase suspendante probablement viscoélastique, ... L'information présentée dans la section antérieure sur le comportement rhéologique des suspensions s'applique donc aux sauces de couchage.

L'étude du comportement rhéologique des sauces de couchage à base de kaolin est relativement récent. La mesure et le contrôle des propriétés rhéologiques sont d'une grande importance dans les procédés industriels, pour obtenir les qualités désirées sur la couche et le bon fonctionnement des coucheuses.

La Figure 2.1 présente le comportement typique d'une sauce de couchage à base de kaolin en fonction de la vitesse de cisaillement en régime stationnaire. À faible vitesse de cisaillement, la suspension montre un effet rhéofluidifiant (diminution de la viscosité avec un accroissement de la vitesse de cisaillement). À l'intérieur de cette gamme de vitesse de cisaillement, l'indice de rhéofluidifiante se situe entre 0,2 et 0,4. À vitesse de cisaillement élevée, un effet rhéoépaississant apparaît (augmentation de la viscosité avec un accroissement de la vitesse de cisaillement). On peut dire que cet effet n'apparaît pas avec le carbonate de calcium.

En général, la partie rhéofluidifiante de la courbe de viscosité peut être représentée à l'aide de plusieurs modèles existants dans la littérature, comme par exemple le modèle de Carreau, de Cross ou d'Ostwald-de-Waele (loi de puissance).

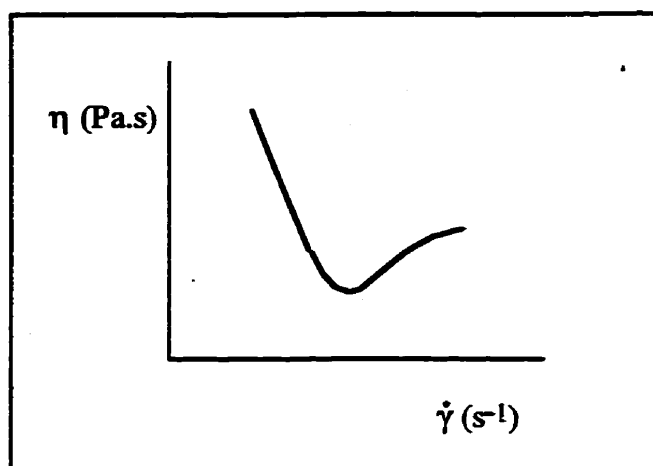


Fig. 2.1: Courbe de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement d'une sauce de couchage.

Le comportement rhéologique non newtonien des sauces de couchage est dû à la présence simultanée d'une suspension et de chaînes de polymères. L'union entre les particules de la suspension et les molécules des polymères, et la présence de forces d'attraction et/ou de répulsion entre ces particules change continuellement en fonction de l'écoulement du fluide. Ce phénomène induit un grand éventail de comportements rhéologiques lesquels dépendent directement des ingrédients (Kearney, 1988; Hoover, 1988; Stinebaugh et al., 1988; Takacs, 1988; Vanya, 1988), de leurs interactions (Sandas et Salminen, 1991) et de la cinématique de l'écoulement.

Les comportements rhéologiques suivants ont été observés :

- ◆ Thixotropie avec une contrainte seuil (Beazley, 1980).
- ◆ Rhéofluidifiante à faibles vitesses de cisaillement.
- ◆ Rhéoépaississement à haute vitesse de cisaillement (Eklund et Teirfolk, 1981).
- ◆ Viscoélasticité (Engström et Rigdahl, 1987; Fadal et Rigdahl, 1987; Engström et Rigdahl, 1990).

Ces comportements influent sur le procédé de couchage et évidemment sur les caractéristiques finales de la feuille de papier. La présence de rugosités sur la feuille, en général, est attribuée à la viscoplasticité ou à la thixotropie, à moins que cela ne provienne de la feuille. En particulier, la thixotropie entraîne un cycle de construction et de destruction de structures dans le fluide, lesquelles forment des agrégats dans les suspensions.

Par ailleurs, ces phénomènes peuvent engendrer certains problèmes sur le procédé de couchage. Par exemple, la rhéofluidification (diminution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de déformation dans une durée de temps déterminée) peut provoquer de grandes valeurs de cisaillement et causer des irrégularités sur le papier. Le rhéoépaississement crée des stalactites (minces ficelles) par extrusion dans la tête de la coucheuse et entraîne des imperfections sur la feuille de papier.

Dans ce qui suit sont présentés certains travaux développés sur la rhéologie des sauces de couchage afin de faire le point sur la situation actuelle.

Laun et Hirsh (1989) ont obtenu le comportement rhéologique de formulations typiques de sauces de couchage dans une grande gamme de vitesse de cisaillement (de 2 à 10^6 s^{-1}), tant en régime permanent qu'en régime transitoire. Ils ont utilisé un rhéomètre à capillaire mis au point dans leur laboratoire. Pour les vitesses de cisaillement inférieures à 10^4 s^{-1} , ils ont utilisé un rhéomètre de type Couette.

Les tests de deux sauces de couchage (avec différents co-liants et cinq concentrations de solides) ont révélé un comportement rhéologique rhéofluidifiant, viscoélastique et thixotropique selon la gamme de la vitesse de cisaillement. Les viscosités obtenues avec les deux viscosimètres, étaient cohérentes.

De toutes les suspensions testées, seulement une fait apparaître un comportement rhéoépaississant (après les corrections de Bagley). Le rhéoépaississement n'est donc pas relié exclusivement aux effets d'entrée.

Vidal et al. (1991) ont transformé la lame de dosage d'une coucheuse à lame en un rhéomètre intégré à la tête de couchage avec un capteur extensiométrique. Ils ont trouvé un comportement rhéofluidifiant et une viscosité qui est différente de la valeur obtenue dans le viscosimètre capillaire.

Vu et al. (1992) ont travaillé avec des sauces de couchage qui contiennent du CaCO_3 , du kaolin, du latex, du CMC et du polyacrylate réticulé. Ils les ont testé dans un rhéomètre Bohlin VOR avec une géométrie Couette. Les sauces de couchage présentent un comportement rhéofluidifiant. Les sauces à base de CMC-Kaolin présentent des viscosités plus élevées que les viscosités des suspensions de CaCO_3 . Ces résultats montrent que les interactions de CMC-Kaolin sont plus fortes que les interactions CMC- CaCO_3 . Les auteurs ont fait l'étude des interactions pigments-co-liant et de l'influence de la réticulation sur le gonflement du polymère utilisé, la cinétique de reconstruction de la structure et le mécanisme d'action des co-liants. Ils ont mis en évidence le mécanisme d'action de deux co-liants utilisés comme agents de rétention d'eau dans le couchage du papier. Ces deux co-liants sont différents tant par leur nature chimique que par leur structure physique.

Faure et al. (1992) ont utilisé différents viscosimètres capillaires dans le but d'établir l'importance de la géométrie du capillaire. Ils obtiennent que pour un même fluide, la géométrie peut faire apparaître un comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant si l'on ne tient pas compte des différentes corrections à effectuer (effet d'entrée, glissement aux parois, ...).

Triantafillopoulos et Grankvist (1992) ont travaillé avec neuf sauces de couchage pour papier couché léger par impression offset. Ils ont obtenu des mesures de viscoélasticité et des mesures de viscosité à haute vitesse de cisaillement. Ils ont employé un viscosimètre Bohlin MSC (1500 s^{-1}) et un rhéomètre pressurisé au gaz: Eklund ECV ($20\ 000$ à $930\ 000 \text{ s}^{-1}$). Les résultats ont montré que les sauces de couchage sont viscoélastiques à basse vitesse de cisaillement et purement visqueuses à haute vitesse de cisaillement.

Roper et Attal (1993) ont travaillé avec cinq rhéomètres pour obtenir la viscosité dans une grande gamme de vitesse de cisaillement. Les instruments utilisés sont un rhéomètre à capillaire ($100\ 000$ à $1\ 000\ 000 \text{ s}^{-1}$), un Herculès ($5000 - 45\ 000 \text{ s}^{-1}$), un Haake Rotovisco ($100 - 500 \text{ s}^{-1}$) et un Brookfield ($0,5 - 75 \text{ s}^{-1}$). Bien que les résultats n'aient pas été obtenus dans les mêmes conditions d'écoulement, ils sont regroupés sur un même graphique. Les auteurs proposent de combiner le modèle de Cross (pour des agrégats de floes qui se brisent à haute vitesse de cisaillement) et de Gillespie (pour des collisions entre particules et destruction de structures à hautes vitesses) pour décrire le comportement rhéologique des sauces de couchage dans toute la gamme de vitesse de cisaillement (en régime permanent). Le modèle prédit donc une zone rhéofluidifiante à faibles vitesses de cisaillement et un rhéoépaississement à plus hautes vitesses de cisaillement. Ils ont confronté les résultats avec les mesures obtenus sur une coucheuse pilote de type " *short-dwell* ".

Carreau et Lavoie (1993) ont obtenu à très faible vitesse de cisaillement un comportement viscoélastique avec une forte composante élastique. Ils ont travaillé avec des formulations similaires aux formulations utilisées dans l'industrie papetière. Un rhéomètre Bohlin VOR et un système développé par Doremus et Piau ($5 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$) ont été utilisés pour obtenir les mesures rhéologiques. À des vitesses de cisaillement élevées, ils n'ont pas pu mettre en évidence de caractère viscoélastique, le comportement newtonien étant prédominant.

Preston et al. (1993) ont utilisé un rhéomètre Bohlin VOR ($58 - 1470 \text{ s}^{-1}$) pour obtenir le comportement rhéologique des sauces de couchage. Il a lui aussi mis en évidence un comportement viscoélastique.

Ghosh et al. (1997) ont obtenu une relation entre les mesures rhéologiques des sauces de couchage aux petites déformations et la machinabilité. Ils ont travaillé avec cinq modèles de sauces de couchage à base de kaolin (standard ou délaminé). Ils ont utilisé un rhéomètre Bohlin VOR ($1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1} - 1 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$) pour mesurer le coefficient de viscosité de cisaillement et une coucheuse de type CLC (" *Cylindrical Laboratory Coater* ") pour étudier la machinabilité. Ils ont conclu que la machinabilité peut être prédite par les mesures de déformation, cependant ces résultats ont besoin d'être vérifiés pour les sauces de couchage industrielles dans le contexte d'un procédé de couchage industriel.

Yziquel (1998) a proposé un modèle basé sur la théorie des réseaux qui permet d'expliquer le comportement rhéologique viscoélastique non linéaire des sauces de couchage. Elle a testé trois équations cinétiques différentes dans le but de comprendre le rôle des interactions dans les suspensions fortement interactives.

Après l'analyse des travaux précédents, nous pouvons dire que la préoccupation de la majorité de chercheurs qui travaillent sur la rhéologie des sauces de couchage est en général de connaître le comportement rhéologique et les paramètres rhéologiques dans une grande gamme de vitesse de cisaillement similaire à la vitesse utilisée dans les procédés industriels. Néanmoins, le type de cisaillement utilisé est toujours du cisaillement simple, qui n'est pas nécessairement représentatif de la réalité du procédé. De plus ils cherchent à obtenir la relation qui existe entre la physico-chimie des ingrédients, les changements de structure et le comportement rhéologique. Les effets des changements rhéologiques en fonction de la vitesse de cisaillement sur le procédé de couchage sont aussi un sujet d'importance.

Par ailleurs, on peut dire que la majorité des recherches ne décrivent pas exactement les formulations des sauces de couchage étudiées, ce qui ne permet pas de comparer ou extrapoler les résultats de ces études. Il est important souligner que seulement deux recherches ont porté sur le comportement dans une coucheuse. Toutes les autres ont été mesurées avec des rhéomètres conventionnels dans des géométries simples, ou avec des équipements développés pour obtenir de hautes vitesses de cisaillement mais dans des conditions d'expérience différentes des conditions réelles de procédé.

Pour étudier la rhéologie des sauces de couchage telle qu'elle se manifeste dans le procédé, il faut se rapprocher autant que possible des hautes vitesses de déformation rencontrées dans le procédé de couchage, 10^{-6} s^{-1} , considérer le caractère transitoire de la déformation ainsi que l'histoire rhéologique de la sauce de (Tanguy, 1994).

Par ailleurs, il est important d'étudier le comportement rhéologique de sauces de couchage en régime d'écoulement non stationnaire pour s'approcher des conditions de procédé. Dans ce contexte, la rhéologie peut être utilisée comme un outil pour contrôler la qualité des sauces de couchage.

II.3 Mesure de la viscosité en ligne.

La mesure de la viscosité en ligne, à la sortie de la cuisine de couchage, est très intéressante pour les industries de couchage du papier. Un tel appareil permet de contrôler en permanence les propriétés des sauces de couchage, ce qui évite les pertes de papier encourues par le couchage d'un fluide dont la composition est inadéquate.

II.3.1 Définition de la viscosité en ligne.

La viscosité absolue, ou viscosité dynamique (μ), est définie comme étant la résistance à l'écoulement de chacune des couches du fluide en mouvement. Cette variable représente la facilité qu'un fluide a de s'écouler sous l'effet d'une force externe. Pour l'étude de cette propriété, Newton a établi la relation de proportionnalité existant entre la contrainte fournie pour atteindre le mouvement (τ) et la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) pour un fluide newtonien dans un écoulement de cisaillement simple (équation 2.9).

$$\tau = -\mu \left(\frac{\partial V_x}{\partial y} \right) = \mu \dot{\gamma} \quad (2.9)$$

où V_x est la vitesse d'écoulement suivant la direction y , perpendiculaire au sens de l'écoulement.

De plus, on définit la viscosité apparente (η) comme un coefficient de viscosité qui dépend de la vitesse de cisaillement. Il est défini de manière générale par l'équation 2.10. Dans le cas de fluides non newtoniens, sa valeur dépend de la vitesse de cisaillement exercée sur le fluide au moment de la mesure. Pour cette raison, la viscosité apparente doit être associée à la vitesse de cisaillement à laquelle elle a été évaluée.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (2.10)$$

Par exemple pour un fluide qui suit la loi de puissance, la viscosité apparente est définie par l'équation 2.11, où n est l'indice de comportement et k l'indice de consistance.

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad (2.11)$$

Pour définir convenablement un système non newtonien, il faut connaître les valeurs de la variation de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement.

En utilisant le concept de viscosité apparente, on peut définir la viscosité en ligne (ou les paramètres rhéologiques de procédé) comme étant la viscosité (ou les paramètres rhéologiques) obtenue(s), dans un tuyau, en fonction de la vitesse de cisaillement ou de déformation dans le procédé. Il est important de considérer que ces valeurs sont obtenues dans les conditions d'écoulement développées dans le tuyau (géométrie du système, propriétés physiques du fluide, concentration de la phase solide, pression, effet de la gravité, friction, etc.).

II.3.2 Équipement existant pour mesurer la viscosité en ligne.

Les viscosimètres ou rhéomètres sont des instruments de mesure utilisés pour déterminer la viscosité et les propriétés rhéologiques de fluides dans des conditions de déformation très précises. Il est important rappeler que la géométrie de l'instrument affecte la façon de calculer la contrainte et la vitesse de cisaillement.

L'approche, la plus simple pour faire ce type de mesures est le suivi de la perte de charge et de la vitesse d'écoulement dans une section constante du tube dans le procédé. Les

Figures 2.2, 2.3, 2.4 et 2.5 présentent quatre types de rhéomètres en ligne pour des suspensions ou des polymères fondus.

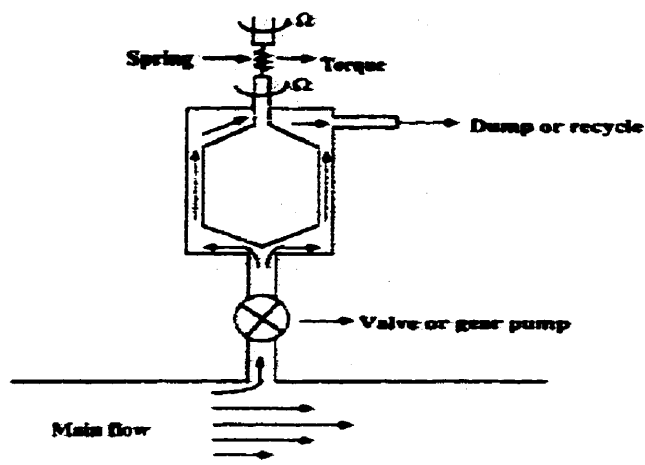


Figure 2.2 : Viscosimètre à cylindre concentrique en ligne (Macosko, 1994).

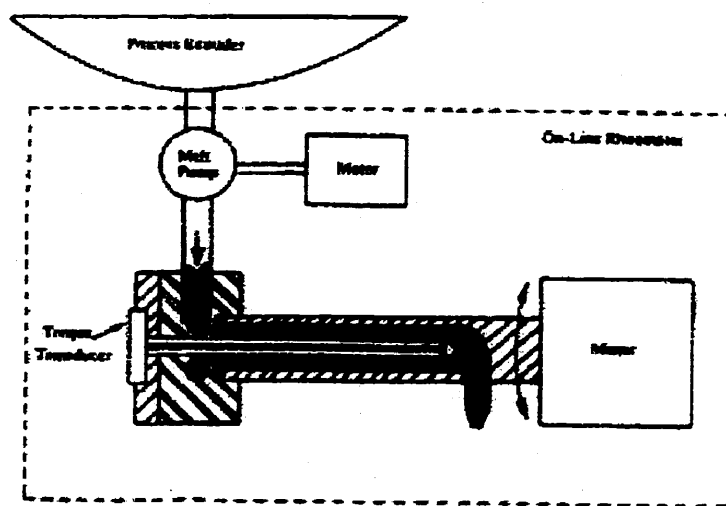


Figure 2.3 : Viscosimètre en ligne à cylindre concentrique pour polymères fondus (Macosko, 1994).

En général, une mesure du couple est obtenue dans un cylindre intérieur lorsque le cylindre extérieur et en rotation continue ou oscillatoire (Figure 2.3). Un rhéomètre capillaire ou un rhéomètre à fente peuvent être manipulés de la même manière (Figure 2.4), par exemple le rhéomètre à fourreau en hélice (Todd et al., 1997).

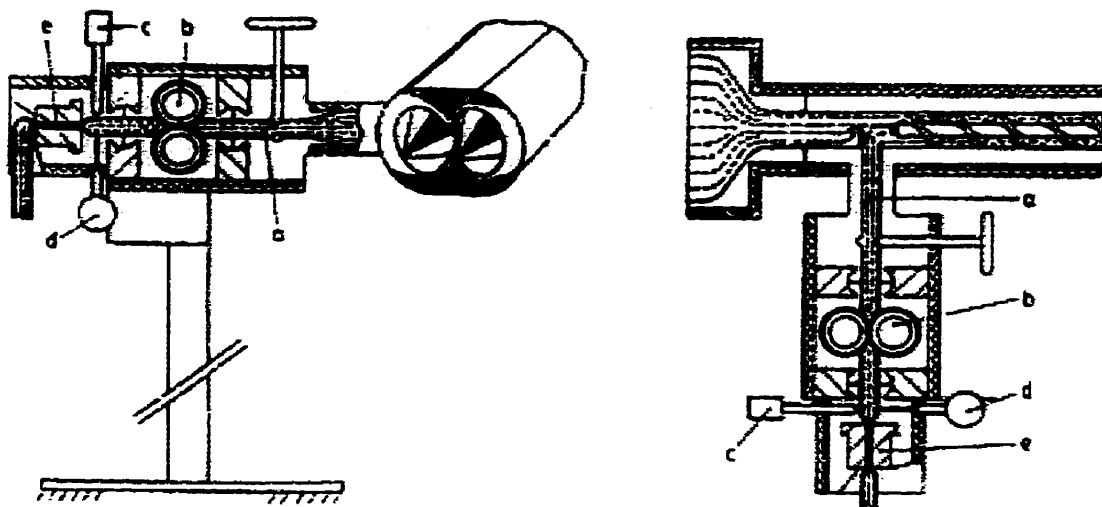


Figure 2.4 : Viscosimètres capillaires en ligne pour polymères fondus (Macosko, 1994).

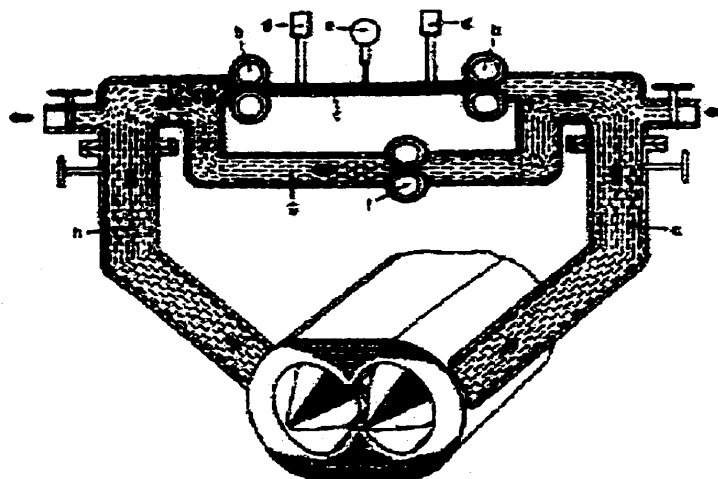


Tableau 2.5 : Rhéomètre à fente en ligne avec recirculation (Macosko, 1994).

L'obtention de mesures en ligne avec un rhéomètre de laboratoire présente certains défis (Macosko, 1994). Pour avoir un système de mesure continu, l'élément sensible doit être totalement automatique et très fiable. En général, les dispositifs sans éléments mobiles sont conseillés. L'instrument ne doit pas interrompre l'écoulement du fluide ou créer des zones mortes où le fluide peut s'accumuler et se dégrader. Les mesures de température sont nécessaires.

Dans la section qui suit sont brièvement décrits les modes de fonctionnement des viscosimètres employés pour effectuer des mesures de viscosité en ligne, que ce soit directement dans le tuyau d'écoulement, ou en dérivation.

a) Viscosimètre à capillaire.

Ce type de viscosimètre mesure la perte de charge due à la friction développée par l'écoulement d'un fluide pompé à un débit constant dans un tuyau. Deux manomètres sont fixés à l'entrée et à la sortie du viscosimètre à capillaire, reliés à un capteur de pression différentielle (pneumatique, électronique ou manuel).

On peut évaluer la contrainte et la vitesse de cisaillement à partir de la perte de charge et du débit en appliquant les équations de la mécanique des fluides en géométrie cylindrique. Certaines conditions doivent être considérées pour faire une analyse appropriée des résultats.

b) Viscosimètre avec élément rotatif.

Ces systèmes sont les plus utilisés, de part leur simplicité de fonctionnement. Ils possèdent une grande flexibilité, ce qui facilite leur usage pour des fluides non newtoniens et pour des fluides dont le comportement dépend du temps. Les expériences sont faites

en continu, pour des périodes de temps prolongées à vitesse constante. Le volume de l'échantillon requis est petit. L'élément en rotation peut être un cylindre, un disque, un cône, une plaque ou une autre forme géométrique.

Il faut préciser que si la contrainte et la vitesse de cisaillement sont connues pour chaque type de fluide (après avoir fait les corrections nécessaires), le rhéogramme correspondant peut être élaboré.

Selon les renseignements obtenus auprès des fabricants de rhéomètres, il existe au moins quatre compagnies qui commercialisent des rhéomètres en ligne. Ces rhéomètres conçus pour des polymères fondus mesurent la viscosité apparente et la majorité sont automatiques. L'intervalle de viscosité varie de 0,3 à 3×10^6 mPa.s.

Les Figures 2.6 et 2.7 décrivent deux installations d'un rhéomètre en ligne commercial, soit dans une cuve ou dans un tube. Ce rhéomètre permet de mesurer la viscosité apparente de suspensions newtoniennes ou non newtoniennes. Il fonctionne selon le principe de la théorie de l'oscillation d'une barre de torsion; la viscosité est calculée à partir de la puissance requise pour maintenir une amplitude d'oscillation constante sur la barre. Il a été utilisé avec succès dans le cas de suspensions de céramique, d'enduits, de peintures ...

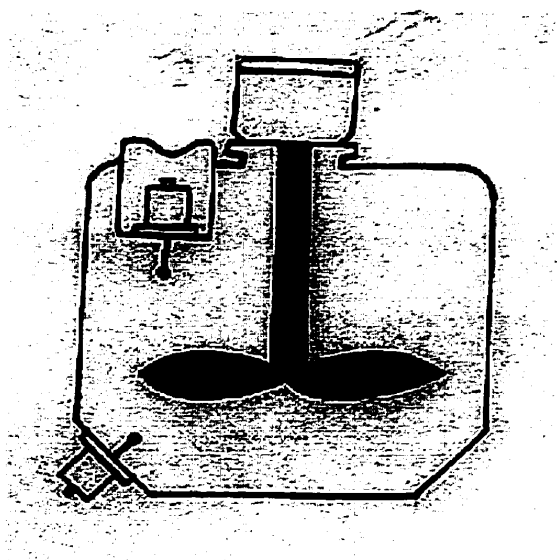


Figure 2.6 : Installation d'un viscosimètre commercial dans une cuve.

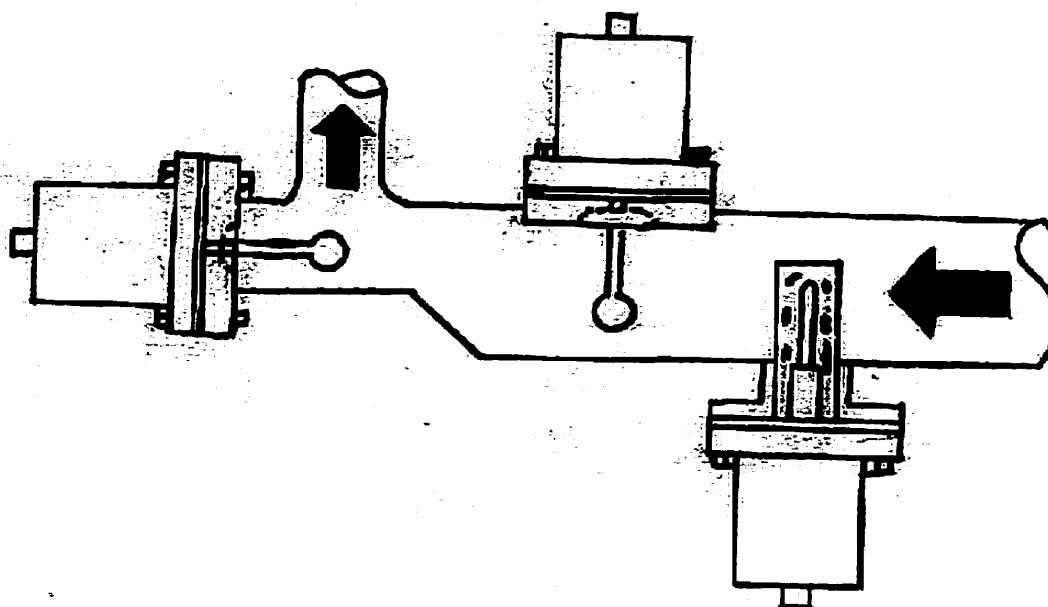


Figure 2.7 : Montage en ligne d'un viscosimètre commercial.

II.4 Agitation.

Nous avons vu qu'une sauce de couchage en écoulement laminaire dans un tube suit un comportement de loi de puissance. Nous allons donc présenter ci-dessous les principes de l'agitation mécanique concernant ce type de fluide dans le but d'établir les concepts qui nous permettront par la suite de développer le principe de mesure des propriétés rhéologiques dans un système de mélangeurs statiques.

II.4.1 Principes de base.

Tout d'abord nous décrivons les constantes caractéristiques de l'agitation mécanique. Metzner et Otto (1957) ont postulé pour le cas d'une cuve agitée avec un liquide rhéofluidifiant en régime laminaire, la relation suivante entre la vitesse de cisaillement effective autour de l'agitateur ($\dot{\gamma}_e$) et la vitesse de rotation de l'agitateur (N).

$$\dot{\gamma}_e = K_s N \quad (2.12)$$

où K_s est une constante de géométrie pour un système d'agitation donné. Cependant, plusieurs travaux suggèrent que cette constante peut dépendre de l'indice de rhéofluidifiante (Calderbank et Moo-Young, 1961; Beckner et Smith, 1966; Yap et al., 1979; Castellperez et Steffe, 1990; Brito et al., 1991; Brito et al., 1997).

Cette constante est obtenue à l'aide des courbes de puissance (Figure 2.8), relation entre le nombre de puissance et le nombre de Reynolds, soit pour des fluides newtoniens ou soit pour des fluides non newtoniens. Dans le cas d'un fluide newtonien cette corrélation est définie par l'équation (2.13).

$$N_p = \frac{K_p}{Re} \quad (2.13)$$

où

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad (2.14)$$

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu} \quad (2.15)$$

où P est la puissance d'agitation, ρ la masse volumique, D le diamètre du mobile, μ la viscosité newtonienne et K_p est une constante qui dépend seulement, en régime laminaire, de la géométrie de l'agitateur.

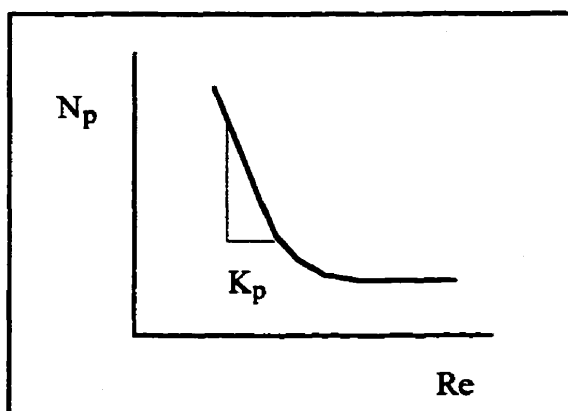


Fig. 2.8: Courbe de puissance pour un fluide newtonien.

Pour un fluide non newtonien, on peut mesurer la puissance d'agitation et calculer le nombre de puissance. À partir de ce nombre de puissance et de la courbe de puissance d'un fluide newtonien (Figure 2.8) pour un agitateur avec la même géométrie, on

détermine la valeur du nombre de Reynolds généralisé (équation 2.16). Ainsi, si on considère la viscosité du nombre de Reynolds généralisé comme une viscosité de procédé (η_e) on peut calculer la viscosité d'un fluide newtonien qui fournirait la même puissance à la même vitesse (voir Figure 2.9).

$$Re_g = \frac{\rho N D^2}{\eta_e} \quad (2.16)$$

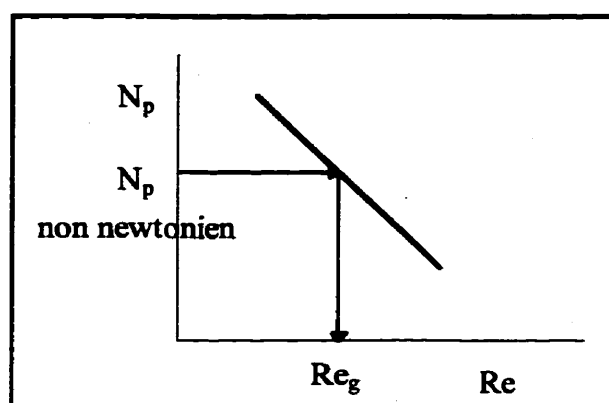


Fig. 2.9: Obtention de la viscosité de procédé.

À partir de η_e on peut alors déterminer $\dot{\gamma}_e$ si l'on connaît la variation de la viscosité avec la vitesse de cisaillement (utilisation d'un rhéomètre). Finalement, K_s est connue avec l'expression 2.12 et à l'aide de la vitesse d'agitation. La procédure est répétée pour différentes valeurs de la vitesse d'agitation afin d'obtenir une valeur moyenne de K_s . La puissance consommée peut être obtenue lorsque K_s est connue.

Par ailleurs, en 1973, Rieger et Novák ont proposé une deuxième approche sur l'agitation mécanique. Ils définissent un nombre de Reynolds loi de puissance (équation 2.17) incluant k et n , légèrement différent du nombre de Reynolds généralisé (équation 2.16) décrit précédemment.

$$Re_{LP} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{k} \quad (2.17)$$

Alors, la relation 2.13 devient :

$$N_p Re_{LP} = K_{p(n)} \quad (2.18)$$

d'où

$$K_{p(n)} = \frac{P}{k N^{n+1} D^3} \quad (2.19)$$

Contrairement à la méthode de Metzner et Otto, $K_{p(n)}$ est ici une fonction de la géométrie de l'agitateur et de n . La différence tient dans la définition du nombre de Reynolds. Rieger et Novák considèrent tout de même la relation initiale (2.12) de Metzner et Otto :

$$N_p = \frac{K_{p(n)}}{Re_{LP}} = \frac{K_p K_s^{n-1}}{Re_{LP}} \quad (2.20)$$

d'où:

$$K_s = \left[\frac{K_{p(n)}}{K_p} \right]^{\frac{1}{n-1}} \quad (2.21)$$

cette méthode a été généralisée à d'autres comportements rhéologiques. Bertrand et al. (1996) ont étudié le mélange des fluides à seuil avec un ancre et Rauline (1998) a étendu cette étude à des fluides de type Hershel-Bulkley et à des fluides thixotropes. Les résultats de ces deux travaux ont montré une très bonne concordance entre la partie numérique, la partie des corrélations et la partie expérimentale.

II.4.2 Application à la rhéométrie.

Certains fluides, en particulier les suspensions, ne peuvent pas être analysés dans les appareils utilisés traditionnellement comme les rhéomètres à cause de la sédimentation et les effets décrits précédemment.

Le concept de Metzner et Otto permet d'utiliser de petits agitateurs comme rhéomètres. Avec cette approche on peut obtenir la vitesse de cisaillement et la contrainte à partir des mesures de couple en fonction de la vitesse d'agitation et la connaissance de K_p et de K_s (Doraiswamy et al., 1994).

Le travail de Brito De La Fuente et al. (1998) est un exemple de l'utilisation des agitateurs comme viscosimètres. Dans cette étude un ruban hélicoïdal raccordé à un rhéomètre commercial a permis d'obtenir des valeurs de la viscosité des fluides rhéofluidifiants plus stables qu'avec les géométries traditionnelles. De plus, le phénomène de sédimentation n'a pas été observé.

II.5 Problématique et objectifs spécifiques.

En résumé, les appareils actuellement utilisés pour mesurer en continu les paramètres rhéologiques présentent les inconvénients suivants :

- a) Ils requièrent un grand espace dans le voisinage du procédé.
- b) Ils peuvent provoquer l'accumulation et la désagrégation des particules en suspensions dans une ligne de mesure en dérivation.
- c) Ils forment des couches moins concentrées près des surfaces où la mesure est effectuée.
- d) Ils ne mesurent pas la viscosité ou les propriétés rhéologiques comme tels.

e) Ils ne permettent pas d'observer l'évolution rhéologique du fluide dans le procédé.

L'utilisation du mélangeur statique comme viscosimètre en ligne est une option viable pour le contrôle de la qualité des sauces de couchage, car il évite les inconvénients mentionnés précédemment, s'applique à un fluide rhéofluidifiant et permet de calculer les paramètres rhéologiques. De plus, il mélange en assurant de cette façon l'uniformité dans le procédé en continu.

À l'heure actuelle, il n'existe aucun travail expérimental relié à l'utilisation d'un mélangeur statique comme viscosimètre. Les travaux existants (pour certains types de mélangeurs en particulier) sont reliés aux sujets suivants :

- a) Application d'une méthode numérique à l'étude du profil d'écoulement, calcul de la perte de charge et à l'étude des caractéristiques du mélange dans le mélangeur (Arimond et Leewis, 1985; Tanguy, et al. 1990; Bakker et al., 1994; Jeanson, 1995; Byrde et Sawley, 1996; Karoui et al., 1997; Fradette et al., 1997).
- b) Établissement de la relation f ou K_f vs Re pour des fluides newtoniens et des fluides non newtoniens (Lecjaks et al., 1987; Shah et Kale, 1991; Gokul et Kale, 1992).
- c) Étude de l'homogénéité et de l'efficacité de la dispersion (Sir et Lecjaks, 1982; Al Taweel et Chen, 1996).
- d) Modélisation de la dispersion (Shintre et Ulbrecht, 1983; Shintre, 1988) et du mécanisme de mélange (Gale, 1990).
- e) Obtention de la perte de charge pour des fluides newtoniens et non newtoniens (Li et al., 1997) et étude du transfert de chaleur (Li et al., 1996).

Le travail de Janson (1995) présente un intérêt particulier car la simulation d'écoulement de fluides visqueux à l'aide du logiciel POLY 3DTM permet d'obtenir la perte de charge. En plus le développement d'une méthode analytique à partir de l'analogie de l'agitation

mécanique au mélange statique est proposé. Cette méthode permet de calculer les indices de comportement et de consistance pour un fluide du type loi de puissance, et la viscosité en ligne.

À l'issue de cette analyse, nous pouvons définir les objectifs spécifiques de notre travail. Notre premier objectif est de poursuivre le développement analytique, à partir du concept de Metzner et Otto et de la théorie de l'agitation mécanique, du principe de mesure des paramètres rhéologiques proposé par Jeanson (1995).

Pour tester ce principe, l'obtention de mesures expérimentales joue un rôle important. La vérification du fonctionnement du système de mesure de la perte de charge dans le montage constitue donc notre deuxième objectif.

L'établissement des constantes K_p et K_s pour le système de mélange du montage est le troisième objectif, car à partir de ces constantes et des mesures de la perte de charge, nous obtenons les propriétés rhéologiques des fluides homogènes et des fluides modèles des sauces de couchage. L'analyse de sensibilité des mesures obtenues est un sous-objectif important.

La réalisation de ces trois objectifs nous permettra finalement d'établir une méthode pour calculer les paramètres rhéologiques en ligne pour des sauces de couchage.

CHAPITRE III

DÉMARCHE SCIENTIFIQUE

Dans ce chapitre nous présentons l'organisation des activités qui nous ont permis d'atteindre les objectifs de ce travail et de résoudre le problème posé (Figure 3.1). Ce chapitre comprend les deux parties que nous décrivons ci-dessous :

a) Démarche analytique.

Cette partie comprend le développement de la méthode analytique pour calculer la viscosité en ligne. Cette méthode est basée sur l'analogie entre l'agitation mécanique et le mélangeage statique. Ceci nous permet de définir les constantes K_p et K_s du système de mélangeurs en étude, lesquelles sont nécessaires pour calculer les paramètres rhéologiques.

b) Démarche expérimentale.

Cette partie comprend le développement expérimental qui nous a permis d'établir une méthodologie pour employer les mélangeurs statiques à titre de viscosimètre en ligne. On considère les trois étapes suivantes :

- ◆ Le montage et les mesures.
- ◆ L'étalonnage du système de mesure de la perte de charge.
- ◆ L'obtention de paramètres rhéologiques en ligne.

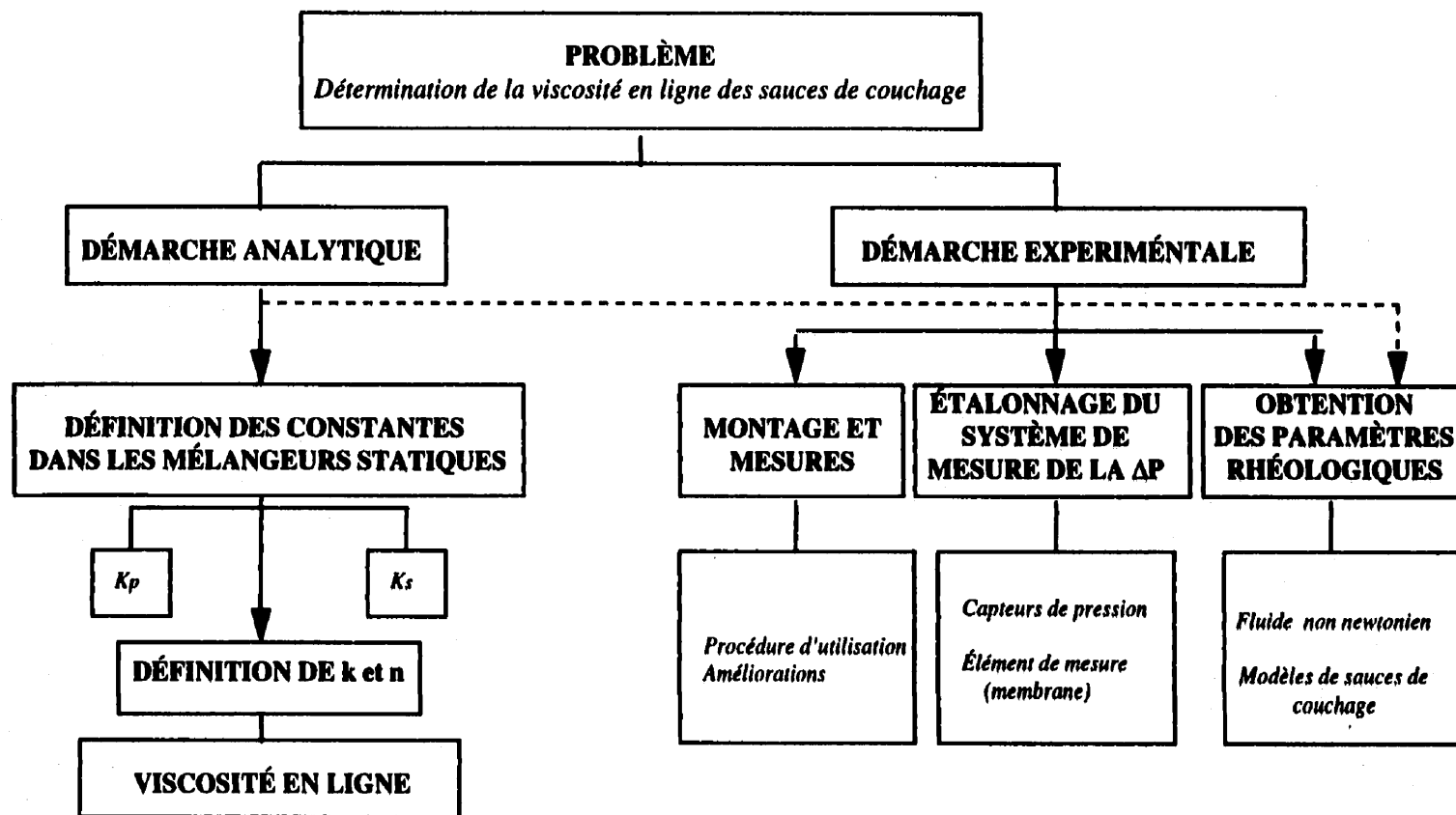


Figure 3.1 : Schéma de la démarche scientifique.

III.1 Démarche analytique.

Nous avons repris les notions décrites pour l'agitation mécanique dans la revue de la littérature (Chapitre II) dans le but de les appliquer au mélange statique dans le cadre d'un procédé en continu (R).

Nous définissons d'abord les expressions du nombre de Reynolds et du nombre de puissance pour un fluide newtonien qui s'écoule dans un tube en régime laminaire. Le nombre de Reynolds est défini comme le rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses par :

$$Re = \frac{DV\rho}{\mu} \quad (3.1)$$

Où D est le diamètre du tube et V est la vitesse moyenne dans le tube. Le nombre de puissance est établi comme le rapport entre la puissance consommée pour induire l'écoulement et la puissance liée aux forces d'inertie (Uhl et Gray, 1966).

$$N_p = \frac{P_c}{P_i} \quad (3.2)$$

On définit la puissance consommée, P_c , à partir de la relation existant entre cette puissance et la perte de charge du fluide dans le tube. En régime laminaire, les forces visqueuses (F_v) sont en équilibre avec les forces de pression (F_p).

$$F_v = \eta \left(\frac{\partial V_x}{\partial y} \right) A \propto \eta VL \quad (3.3)$$

$$F_p = \Delta P A \propto \Delta P D^2 \quad (3.4)$$

où A est l'aire de la section transversale d'écoulement, ΔP est la perte de charge dans le tube et D est le diamètre du tube.

Pour un fluide de viscosité élevée, on peut supposer que l'écoulement est laminaire. Les forces visqueuses étant en équilibre avec les forces de pression, l'équation de proportionnalité suivante peut être appliquée :

$$P \propto F_v V \propto F_p V \quad (3.5)$$

D'où l'on déduit l'expression de la puissance définie par l'équation 3.6 :

$$P_c = \Delta P D^2 V \quad (3.6)$$

Par ailleurs, on définit les forces d'inertie (F_i) par :

$$F = m * a \quad (3.7)$$

où la masse du fluide est exprimée par :

$$m = \rho(D^2 L) \quad (3.8)$$

et l'accélération par :

$$a = v \left(\frac{v}{D} \right) \quad (3.9)$$

on obtient alors :

$$F_i = \rho V^2 DL \quad (3.10)$$

La puissance liée aux forces d'inertie peut alors être évaluée par :

$$P_i \approx F_i * V = \rho V^3 DL \quad (3.11)$$

En reprenant l'équation 3.2, on définit alors le nombre de puissance par :

$$N_p = \frac{\Delta PD}{\rho V^2 L} \quad (3.12)$$

Cette équation, présente un grand intérêt pratique, étant donné qu'elle fait apparaître une perte de pression qui peut facilement être mesurée à divers endroits du procédé.

Considérons maintenant le cas d'un fluide non newtonien. D'après les travaux de Metzner et Reed (1955) et de Metzner et Otto (1957) le nombre de Reynolds, dans un tube est défini par :

$$Re_{LPR} = \frac{\rho D^n V^{(2-n)}}{8^{(n-1)} k} \quad (3.13)$$

Les équations 3.12 et 3.13 permettent de définir une nouvelle forme de $K_{p(n)}$. En reprenant les équations 2.13 et 2.18, K_p est décrite par l'équation 3.14 pour un fluide newtonien et $K_{p(n)}$ par l'équation 3.15 pour un fluide qui suit la loi de puissance.

$$K_p = \frac{\Delta P D^2}{\mu L V} \quad (3.14)$$

$$K_{p(n)} = N_p Re_{LPR} = \frac{\Delta P_n D^{(n+1)}}{8^{(n-1)} k L V^n} \quad (3.15)$$

Finalement en reprenant l'équation 2.21 on peut définir K_s par l'équation suivante :

$$K_s = \frac{D}{8V} * \left[\frac{\Delta P_{(n)}}{\Delta P} \right]^{\left(\frac{1}{n-1} \right)} \quad (3.16)$$

Pour le cas où le fluide newtonien de référence et le fluide rhéofluidifiant ont un rapport de viscosité sur l'indice de consistance différent de 1, l'équation précédente doit être modifiée :

$$K_s = \frac{D}{8V} * \left[\frac{\Delta P_{(n)}}{\Delta P} * \frac{\mu}{k} \right]^{\left(\frac{1}{n-1} \right)} \quad (3.17)$$

L'estimation des paramètres rhéologiques de la loi de puissance est faite à partir de la mesure de la perte de charge dans deux systèmes d'écoulement différents selon la démonstration qui suit :

Des équations 2.20 et 3.15, on sait que :

$$K_{p(n)} = K_p * K_s^{(n-1)} = \frac{\Delta P_n D^{(n+1)}}{8^{(n-1)} k L V^n} \quad (3.18)$$

Si on isole k pour les deux systèmes, on obtient :

$$k = \frac{\Delta P_{(n)1} D_1^{(n+1)}}{K_{p1} [8 * K_{s1}]^{(n-1)} V_1^n L_1} = \frac{\Delta P_{(n)2} D_2^{(n+1)}}{K_{p2} [8 * K_{s2}]^{(n-1)} V_2^n L_2} \quad (3.19)$$

En réarrangeant les termes, on obtient l'équation suivante qui définit n :

$$n = 1 + \frac{\log \left[\frac{\Delta P_{(n)2} K_{p1} L_1}{\Delta P_{(n)1} K_{p2} L_2} \right]}{\log \left[\frac{K_{s2}}{K_{s1}} \right]} \quad (3.20)$$

Cette dernière équation a été obtenue en considérant $D_1=D_2$ et $V_1=V_2$. Finalement il ne reste plus qu'à calculer la valeur de n et à la substituer dans l'équation 3.19 pour obtenir la valeur de k.

Pour calculer la viscosité en ligne à partir de ces paramètres rhéologiques, on définit d'abord, par analogie avec l'agitation mécanique, l'expression de Metzner et Otto (2.12) dans un tube par :

$$\dot{\gamma}_e = K_s \frac{V}{D} = 4K_s \frac{Q}{\pi D^3} \quad (3.21)$$

L'expression de la viscosité apparente d'un fluide qui suit la loi de puissance, décrite par l'équation 2.11, peut être transformée en l'équation 3.22 qui décrit la viscosité apparente en ligne.

$$\eta = k \left(\frac{4K_s Q}{\pi D^3} \right)^{n-1} \quad (3.22)$$

III. 2 Démarche expérimentale.

III.2.1 Montage et mesures.

La première étape expérimentale a consisté à se familiariser avec l'équipement existant (qui était quasi-opérationnel), avec les instruments et les fluides impliqués dans les expériences, à développer une procédure d'utilisation, et à établir les techniques pour mesurer les variables étudiées.

III.2.1.1 Montage.

a. Système d'écoulement (Figure 3.3) :

- ◆ 1,5 m de tuyau en acier inoxydable de 0,0254 m de diamètre interne.
- ◆ Pompe volumétrique à cavité progressive avec deux éléments de pompage et un variateur de vitesse; débit de $5 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ pour fluides ayant une viscosité inférieure à 1 Pas, contenant des particules solides de taille inférieure à 5 microns et ayant une teneur en matière solide de 50 à 60%.
- Réservoir en acier inoxydable d'une capacité de 60 L.
- ◆ 2,30 m de tube en plastique de 0,0254 m de diamètre pour le retour au réservoir.

b. Système pour mesurer la perte de charge (Figure 3.4) :

- ◆ Deux capteurs de pression différentiels à capacitance (modèle 274 de la Société Viatran) avec connecteurs du type " *twist lock* ". Ces capteurs sont très sensibles et peuvent supporter sans dommage des surpressions de 10^6 Pa . Nous présentons au Tableau 3.1 quelques caractéristiques des capteurs utilisés et sur la Figure 3.2 les courbes correspondantes à l'étalonnage du fabricant.

- ♦ Trois cellules de mesure équipées d'une membrane en latex d'épaisseur 0,07 mm.
- ♦ Un circuit hydraulique (eau) en acier inoxydable pour transmettre la pression de la membrane en latex à une des entrées du capteur.

Ce système permet de mesurer de faibles pertes de charge comparées à la pression de ligne, en évitant la sédimentation de particules dans le circuit de transmission hydraulique.

Tableau 3.1: Caractéristiques des capteurs de pression différentiels.

CAPTEUR # SÉRIE	FSPR (mm H ₂ O)	FSO (Volts)	ÉTALONNAGE FABRICANT (Volts)
238322	0 - 127	0-5	3,975
238323	0 - 127	0-5	3,978
268740	0 - 1270	0-5	4,005
268741	0 - 2540	0-5	3,992

FSPR: Intervalle complet de l'échelle de pression.

FSO: Échelle complète du signal.

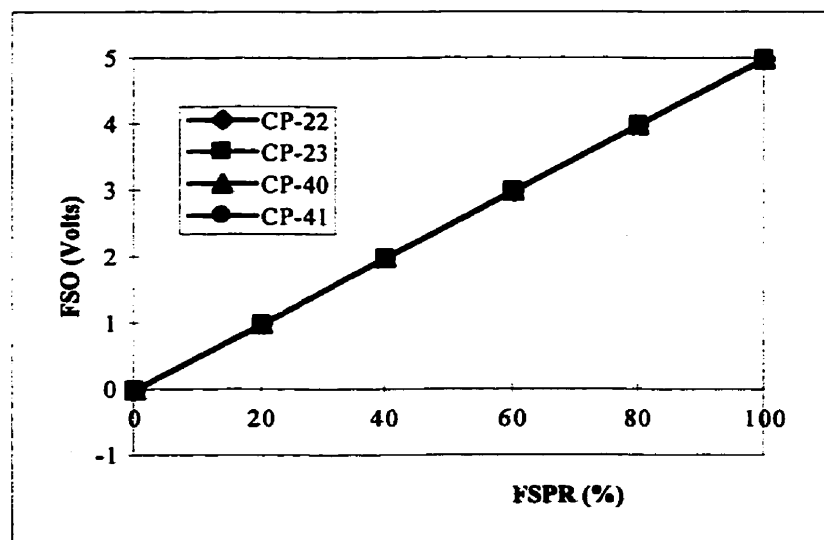


Figure 3.2 : Étalonnage du fabricant.

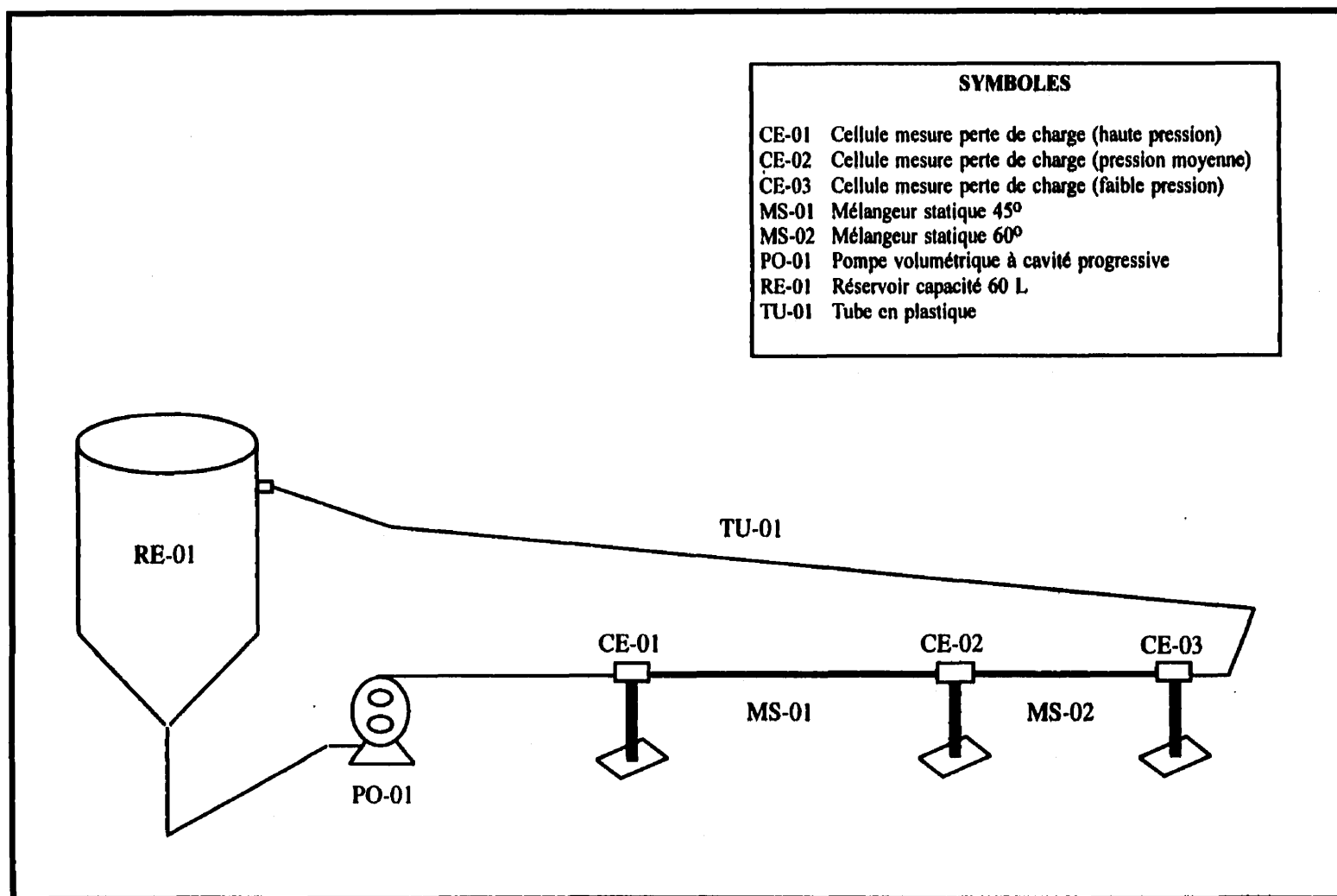


Figure 3.3 : Système d'écoulement.

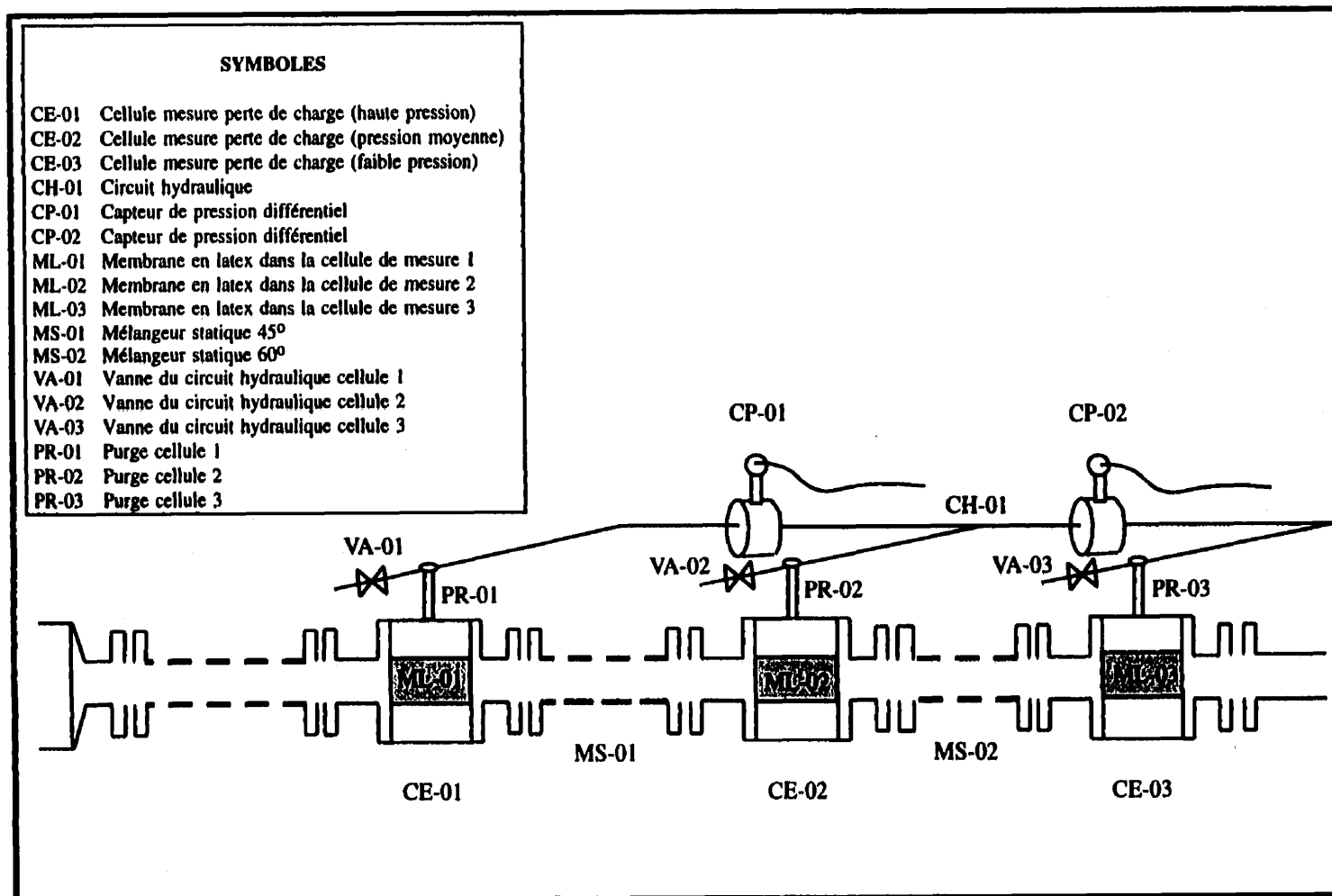


Figure 3.4 : Système de mesure de la perte de charge.

c. Mélangeurs statiques (Figure 3.5).

Les mélangeurs statiques sont basés sur le principe des mélangeurs LPD de Ross. Les caractéristiques sont présentées au Tableau ci-dessous :

Tableau 3.2: Caractéristiques des mélangeurs statiques.

MÉLANGEUR	ANGLE PAR RAPPORT A L'AXE D'ÉCOULEMENT	a (cm)	b (cm)	L (m)	NOMBRE D'ÉLÉMENTS
MS-01	45°	2,54	3,58	0,2365	10
MS-02	60°	2,54	2,84	0,1381	10

d. Système informatique de contrôle :

- ◆ Logiciel Labview^{MD} version 4.0 de National Instruments qui permet de commander le moteur et d'acquérir les mesures de voltage. Les valeurs du voltage sont enregistrées dans un fichier à toutes les secondes (taux d'acquisition : 50 mesures par seconde). Ces valeurs sont converties par le logiciel en les valeurs de la perte de charge (mm H₂O).

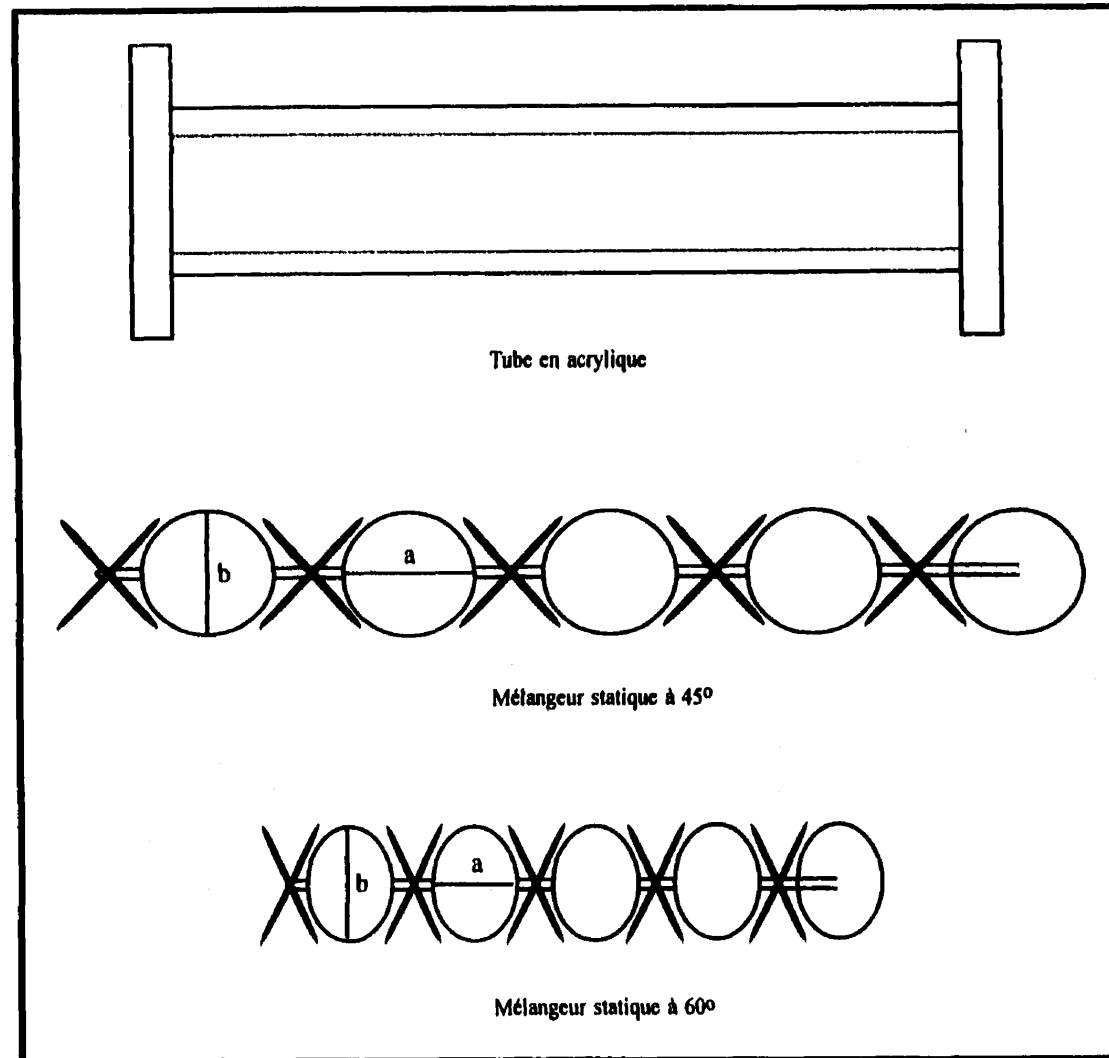


Figure 3.5 : Mélangeurs statiques.

III.2.1.2 Procédure d'utilisation.

Après les premières expériences, la procédure d'utilisation suivante a été établie :

- a) Brancher l'appareillage et lancer le programme de contrôle.
- b) Remplir le réservoir du fluide d'étude, couvrir le réservoir avec le couvercle en acrylique et vérifier que le tube de retour en plastique soit connecté au réservoir.
- c) Vérifier que les vannes du circuit hydraulique et les trois purges du système de mesure de la perte de charge sont fermées.
- d) Fixer le nom du fichier et l'obtention du zéro (par défaut ou par acquisition) dans le programme.
- e) Sur le tableau de contrôle, fixer l'option AUTO pour le contrôle de la pompe. Démarrer le programme, puis la pompe à l'aide du programme.
- f) Bien purger le système de mesure : vannes du circuit hydraulique, purges et vis à proximité des membranes des capteurs (si les membranes sont installées, la purge doit être faite à l'aide des éprouvettes branchées aux valves vertes du circuit hydraulique).
- g) Attendre la stabilisation de la mesure (environ 20 secondes) et démarrer l'acquisition.
- h) Arrêter la pompe et le programme.

Remarques :

Il est nécessaire :

- a) de purger le système de mesure de pression pour l'obtention de mesures fiables et constantes. S'il n'y a pas de membrane, la purge doit être effectuée après tout changement de fluide.
- b) de nettoyer souvent les mélangeurs statiques, les vannes du circuit hydraulique et vis du système de mesure de la perte de charge pour éviter la formation des dépôts. On utilise de l'eau et des produits nettoyants standards.

III.2.1.3 Mesures.

Les fluides ont été préparés à partir de l'eau du robinet par agitation mécanique à l'aide d'un agitateur de laboratoire (modèle BDC 3030 de la Société Caframo) et une turbine à dents de scie (type Cowles). Les produits chimiques employés ont été du polyéthylène glycol 35000 qualité technique (PEG) de la Société Hoechst comme fluide de référence et du xhantane qualité alimentaire (XTN), Keltrol K, de la Société Kelco comme fluide rhéofluidifiant. Pour les modèles de sauces de couchage, nous avons utilisé une suspension de carbonate de calcium (Carbital 90 de la Société ECC International) et du xhantane 0,7%. Le Tableau 3.3 décrit les formulations des fluides étudiés.

Tableau 3.3: Formulations employées pour la préparation des fluides étudiés.

FLUIDE	EAU (g)	PRODUIT CHIMIQUE (g)
PEG 14%	86	14
PEG 16%	84	16
PEG 18%	82	18
XTN 0,3%	0,3	99,7
XTN 0,5%	0,5	99,5
XTN 0,7%	0,7	99,3
	XTN 0,7% (kg)	CaCO ₃ (kg)
MODÈLE #1	5	100
MODÈLE #2	10	100
MODÈLE #3	25	100

Les propriétés physiques mesurées sont présentées au Tableau 3.4. Nous avons utilisé des ballons jaugés pour déterminer la masse volumique, un four pour obtenir la teneur en matière solide et un viscosimètre à cylindres concentriques Bohlin 88 BV (géométrie Couette et vitesse de cisaillement imposée) pour mesurer les propriétés rhéologiques. Pour ces dernières, nous avons couvert une gamme de vitesse de cisaillement comprise entre 24,5 à 697 s^{-1} , dans laquelle les fluides se comportent bien comme fluides de type loi de puissance.

Tableau 3.4: Propriétés physiques des fluides étudiés.

FLUIDE	ρ (kg/m^3)	SOLIDES (% masse)	μ (Pa·s)	k ($Pa\ s^n$)	n
PEG 14%	1017	-	0,0584	-	-
PEG 16%	1024	-	0,0782	-	-
PEG 18%	1030	-	0,1044	-	-
XTN 0,3%	1000	-	-	1,20	0,28
XTN 0,5%	1000	-	-	4,38	0,18
XTN 0,7%	1000	-	-	5,93	0,15
MODÈLE #1	1704	71	-	1,20	0,52
MODÈLE #2	1652	68	-	2,08	0,44
MODÈLE #3	1500	60	-	2,73	0,36

Le débit a été mesuré à l'aide d'une éprouvette et d'un chronomètre. Il a été évalué pour toutes les vitesses de la pompe. La perte de charge a été mesurée à partir des cellules de mesure et des capteurs de pression différentiels sous forme de voltage (0 - 5 V). La valeur finale a été obtenue directement sur l'écran de l'ordinateur en mm d'eau.

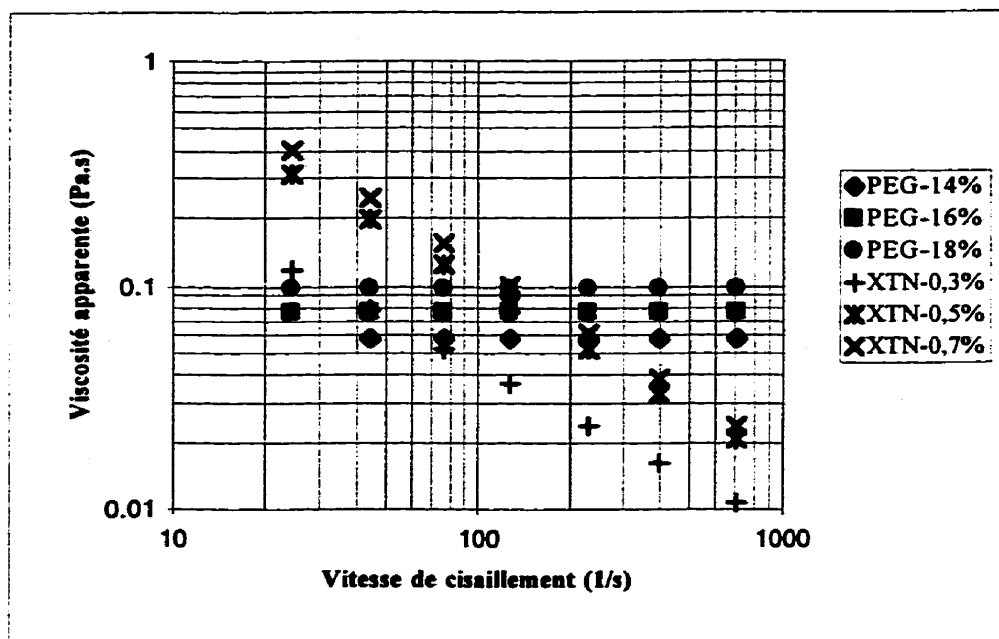


Figure 3.6 : Graphique viscosité apparente - vitesse de cisaillement.

III.2.1.4 Analyse d'erreur dans le montage.

L'estimation de l'incertitude sur les mesures est essentielle pour déterminer le degré de confiance que l'on peut accorder aux résultats. Elle permet aussi d'identifier et de traiter d'éventuelles anomalies.

Il est parfois possible d'estimer une erreur de façon quantitative, et de l'intégrer dans le traitement des résultats. Mais il arrive aussi que l'on ne puisse l'estimer que de façon qualitative. Quoiqu'il en soit, on distingue deux types d'erreur : les erreurs aléatoires et systématiques (Bertaud, 1971) :

a) l'erreur aléatoire varie de façon imprévisible lorsque l'on effectue plus d'une fois la même mesure dans les mêmes conditions. Elle est estimée à partir d'un échantillon suffisamment représentatif comme la racine carrée de la variance de la fonction (estimateur) des observations de cet échantillon. L'estimateur est d'autant plus efficace que sa variance est petite. C'est donc cette erreur aléatoire qu'il convient de déterminer le plus exactement possible.

b) l'erreur systématique est constante lorsque l'on effectue plusieurs fois la même mesure, et peut être difficilement déterminée. Cette erreur correspond à une distorsion ou un biais. C'est la différence entre la valeur réelle du paramètre que l'on se propose de déterminer et la moyenne arithmétique de l'estimateur utilisé pour déterminer le paramètre.

Nous analysons ci-dessous les sources d'erreur possibles dans le montage et dans les mesures.

a) Montage.

La section de tuyauterie, entre la sortie du premier mélangeur et l'entrée du deuxième, n'a pas la longueur suffisante pour permettre que l'écoulement s'établisse dans cette section. Ceci fausse la mesure de pression dans la deuxième cellule, surtout pour les mesures avec le mélangeur statique. Nous avons observé un phénomène semblable à un tourbillon, qui est plus intense en présence de solides et pour les débits les plus élevés.

À l'entrée de la première cellule, après avoir installé un tube, nous avons une longueur correspondante à $L/D = 50$ ce qui nous permet d'atteindre un écoulement établi (Bowen,

1961). À la sortie de la troisième cellule, il faudrait rallonger le tube pour assurer un écoulement établi, actuellement la valeur de la relation L/D est plus petite que 50.

Un autre facteur important à considérer est le temps de stabilisation des mesures. Il faut prendre les mesures environ 45 secondes après le changement de débit pour obtenir des données peu dispersées.

L'acquisition du zéro est faite lorsque le système est prêt pour les mesures et que la pompe est arrêtée. Il joue un rôle très important car il permet de réduire le biais. De la même façon, la purge du système élimine la présence de bulles d'air dans les tubes de mesure de la perte de charge qui peuvent fausser les mesures.

b) Mesures.

♦ Mesure de la perte de charge.

Cette mesure est affectée par les facteurs suivants : la distance entre l'entrée et la sortie des cellules de mesure de pression différentielle, la présence du mélangeur statique qui crée des tourbillons, la teneur en matière solide, le zéro, le temps de stabilisation des mesures, la purge et le coefficient d'étalonnage.

♦ Mesure du débit.

Cette mesure est entachée de l'erreur d'étalonnage (biais).

♦ Mesure des propriétés physiques.

Plusieurs échantillons sont prélevés dans les mêmes conditions, puis les mesures sont répétées pour chaque échantillon. Ceci permet de déterminer une erreur aléatoire et un écart-type.

En outre, il faut souligner qu'il y a d'autres sources d'erreur liées aux instruments (étendue, fidélité, sensibilité, résolution, temps de réponse, étalonnage, le zéro, conditions d'utilisation, etc.), à l'environnement (température, humidité, vibrations, etc.), à l'observation (expérimentateur, lectures visuelles, interpolation, conversions d'unités, etc.), à diverses autres raisons (contrôle inadéquat, représentativité des échantillons, plan d'expériences, etc.).

L'incertitude sur les mesures a été évaluée à partir des erreurs relatives et de l'écart-type de chaque série de mesure (Rabinowicz et Cook, 1963; Hall, 1977).

III.2.1.5 Traitement des mesures.

Il est important non seulement de savoir comme utiliser les données disponibles mais il est aussi essentiel, lorsque le cas se présente, de savoir comment obtenir les données nécessaires pour assurer une prise de décision rationnelle ou encore pour valider certaines théories ou modèles formulés. À cet effet, l'analyse de résultats a été basée sur les mesures de tendance centrale (moyenne arithmétique, variance, écart-type et coefficient de variation).

Pour estimer statistiquement l'incertitude des mesures, nous avons analysé un ensemble de 3 échantillons et 5 répétitions par échantillon. À partir des valeurs obtenues nous

avons analysé les tendances des phénomènes et nous avons pris de décisions pour établir les relations entre les variables. Notre méthode a été principalement basée sur la régression linéaire et l'analyse de la variance (Rainville et Baillargeon, 1976; Walpole et Myers, 1992).

III.2.2 Étalonnage du système de mesure de la perte de charge.

L'étalonnage du système de mesure de la perte de charge a pour but de :

a) Vérifier pour les capteurs de pression différentiels l'étalonnage standard fourni par le fabricant.

Cette vérification a été obtenue moyennant la mesure du voltage pour une perte de charge fixée (statique) et l'établissement du graphique ΔP donnée en fonction de ΔP mesurée. Pour ce faire un système de trois éprouvettes a été conçu afin d'appliquer une pression différentielle aux capteurs et de faire l'étalonnage des deux capteurs en même temps.

b) Vérifier que l'élément de mesure de pression (la membrane) transmet de façon satisfaisante la pression de la surface en contact avec le fluide au capteur de pression.

Cette vérification a été obtenue moyennant la mesure de perte de charge pour un fluide newtonien en régime laminaire dans le système sans mélangeur (tube vide). La mesure obtenue par les capteurs de pression est comparée à la pression obtenue par la théorie.

III.2.3 Obtention des paramètres rhéologiques en ligne.

Après avoir vérifié que le système de mesure de perte de charge fonctionne d'une manière satisfaisante, nous avons obtenu les paramètres rhéologiques en ligne pour des fluides non newtoniens et des modèles de sauce de couchage en employant les mélangeurs statiques.

Pour obtenir ces paramètres rhéologiques, les étapes suivantes ont été suivies :

- a) Mesurer la perte de charge d'un fluide newtonien de référence et la perte de charge des fluides rhéofluidifiants connus.
- b) Calculer les constantes K_p et K_s (selon les équations 3.14, 3.15 et 3.16 du Chapitre III) pour les deux mélangeurs statiques.
- c) Établir la valeur des constantes pour chaque mélangeur.
- d) Mesurer la perte de charge pour le fluide à l'étude.
- e) Calculer la valeur des propriétés rhéologiques k et n à l'aide des équations 3.19 et 3.20, respectivement.
- f) Calculer la viscosité en ligne à l'aide de l'équation 3.22.

Pour le cas des modèles de sauce de couchage, il faut appliquer cette procédure à partir de l'étape (d) et utiliser les valeurs des constantes établies à l'étape (c).

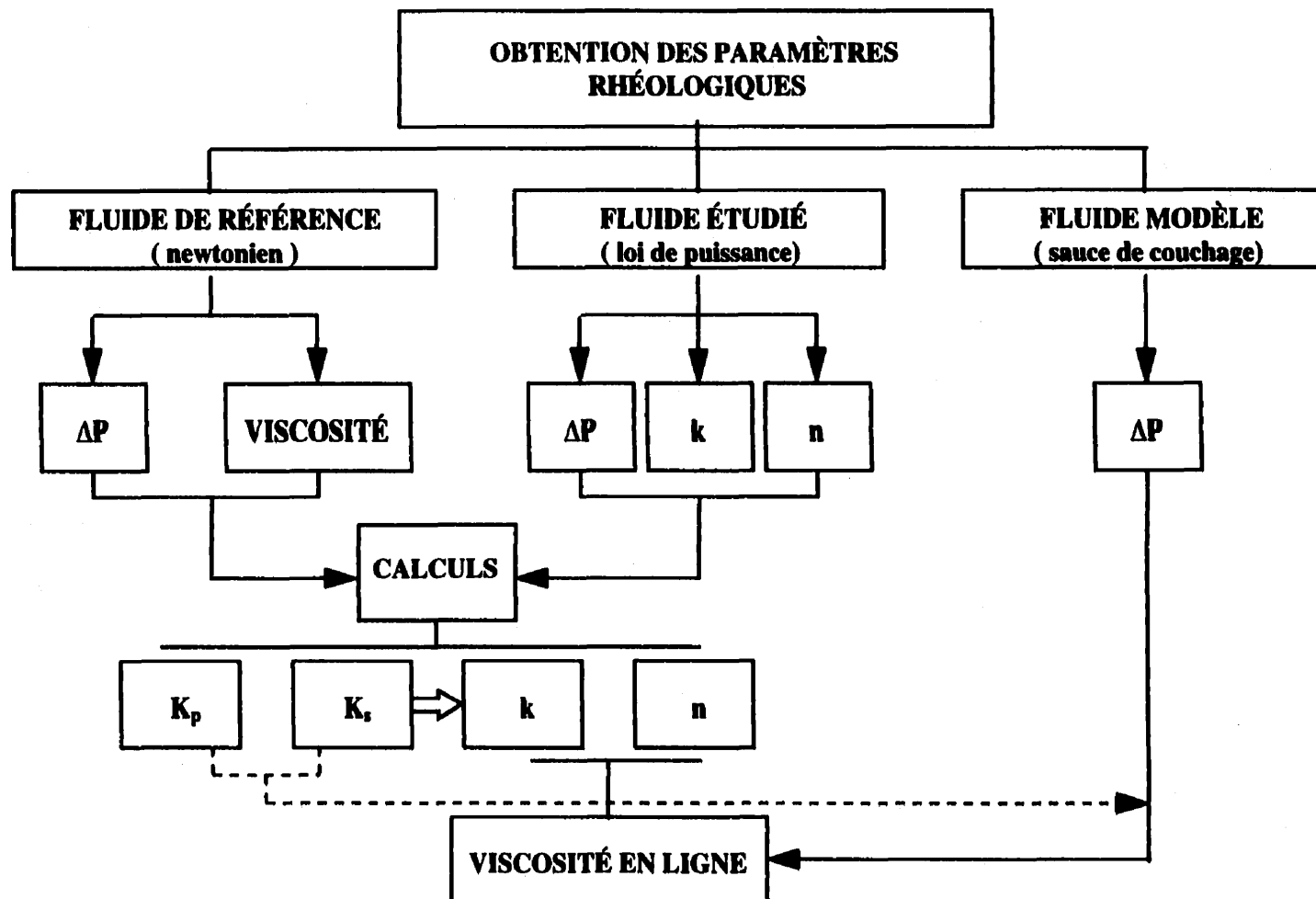


Figure 3.7 : Schéma de l'obtention des paramètres rhéologiques en ligne.

CHAPITRE IV

ANALYSE DES RÉSULTATS

Ce chapitre est consacré à l'analyse des différents résultats : les résultats statistiques, les résultats de l'analyse d'erreur, l'établissement de tendances, la présence d'anomalies, ... Après avoir présenté les résultats de la validation du montage, nous ferons le point sur l'établissement des constantes K_p , $K_{p(n)}$ et K_s , ainsi que sur le calcul des paramètres rhéologiques.

IV.1 Étalonnage du système de mesure.

IV.1.1 Caractérisation de la pompe.

Le Tableau 4.1 montre le débit (Q) et la vitesse moyenne (V_{moy}) correspondants aux fréquences (Fréq) du moteur de la pompe. Le plus grand débit a été de $3 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ qui représente 60% du débit maximum de la pompe. Le coefficient de variation (CV) présenté par ces mesures fluctue entre 0,12% et 1,33%, ce qui nous assure une homogénéité des résultats.

Tableau 4.1 : Comparaison entre le débit mesuré et le débit calculé (fluides newtoniens et rhéofluidifiants).

FRÉQ (%)	Q (m/s ³)			DIFFÉRENCE (%)	V _{moy} (m/s)
	MESURÉ	%CV	CALCULÉ		
10	2,73 x10 ⁻⁵	0,27	3,00 x10 ⁻⁵	9,0	0,0541
20	5,93 x10 ⁻⁵	1,00	6,00 x10 ⁻⁵	1,2	0,1172
30	8,85 x10 ⁻⁵	1,11	9,00 x10 ⁻⁵	1,7	0,1749
40	1,19 x10 ⁻⁴	0,73	1,20 x10 ⁻⁴	0,8	0,2351
50	1,53 x10 ⁻⁴	0,45	1,50 x10 ⁻⁴	2,0	0,3023
60	1,84 x10 ⁻⁴	0,22	1,80 x10 ⁻⁴	2,2	0,3636
70	2,12 x10 ⁻⁴	0,12	2,10 x10 ⁻⁴	0,9	0,4189
80	2,44 x10 ⁻⁴	0,55	2,40 x10 ⁻⁴	1,7	0,4822
90	2,75 x10 ⁻⁴	1,32	2,70 x10 ⁻⁴	1,8	0,5434
100	3,06 x10 ⁻⁴	1,33	3,00 x10 ⁻⁴	2,0	0,6047

Sur la Figure 4.1, nous observons qu'il n'existe presque pas de différence entre le débit mesuré et le débit calculé à partir du pourcentage de fréquence de la pompe (100% = 60 Hz). Notons que la différence varie entre 0,8% et 9,0% ce que nous attribuons aux erreurs expérimentales (remplissage des éprouvettes et mesure du temps de remplissage). Ces erreurs se répercutent davantage sur les plus petits débits.

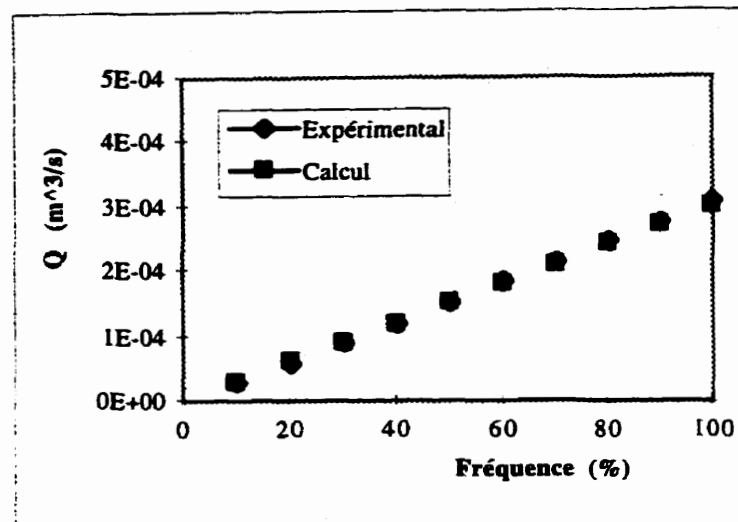


Figure 4.1: Étalonnage de la pompe.

IV.1.2 Capteurs de pression différentiels.

Les données d'étalonnage des capteurs de pression différentielle (CP) sont présentées au Tableau 4.2. Ces expressions ont été obtenues à partir des mesures de perte de charge ($mm\ H_2O$) : perte de charge donnée (ΔP_d) et perte de charge mesurée (ΔP_m).

L'étalonnage a été fait selon les données fournies par le fabricant. Un voltage nul correspond à une perte de charge nulle, et un voltage de l'ordre de 5V correspond à la valeur maximale de la perte de charge spécifiée dans la fiche technique. Entre les deux, on suppose qu'il existe une relation linéaire perte de charge - voltage.

Une légère différence a été trouvée entre les pentes fournies par le fabricant et celles obtenues par l'étalonnage, ce qu'on attribue aux différentes conditions d'étalonnage. L'étalonnage du fabricant a été effectué à partir des mesures de voltage, soit d'entrée ou

de sortie, tandis que nous avons mesuré des pertes de pressions dans les conditions de manipulation du laboratoire.

Tableau 4.2 : Facteur d'étalonnage des capteurs de pression différentiels.

CAPTEUR (# SÉRIE)	EXPRESSION	
	FABRICANT	EXPÉRIMENTALE
CP-01 : 238322	$\Delta P_m = 0,999\Delta P_d - 0,03$	$\Delta P_m = 0,979\Delta P_d + 4,52$
CP-02 : 238323	$\Delta P_m = 0,999\Delta P_d - 0,03$	$\Delta P_m = 0,979\Delta P_d + 2,29$
CP-01 : 268740	$\Delta P_m = 0,999\Delta P_d + 1,10$	$\Delta P_m = 0,980\Delta P_d + 1,17$
CP-02 : 268741	$\Delta P_m = 1,002\Delta P_d - 0,41$	$\Delta P_m = 0,961\Delta P_d - 10,17$

Le facteur d'étalonnage a été établi par la pente de l'expression obtenue expérimentalement, ce qui correspond à 0,97 pour la première paire de capteurs et à 0,98 et 0,96 pour la deuxième (voir Tableau 4.2). Le coefficient de régression obtenu de ces expressions est de 0,999.

Les Figures 4.2 et 4.3 illustrent les courbes d'étalonnage. Notons que le CP-02 de la paire deux (Figure 4.3) présente une ordonnée à l'origine d'approximativement 10 mm H₂O, cette constante n'intervient pas sur les mesures consécutives car elle est corrigée par l'acquisition du zéro au début de chaque expérience.

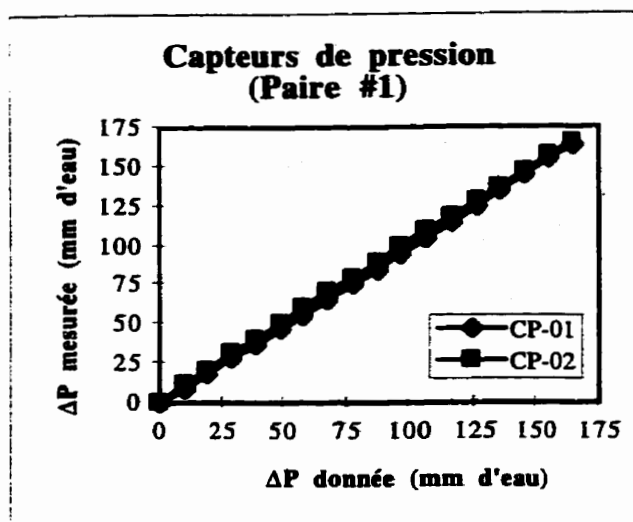


Figure 4.2 : Courbe d'étalonnage pour les capteurs de pression (paire #1).

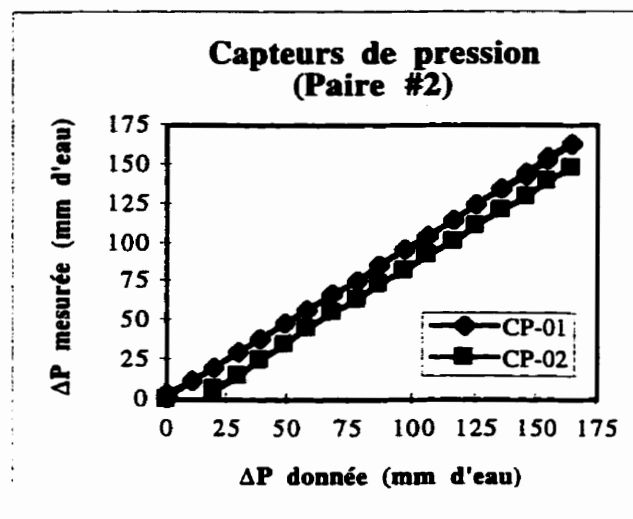


Figure 4.3 : Courbe d'étalonnage pour les capteurs de pression (paire #2).

En général, pour les quatre capteurs de pression, le coefficient de variation moyen des mesures de la perte de charge varie entre 0,03% et 0,80% (Tableau 4.3).

Tableau 4.3 : Incertitude sur les mesures d'étalonnage des capteurs de pression.

CAPTEUR (# SÉRIE)	CV moyen
CP-01 : 238322	0,05 %
CP-02 : 238323	0,03 %
CP-01 : 268740	0,44 %
CP-02 : 268741	0,80 %

Il faut souligner que les capteurs de pression fournissent des mesures plus précises pour des pressions comprises entre 50% et 100% de l'échelle complète de fonctionnement (FSPR), soit de 63 à 127 mm H₂O pour la première paire et pour la deuxième de 635 à 1270 mm H₂O (CP-01) et de 1270 à 2540 mm H₂O (CP-02).

IV.1.3 Élément de mesure.

Plusieurs membranes en latex ont été étudiées dans le but de choisir celle possédant la résistance et la sensibilité requises pour les expériences. La membrane choisie a une épaisseur de 0,07 mm et est résistante aux pressions existantes dans le banc (ΔP maximale : 30 kPa).

Les résultats des mesures de perte de charge pour un fluide newtonien de viscosité 0,1044 Pa s (PEG 18%) sont présentés au Tableau 4.4. Ces mesures ont été obtenues dans un tube vide (sans mélangeur statique) avec la membrane : (a), et sans la membrane : (s).

Nous supposons que la transmission de la pression s'effectue sans perte au niveau de la membrane, et donc que la déformation de la membrane est minime. Aucune étude n'a été menée pour vérifier cette hypothèse.

Tableau 4.4: Comparaison de la perte de charge pour le PEG 18%.

FRÉQ (%)	$\Delta P-01$ (Pa)		DIFF (%)	$\Delta P-02$ (Pa)		DIFF (%)
	SANS	AVEC		SANS	AVEC	
20	386,2	310,6	20	177,2	239,7	35
30	536,9	459,7	14	305,0	359,3	18
40	704,2	606,5	14	426,6	483,3	13
50	859,1	754,7	12	548,7	609,7	11
60	992,6	896,3	10	660,6	733,7	11
70	1158,4	1040,0	10	769,8	837,1	9
80	1287,8	1175,9	9	900,2	954,7	6
90	1011,3	1286,2	27	1012,0	1079,3	7
100	1091,9	1416,0	30	1135,4	1200,0	6

Notons sur les Figures 4.4 et 4.5 que la présence de la membrane produit certains effets sur la mesure de la perte de charge, effets qui diffèrent selon le capteur de pression considéré. Pour le CP-01 la mesure de la perte de charge avec membrane est environ 16% plus petite que la mesure de la perte de charge sans membrane. Pour le CP-02 la mesure de la perte de charge avec membrane est environ 13% plus grande que la mesure sans membrane. Cependant le caractère linéaire des courbes est la même pour les deux cas.

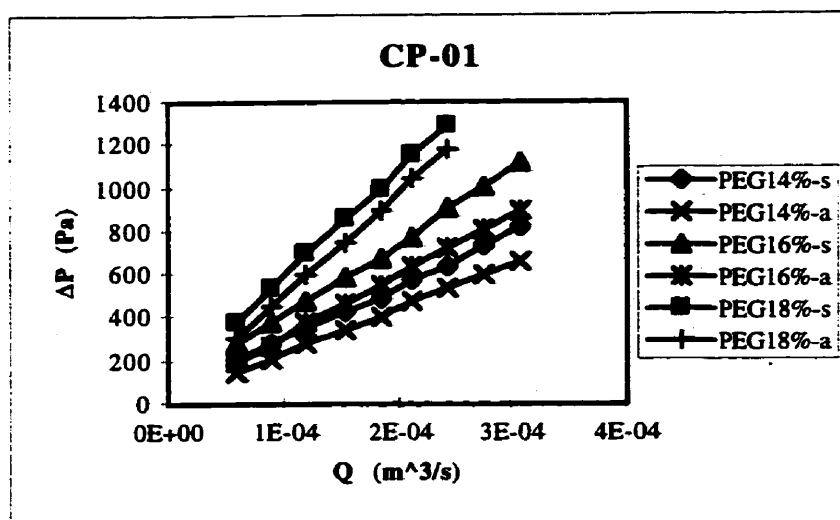


Figure 4.4 : Mesures de la perte de charge pour le CP-01 (fluides newtoniens).

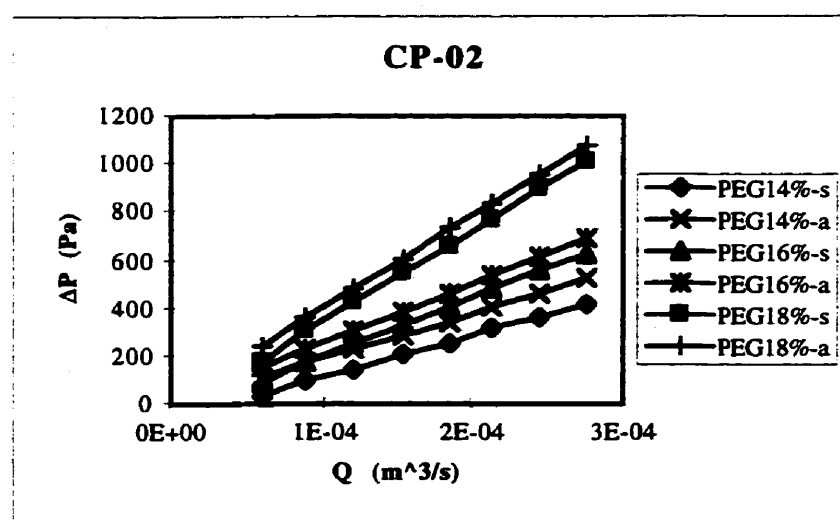


Figure 4.5 : Mesures de la perte de charge pour le CP-02 (fluides newtoniens).

Pour cet ensemble de mesures la valeur du coefficient de variation moyen varie entre 0,32% et 2,87%. Notons que l'incertitude reste dans le même intervalle, soit pour les mesures obtenues sans la membrane, soit pour les mesures obtenues avec la membrane.

Tableau 4.5 : Incertitude sur les mesures de perte de charge (fluides newtoniens).

FLUIDE	μ (Pa·s)	CV moyen (%)			
		$\Delta P-01$		$\Delta P-02$	
		SANS	AVEC	SANS	AVEC
PEG 14%	0,0584	1,38	0,88	2,25	0,82
PEG 16%	0,0782	1,90	0,32	2,37	0,96
PEG 18%	0,1044	1,78	2,87	1,80	1,69

Pour définir si la présence de la membrane affecte vraiment les mesures, nous présentons dans la partie suivante la comparaison de ces mesures et des valeurs obtenues pour les conditions d'expérimentation en utilisant le calcul de la perte de charge.

IV.2 Étalonnage du système de mesure dans le tube vide.

IV.2.1 Fluides newtoniens.

La comparaison entre la perte de charge mesurée dans le tube vide (avec la membrane) et celle calculée à partir de l'équation de Bernoulli pour un fluide newtonien en régime laminaire est présentée au Tableau 4.6.

Tableau 4.6 : Comparaison de la perte de charge mesurée et calculée pour PEG 14%.

V_{mov} (m/s)	Re	$\Delta P-01$ (Pa)		DIFF (%)	$\Delta P-02$ (Pa)		DIFF (%)
		Calculée	Mesurée		Calculée	Mesurée	
0,3157	145	353,5	395,6	12	274,5	251,0	0,9
0,3947	181	441,9	503,7	14	343,1	309,0	0,6
0,4736	217	530,3	617,3	16	411,8	366,6	1,8
0,5526	253	618,7	808,5	22	480,4	422,4	2,9
0,6315	289	707,0	872,9	23	549,0	475,2	4,5
0,7104	325	795,4	1010,9	27	617,7	535,9	4,3
0,7894	362	883,8	1146,8	29	686,3	585,2	5,9

La différence obtenue entre ces deux pertes de charge est autour de 21% pour le premier capteur de pression ce que nous attribuons à la présence d'effets d'entrée dans la première cellule de mesure. Ces effets sont provoqués par le pompage car la distance entre la sortie de la pompe et l'entrée de la cellule ne vérifie pas la relation $L/D \geq 25-50$. Pour le deuxième capteur, la différence est de 3%. Il faut souligner que les liaisons entre les tubes et la présence de la cellule de mesure peuvent perturber l'écoulement, donc la mesure. Ces phénomènes s'accroissent aux débits les plus élevés.

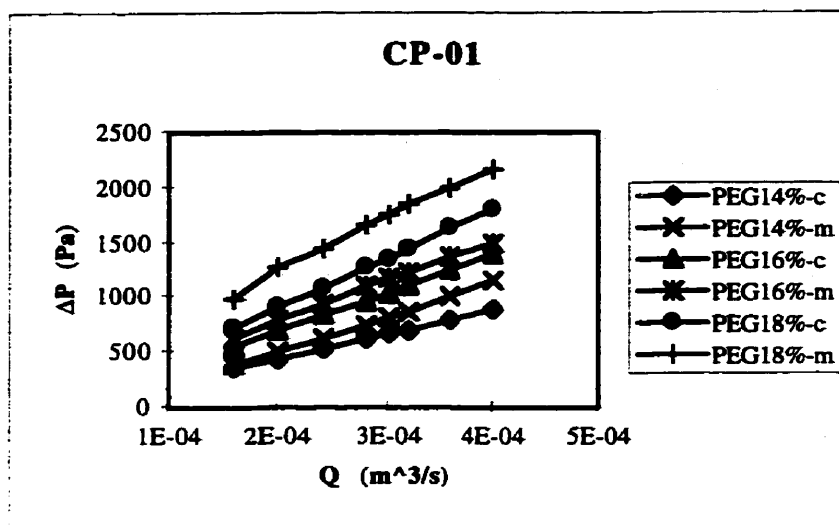


Figure 4.6 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-01 (fluides newtoniens).

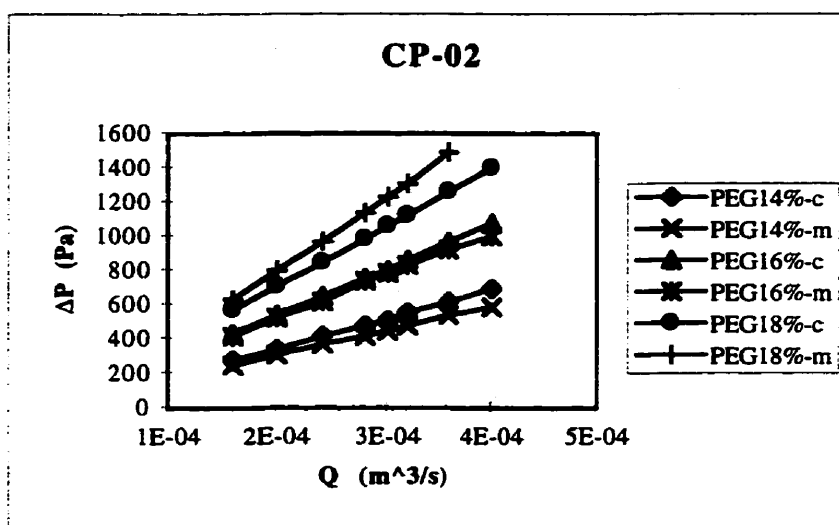


Figure 4.7 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-02 (fluides newtoniens).

Sur la Figure 4.6 et 4.7 nous pouvons observer que les mesures qui présentent une différence plus marquée correspondent aux mesures du fluide le plus visqueux (PEG 18%). De la même manière que pour les expériences précédentes le caractère linéaire des deux courbes est la même.

Pour éliminer les effets d'entrée dans la première cellule de mesure, nous avons installé un tube en acrylique à la sortie de la pompe de 50 cm de longueur, de telle sorte que $L/D = 50$. Les nouvelles mesures de la perte de charge dans cette section du système sont présentées sur la Figure 4.8, ainsi que le résumé des incertitudes, au Tableau 4.7, tant pour les mesures obtenues sans le tube que pour les nouvelles mesures.

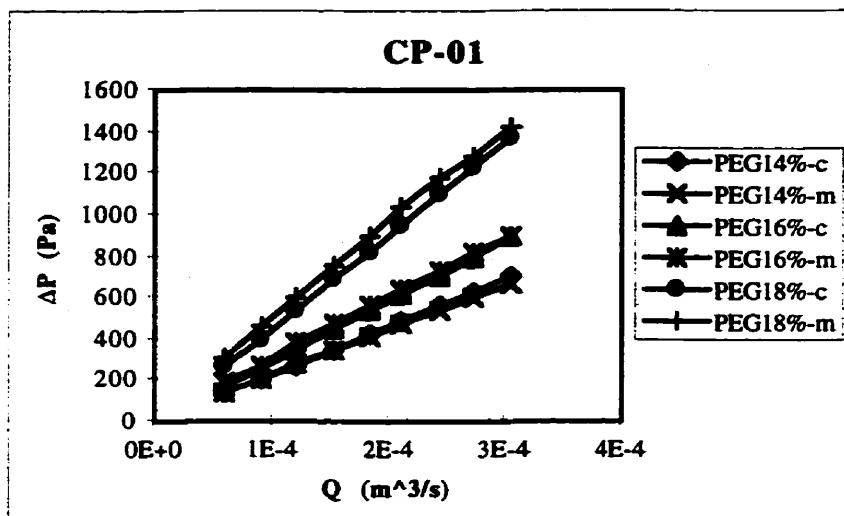


Figure 4.8 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-01 (fluides newtoniens et $L/D=50$).

Tableau 4.7 : Différence entre la perte de charge calculée et mesurée (fluides newtoniens).

FLUIDE	ΔP-01 DIFFÉRENCE (%)		ΔP-02 DIFFÉRENCE (%)
	SANS TUBE	AVEC TUBE	SANS TUBE
PEG 14%	20,6	0,9	2,8
PEG 16%	13,7	4,9	1,2
PEG 18%	36,7	9,9	1,7

Nous avons vérifié qu'avec le tube, la différence entre les pertes de charge est tombée à moins de 10%. Avec ces résultats satisfaisants, nous considérons que la membrane permet

d'obtenir des mesures acceptables dans l'intervalle de viscosité et de débit étudiés (Tableau 4.7).

IV.2.2 Fluides non newtoniens.

De la même manière que pour les fluides newtoniens, les résultats obtenus avec un fluide rhéofluidifiant avec $n = 0,18$ et $k = 4,38$ (XTN 0,5%) sont présentés au Tableau 4.8.

Tableau 4.8 : Comparaison de la perte de charge mesurée et calculée pour XTN 0,5%.

FRÉQ (%)	Re	$\Delta P-01$ (Pa)		DIFF (%)	$\Delta P-02$ (Pa)		DIFF (%)
		Calculée	Mesurée		Calculée	Mesurée	
10	3	508,2	492,4	3	394,6	397,2	4,0
20	13	579,6	538,5	7	450,1	422,3	6,0
30	27	620,4	568,3	8	481,7	448,6	7,0
40	45	652,4	593,2	9	506,6	472,7	7,0
50	74,0	680,9	621,0	9	528,7	500,0	5,0
60	104	702,6	647,7	8	545,6	531,1	3,0
70	134	719,7	673,6	6	558,9	560,9	0,3
80	174	737,1	697,0	5	572,4	592,2	3,0
90	216	752,3	717,4	5	584,1	624,4	7,0
100	262	766,0	745,9	3	594,8	653,3	10,0

Sur les Figures 4.9 et 4.10, nous observons que les deux courbes (perte de charge calculée et mesurée) ont tendance à se croiser ce qui divise les mesures en deux régions. Cette tendance est plus évidente pour le deuxième mélangeur que pour le premier.

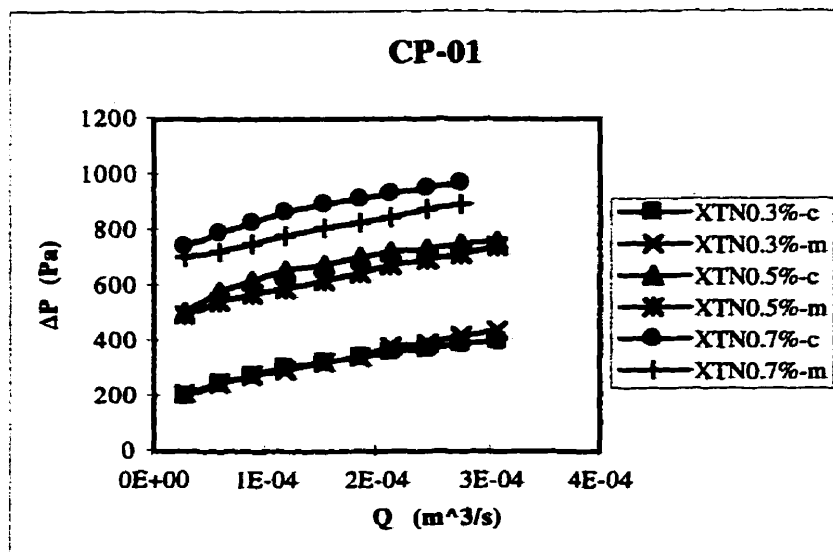


Figure 4.9 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-01 (fluides rhéofluidifiants).

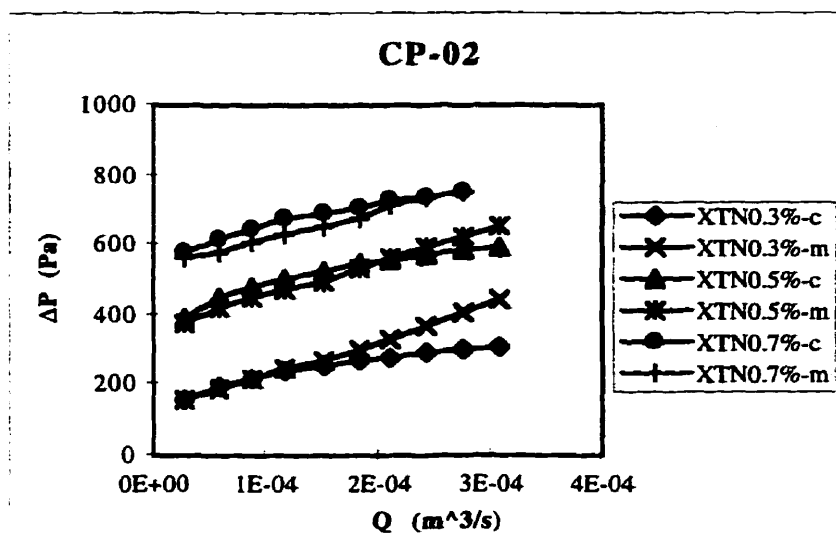


Figure 4.10 : Calcul et mesure de la perte de charge pour le CP-02 (fluides rhéofluidifiants).

Les différences présentes sur les figures précédentes pourraient éventuellement être dues aux phénomènes suivants :

- a) Des déformations de la membrane créées par la différence de masse volumique entre le fluide du circuit hydraulique et le fluide étudié.
- b) La membrane pourrait transmettre des variations dues à des instabilités d'écoulement.

En général pour tous les fluides rhéofluidifiants étudiés nous avons obtenu une différence qui varie entre 0,04% et 12% (voir Tableau 4.9). L'évaluation de l'incertitude sur les mesures nous assure une homogénéité des résultats (voir Tableau 4.10).

Tableau 4.9 : Différence entre la perte de charge calculée et mesurée (fluides rhéofluidifiants).

FLUIDE	k (Pa s ⁿ)	n	DIFFÉRENCE	
			$\Delta P-01$	$\Delta P-02$
XTN 0,3%	1,20	0,28	2 %	15 %
XTN 0,5%	4,38	0,18	6 %	1 %
XTN 0,7%	5,93	0,15	8 %	3 %

Tableau 4.10 : Incertitude sur les mesures de perte de charge (fluides rhéofluidifiants).

FLUIDE	CV	
	$\Delta P-01$	$\Delta P-02$
XTN 0,3%	1,35 %	0,71 %
XTN 0,5%	4,17 %	4,92 %
XTN 0,7%	1,62 %	2,04 %

IV.3 Mesure de la perte de charge avec les mélangeurs statiques.

IV.3.1 Fluide de référence.

Le PEG 14% a été choisi comme fluide de référence pour le calcul des paramètres rhéologiques. Les pertes de charge obtenues dans les mélangeurs statiques pour ce fluide sont présentées sur la Figure 4.11 et au Tableau 4.11. Nous n'avons pas de mesure pour le CP-02 au niveau de fréquence 80% car l'étendue du capteur de pression différentiel ne le permet pas.

Tableau 4.11 : Perte de charge dans les mélangeurs statiques pour le fluide de référence.

FRÉQ (%)	V (m/s)	Re	$\Delta P-01$ (Pa)	CV (%)	$\Delta P-02$ (Pa)	CV (%)
10	0,0541	24	1067,2	5,22	2169,6	2,98
20	0,1172	52	1462,7	1,42	3568,6	1,25
30	0,1749	77	2536,1	1,44	7275,9	1,01
40	0,2351	104	3746,2	2,99	12148,0	0,77
50	0,3023	134	5378,5	4,74	18138,0	1,09
60	0,3636	161	7158,4	2,23	24878,0	2,85
70	0,4189	186	9805,5	1,95	33150,0	2,71
80	0,4822	214	11877,0	2,21	---	---

À partir de ces résultats, la courbe du facteur de friction en fonction du nombre de Reynolds a été construite. La limite du régime laminaire, pour chaque mélangeur, a été établie graphiquement à partir de la Figure 4.12. Sur cette figure la première courbe correspond à un tube vide ($16/Re$), la deuxième au MS-01 et la troisième au MS-02. On peut voir que le régime laminaire correspond à un nombre de Reynolds inférieur à 50.

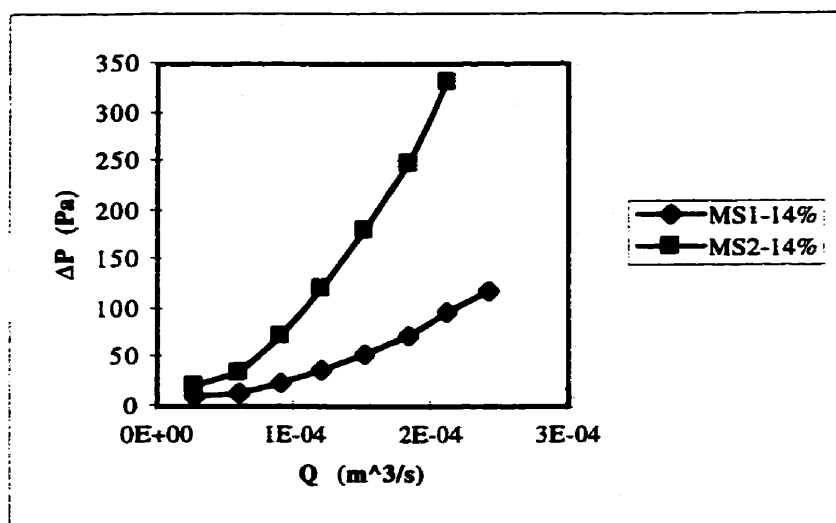


Figure 4.11 : Perte de charge avec le fluide de référence.

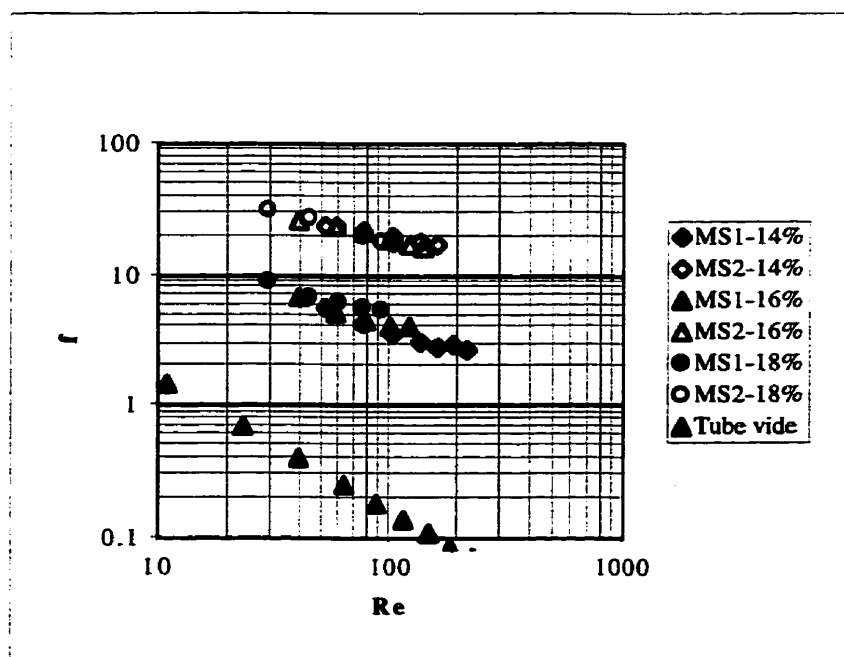


Figure 4.12 : Facteur de friction (fluides newtoniens).

La relation entre le facteur de friction et le nombre de Reynolds obtenue pour le fluide de référence est présentée au Tableau 4.12 pour chaque mélangeur. Cette relation a été obtenue à partir de toutes les données car il nous manque de données dans la région laminaire.

Tableau 4.12 : Relation entre le facteur de friction et le nombre de Reynolds pour le fluide de référence.

MÉLANGEUR STATIQUE	RELATION	r
MS-01	$f = 203/Re + 1,69$	0,9911
MS-02	$f = 491/Re + 14,51$	0,9509

Nous avons aussi calculé la valeur de K_f pour chaque mélangeur statique (résistance à l'écoulement du fluide due au mélangeur statique). Comme on s'y attendait, la valeur de K_f est plus petite pour le premier mélangeur statique que pour le deuxième. Les résultats sont présentés au Tableau ci-dessous.

Tableau 4.13 : Valeur de K_f pour le fluide de référence.

MÉLANGEUR STATIQUE	K_f
MS-01	48,8
MS-02	391,5

IV.3.2 Fluides rhéofluidifiants.

Pour illustrer les résultats correspondants aux fluides rhéofluidifiants, nous prenons comme exemple la dispersion de Xanthane 0,5% (voir Tableau 4.14).

Tableau 4.14 : Perte de charge dans les mélangeurs statiques pour XTN 0,5%.

FRÉQ (%)	V (m/s)	Re	$\Delta P-01$ (Pa)	CV (%)	$\Delta P-02$ (Pa)	CV (%)
10	0,0541	3	1080,8	1,25	1666,6	0,01
20	0,1172	13	1439,1	0,11	3073,1	0,26
30	0,1749	27	1885,8	0,92	5414,0	0,42
40	0,2351	47	2433,9	0,58	8658,6	0,86
50	0,3023	74	3064,9	0,43	12913,0	0,90
60	0,3636	104	3758,5	0,43	17848,0	0,39
70	0,4189	134	4526,7	0,32	23503,0	0,65
80	0,4822	174	5356,1	0,17	30119,0	0,25
90	0,5434	216	6278,0	0,12	34465,0	0,04
100	0,6047	262	7233,5	0,01	34449,0	0,04

Sur la Figure 4.13, nous présentons les résultats des trois fluides rhéofluidifiants étudiés. La perte de charge dans le deuxième mélangeur statique est plus grande que la perte de charge dans le premier, en raison de la géométrie du mélangeur statique.

Dans notre cas, plus le fluide est rhéofluidifiant, plus son indice de consistance augmente, plus la perte de charge est grande.

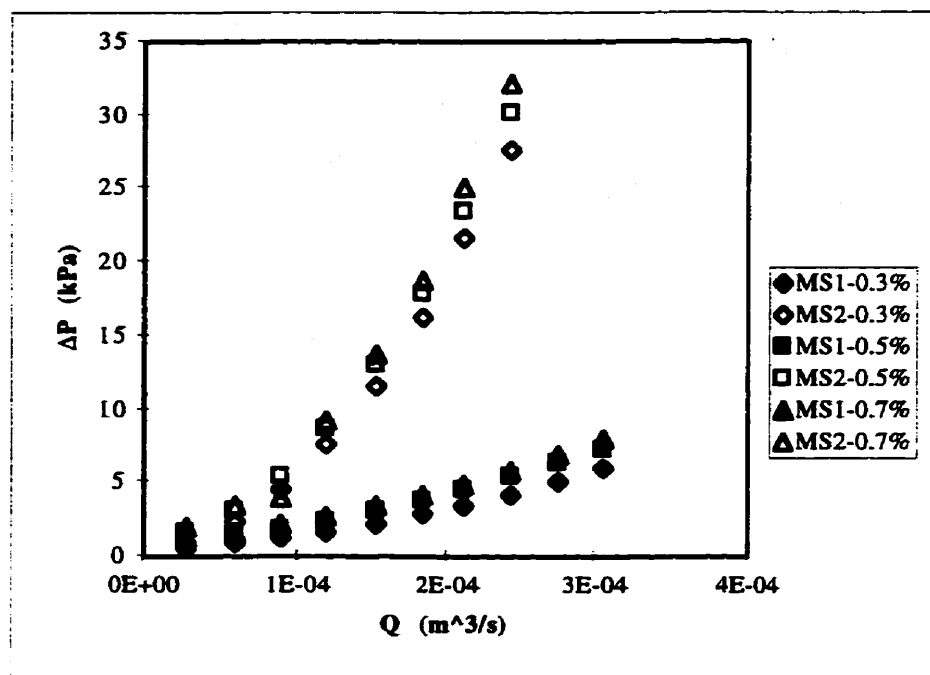


Figure 4.13 : Perte de charge avec les fluides rhéofluidifiants.

Le coefficient de variation pour cet ensemble de données varie de 0,01 à 5,69%. Les mesures les moins homogènes correspondent aux mesures du fluide le plus rhéofluidifiant.

Tableau 4.15 : Incertitude sur les mesures de perte de charge dans les mélangeurs statiques pour les fluides rhéofluidifiants.

FLUIDE	ΔP-01 %CV		ΔP-02 %CV	
	MIN	MAX	MIN	MAX
XTN 0,3%	0,16	1,39	0,09	1,01
XTN 0,5%	0,01	1,25	0,01	0,90
XTN 0,7%	1,44	5,69	0,04	5,59

La limite du régime laminaire est plus évidente cette fois-ci que pour les fluides newtoniens. Sur la Figure 4.14 nous observons que le régime laminaire correspond à un nombre de Reynolds inférieur à 10 (au dessous de cette valeur, la relation de linéarité est bien marquée, tandis qu'au-delà de cette valeur les points ne sont plus alignés).

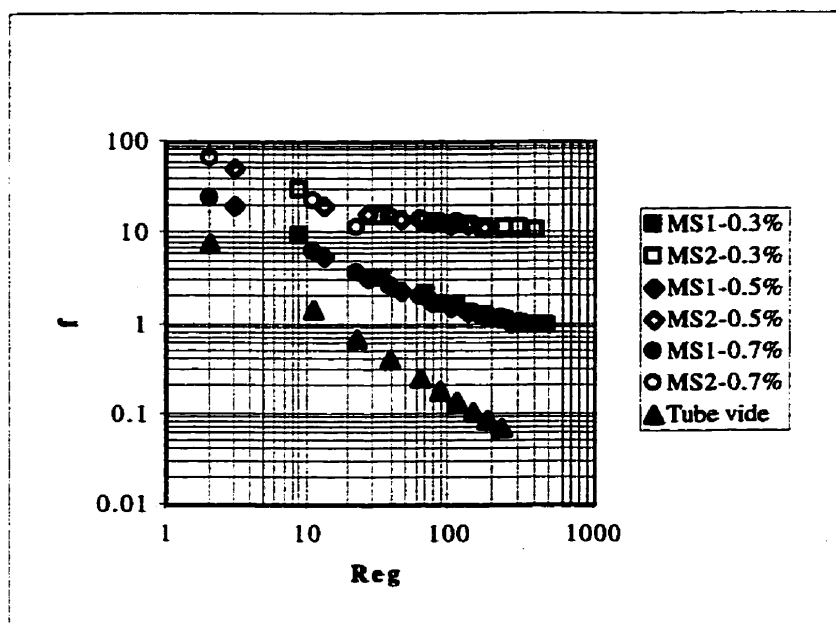


Figure 4.14 : Facteur de friction (fluides rhéofluidifiants).

La relation entre le facteur de friction et le nombre de Reynolds généralisé obtenue pour chaque mélangeur statique dans la région laminaire est présentée au Tableau ci-dessous.

Tableau 4.16 : Relation entre le facteur de friction et le nombre de Reynolds généralisé pour les fluides rhéofluidifiants.

MÉLANGEUR STATIQUE	RELATION	r
MS-01	$f = 43/Re_g + 3,41$	0,98
MS-02	$f = 104/Re_g + 15,32$	0,98

Les valeurs de K_f ont été calculées à partir des valeurs de α présentées au Tableau 4.17. Ces valeurs ont été évaluées en fonction de l'indice de rhéofluidifiante à partir de la relation proposée par Metzner (1956). Il existe une différence prononcée entre les valeurs de K_f pour les fluides newtoniens et pour les fluides non newtoniens, car la région où des valeurs ont été évaluées n'est pas la même pour les deux type de fluides.

Tableau 4.17 : Valeurs de α pour les fluides considérés.

FLUIDE	n	Région	α
PEG 14%	1	non laminaire	0,500
XTN 0,3%	0,15	laminaire	0,778
XTN 0,5%	0,18	laminaire	0,748
XTN 0,7%	0,28	laminaire	0,696

Tableau 4.18 : Valeur de K_f pour les fluides rhéofluidifiants.

MÉLANGEUR STATIQUE	K_f
MS-01	77,2
MS-02	235,2

IV.4 Détermination des paramètres rhéologiques.

IV.4.1 Calcul de K_p et $K_{p(n)}$.

Les Figures 4.15 et 4.16 représentent les courbes de nombre de puissance en fonction du nombre de Reynolds pour les deux mélangeurs statiques.

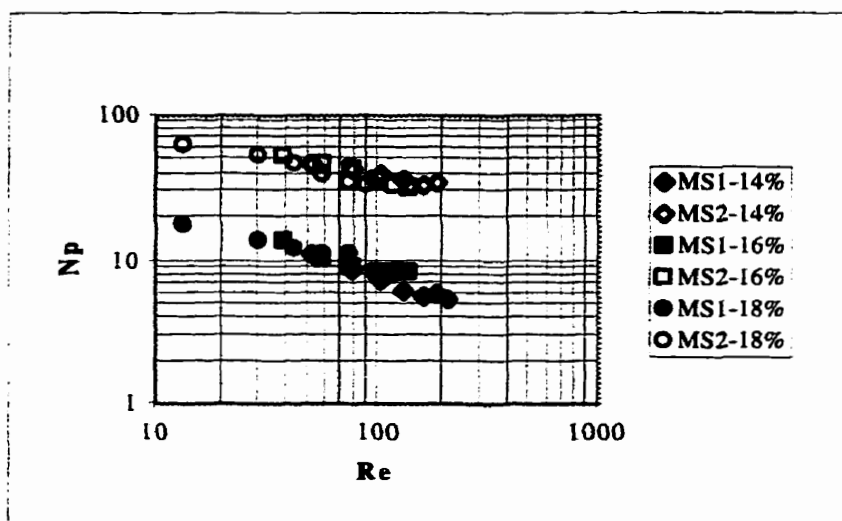


Figure 4.15 : Courbe de puissance pour les fluides newtoniens.

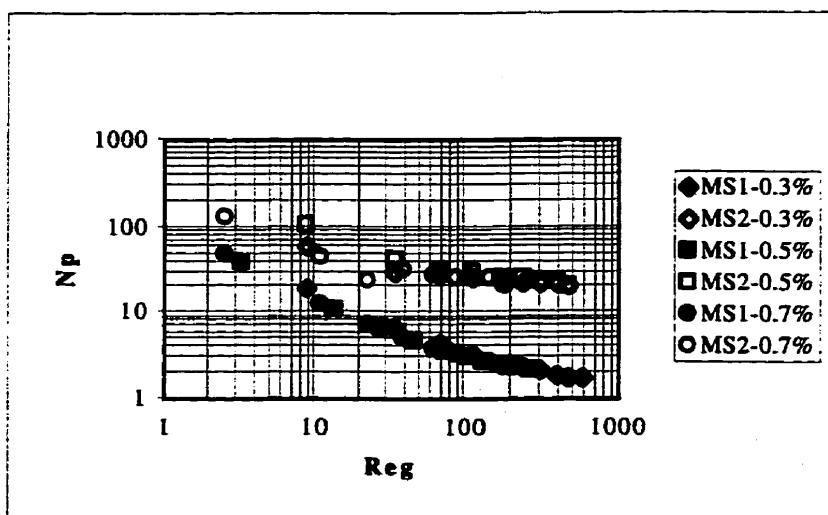


Figure 4.16 : Courbe de puissance pour les fluides rhéofluidifiants.

Ces résultats correspondent au régime transitoire. Pour l'ensemble des fluides, on peut voir que les courbes ne sont pas linéaires. La valeur de K_p a été déterminée de deux manières : la première par régression sur les valeurs de points de la courbe $N_p = f(1/Re)$ et la deuxième en calculant la valeur moyenne des produits $N_p \cdot Re$ pour les points localisés dans le régime laminaire établi ($Re < 10$).

Tableau 4.19 : Valeurs de K_p et $K_{p(n)}$.

FLUIDE	$K_p / K_{p(n)}$			
	MS-01		MS-02	
	RELATION	MOY	RELATION	MOY
newtoniens	$N_p = 315/Re + 5$	560	$N_p = 806/Re + 29$	2083
XTN 0,3%	$N_p = 160/Re_g + 2$	173	$N_p = 360/Re_g + 21$	543
XTN 0,5%	$N_p = 122/Re_g + 2$	128	$N_p = 270/Re_g + 21$	339
XTN 0,7%	$N_p = 117/Re_g + 2$	122	$N_p = 236/Re_g + 21$	335

La valeur moyenne de K_p atteint jusqu'à deux fois la pente obtenue. Cet écart est probablement dû au fait que nous n'avons pas suffisamment de mesures dans la région laminaire. Notons que les valeurs de $K_{p(n)}$ diffèrent en fonction de la valeur de n .

Nous avons fait l'estimation de l'incertitude sur les mesures qui définissent la valeur de K_p dans le but d'établir l'erreur sur cette constante. À partir des concepts étudiés dans le Chapitre III, nous définissons cette incertitude sur K_p par l'expression suivante de l'erreur relative :

$$\left| \frac{\Delta K_p}{K_p} \right| = \left| \frac{\Delta N_p}{N_p} \right| + \left| \frac{\Delta Re}{Re} \right| \quad (4.1)$$

où

$$\left| \frac{\Delta N_p}{N_p} \right| = \left| \frac{\Delta P}{P} \right| + \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| + 2 \left| \frac{\Delta Q}{Q} \right| \quad (4.2)$$

$$\left| \frac{\Delta Re}{Re} \right| = \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| + \left| \frac{\Delta Q}{Q} \right| + \left| \frac{\Delta \mu}{\mu} \right| \quad (4.3)$$

Pour évaluer cette incertitude, nous considérons nos conditions expérimentales et l'écart-type des données obtenues. Nous estimons l'incertitude ponctuelle et construisons la courbe N_p vs Re avec les valeurs inférieure (i) et supérieure (s) de K_p et de $K_{p(n)}$. Sur la Figure 4.17 et 4.18, nous illustrons par des exemples les résultats des fluides newtoniens pour MS-02 et des fluides rhéofluidifiants pour MS-01.

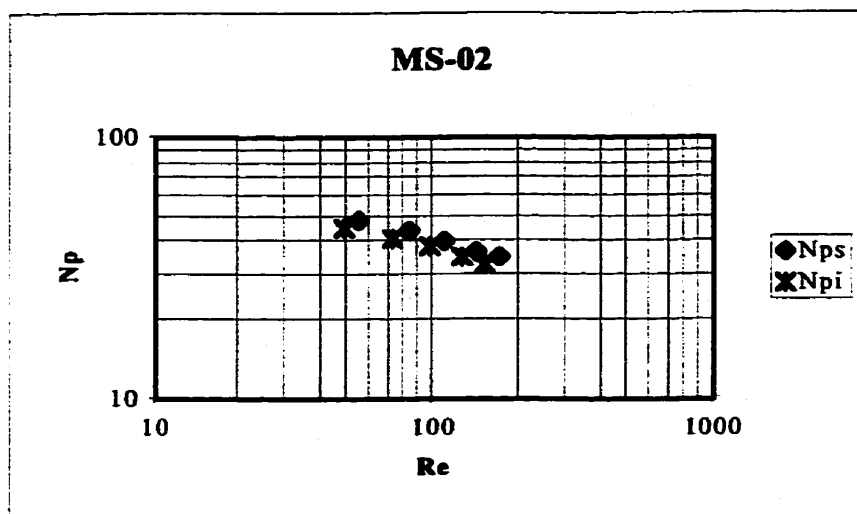


Figure 4.17 : Intervalle des valeurs de K_p pour les fluides newtoniens (PEG 14%).

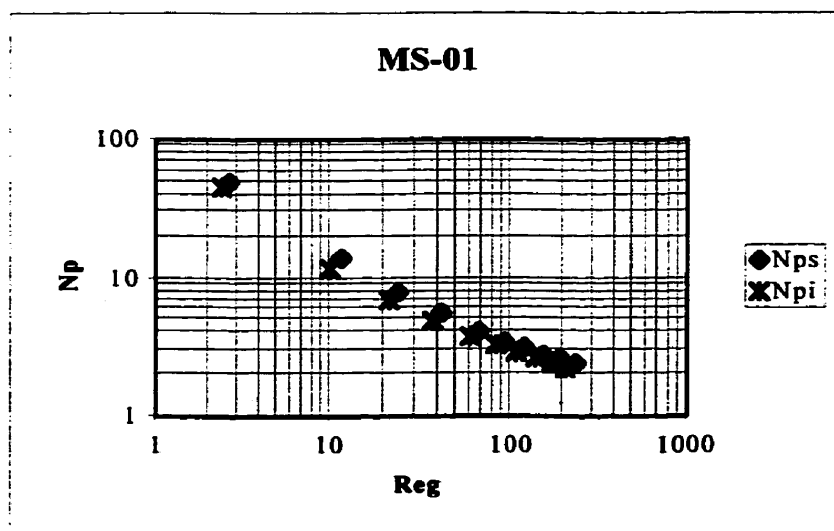


Figure 4.18 : Intervalle des valeurs de $K_{p(n)}$ pour les fluides rhéofluidifiants (XTN 0,7%).

Les valeurs obtenues à partir de l'estimation de l'incertitude sont présentées au Tableau 4.20, ainsi que l'incertitude relative au Tableau 4.21.

Tableau 4.20 : Valeurs de K_p et $K_{p(n)}$ obtenues à partir de l'analyse d'erreur.

FLUIDE	$K_p / K_{p(n)}$			
	MS-01		MS-02	
	RELATION	MOY	RELATION	MOY
newtoniens	$N_p=227/Re + 4$	434	$N_p=1038/Re + 27$	2172
XTN 0,3%	$N_p=158/Re_g + 2$	173	$N_p= 356/Re_g + 21$	543
XTN 0,5%	$N_p=121/Re_g + 2$	128	$N_p= 264/Re_g + 22$	339
XTN 0,7%	$N_p=116/Re_g + 2$	122	$N_p= 230/Re_g + 23$	335

Tableau 4.21 : Incertitude sur K_p et $K_{p(n)}$ (fluides newtoniens et rhéofluidifiants).

FLUIDE	INCERTITUDE DES DES $K_p / K_{p(n)}$ MOYENNE		INCERTITUDE RELATION	
	MS-01	MS-02	MS-01	MS-02
newtoniens	8,6 %	8,5 %	19,3 %	7,7 %
XNT 0,3%	6,6 %	6,4 %	7,8 %	7,8 %
XNT 0,5%	7,2 %	6,0 %	7,5 %	7,4 %
XNT 0,7%	11,3 %	9,8 %	10,6 %	8,6 %

Finalement la valeur de K_p pour chaque mélangeur statique a été établie par la pente de la relation présentée au Tableau 4.20, c'est-à-dire 227 et 1038 avec une incertitude de 19,3% et 7,7%, respectivement.

IV.4.2 Calcul de K_s .

Tout d'abord, une analyse statistique de variance a été réalisée pour toutes les valeurs de K_s dans la région transitoire dans le but de vérifier la dépendance de K_s avec n et Q . On a testé les hypothèses nulles suivantes :

Hypothèse 1 (H_0^1) : L'indice de rhéofluidifiante n'a pas d'effet sur K_s .

Hypothèse 2 (H_0^2) : Le débit n'a pas d'effet sur K_s .

Hypothèse 3 (H_0^3) : Il n'y a pas d'interaction entre ces deux variables, n et Q .

Les résultats de cette analyse sont présentés aux Tableaux 4.22 et 4.23 pour le MS-01 et MS-02, respectivement.

Tableau 4.22 : Analyse de variance pour K_s (MS-01).

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	f calculé	$f_{\alpha=0,05}$
Effet principal n Q	27,41	8	3,42	27,41	2,31
	31,91	2	15,95	127,66	3,35
Interaction des deux facteurs nQ	0,11	16	0,006	0,05	2,07
Erreur	3,37	27	0,125		
Total	62,82	53			

Pour le cas du MS-01 et un niveau de probabilité de 0,05, les hypothèses 1 et 2 peuvent être rejetées ($f \text{ calculé} > f_{\alpha}$) et l'hypothèse 3 est vraie ($f \text{ calculé} < f_{\alpha}$). On peut donc dire que dans la région transitoire analysée, K_s est constante en fonction de n et Q , c'est-à-

dire que la décroissance des valeurs de K_s en fonction de ces variables peut être négligeable statistiquement. De plus, il n'existe pas une interaction entre les variables pour le niveau de probabilité choisi.

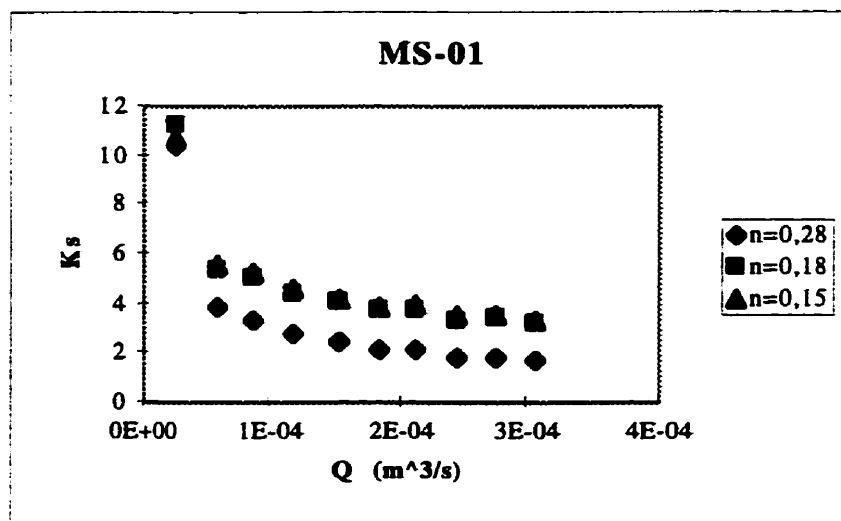


Figure 4.19 : Évolution de K_s en fonction du débit et n (MS-01).

Tableau 4.23 : Analyse de la variance pour K_s (MS-02).

Source de variation	Somme des carrées	Degrés de liberté	Carré moyen	f calculé	$f_{\alpha=0,05}$
Effet principal n Q	82,78	8	10,34	82,78	2,31
	45,69	2	22,84	182,79	3,35
Interaction des deux facteurs nQ					
	4,71	16	0,26	2,09	2,07
Erreur	3,37	27	0,12		
Total	136,56	53			

Pour le cas du MS-02 et un niveau de probabilité de 0,05, l'hypothèse 1 et 2 peuvent être rejetées ($f_{\text{calculé}} > f_{\alpha}$) et l'hypothèse 3 n'est pas vraie ($f_{\text{calculé}} > f_{\alpha}$). On peut donc dire que dans la région transitoire analysée, K_s est constante en fonction de n et Q , c'est-à-dire que la décroissance de la valeur de K_s en fonction de ces variables peut être négligeable statistiquement. De plus, il existe une légère interaction entre les variables pour le niveau de probabilité choisi.

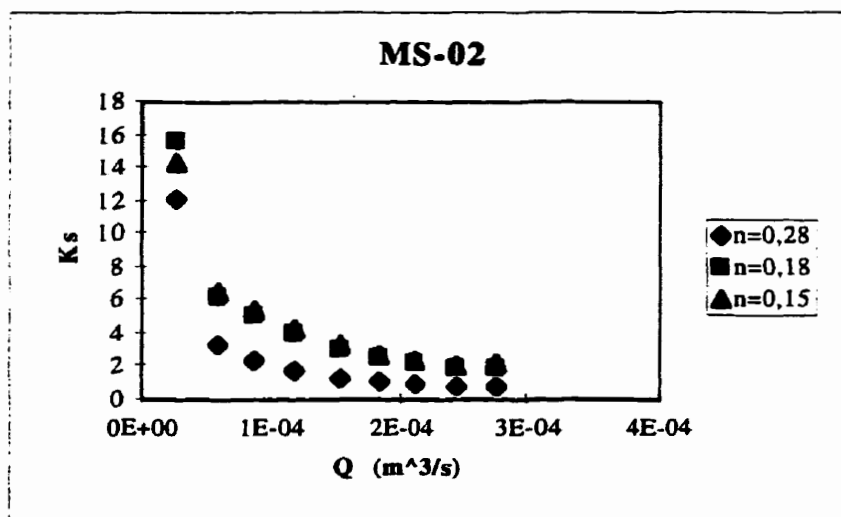


Figure 4.20 : Évolution de K_s en fonction du débit et n , MS-02.

Deux régions de valeurs de K_s ont été identifiées, la première pour les valeurs en régime laminaire et la deuxième pour les valeurs en régime transitoire. Nous avons estimé l'incertitude sur K_s moyennant l'expression de son erreur relative (équation 4.4) et nous avons établi la valeur de cette constante pour le régime laminaire seulement. Au Tableau 4.24 nous présentons les résultats.

$$\left| \frac{\Delta K_s}{K_s} \right| = \left[\left| \frac{1}{n-1} \right| * \left(\left| \frac{\Delta \mu}{\mu} \right| + \left| \frac{\Delta k}{k} \right| + \left| \frac{\Delta P_n}{P_n} \right| + \left| \frac{\Delta P}{P} \right| \right) \right] + \left| \frac{\Delta Q}{Q} \right| \quad (4.4)$$

Tableau 4.24 : Valeur de K_s pour les mélangeurs statiques.

FLUIDE	Re	K_s -01	K_s -02
XTN 0,3%	9	10,42	12,03
XTN 0,5%	3	11,20	15,69
XTN 0,7%	2	10,74	14,26
Moyenne		10,79	13,99
Écart-type		0,39	1,84
Incertitude		13,6 %	14,2 %

Les intervalles inférieur et supérieur des valeurs de K_s sont illustrés sur les Figures 4.21 et 4.22. Ces résultats nous permettent de compléter les résultats de l'analyse de variance.

Pour le MS-01 la valeur de K_s a été établie à 11 et pour le MS-02 à 14, avec une incertitude de 13,6% et 14,2%, respectivement.

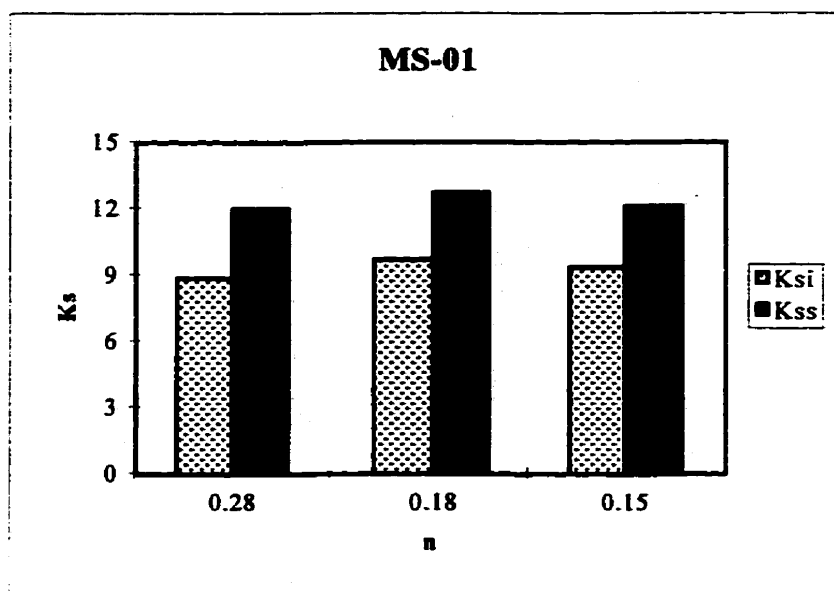


Figure 4.21 : Intervalle des valeurs de K_s pour le MS-01 dans la région laminaire.

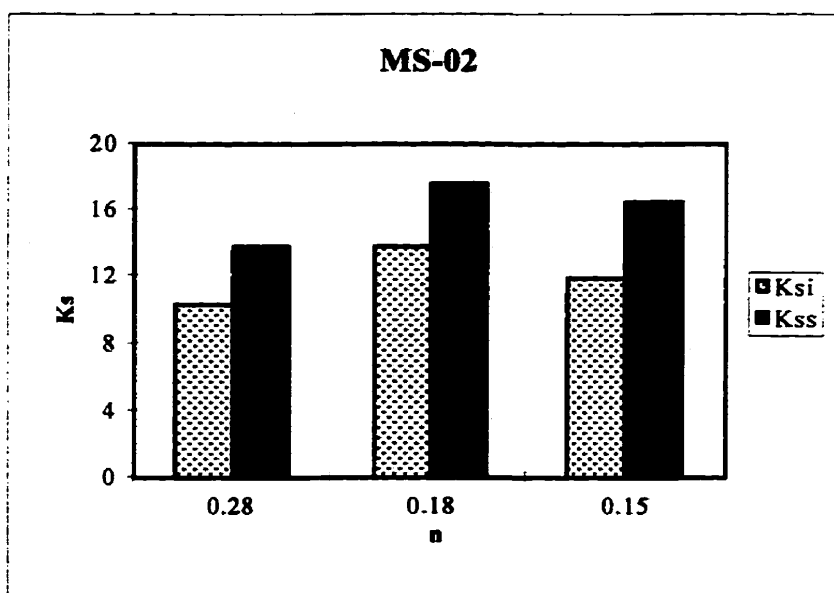


Figure 4.22 : Intervalle des valeurs de K_s pour le MS-02 dans la région laminaire.

IV.4.3 Calcul des paramètres rhéologiques.

Les valeurs de l'indice de consistance (k) et de l'indice de rhéofluidifiante (n) calculés à partir de la méthode proposée sont présentées au Tableau ci-dessous. Ces paramètres correspondent aux fluides rhéofluidifiants homogènes.

Tableau 4.25 : Comparaison des valeurs de n et k à $6 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$.

FLUIDE	n			$k (\text{Pa} \cdot \text{s}^n)$		
	RHÉO	VISLIG	DIFF	RHÉO	VISLIG	DIFF
XTN 0,5%	0,18	0,15	17%	4,38	4,1	6%
XTN 0,7%	0,15	0,13	13%	5,93	5,1	14%

Dans le Tableau 4.25, RHÉO désigne les résultats obtenus par un viscosimètre commercial à cylindre concentrique et VISLIG désigne le viscosimètre en ligne. On obtient des valeurs relativement proches avec deux appareils de mesure différents où les conditions d'écoulement sont différentes, et ce malgré l'incertitude sur l'établissement du K_s et du K_p .

À partir de la valeur de K_s établie, les vitesses de déformation apparentes (équation 3.21) ont été calculées. Pour chaque mélangeur statique ces valeurs sont présentées au Tableau 4.26. Cette vitesse de déformation apparente comprend en fait une composante en cisaillement et une composante élongationnelle.

Tableau 4.26 : Valeurs de $\dot{\gamma}_{\text{apparente}}$ calculées à partir des valeurs de K_s .

FRÉQ (%)	V_{moy} (m/s)	$\dot{\gamma}_{\text{apparente}}$ (s^{-1})		
		Tube vide	MS-01	MS-02
10	0,0541	17,03	22,9	29,8
20	0,1172	36,9	49,6	65,6
30	0,1749	55,1	74,0	96,4
40	0,2352	74,1	99,5	129,6
50	0,3024	95,2	127,9	166,6
60	0,3636	114,5	153,9	200,4
70	0,4190	131,9	177,3	230,9
80	0,4822	151,9	204,1	265,8
90	0,5435	171,2	230,0	299,6
100	0,6047	191,2	255,9	333,3

Les valeurs de la viscosité en ligne calculées à partir de l'équation 3.22 sont présentées au Tableau 4.27. Notons que l'incertitude de la viscosité obtenue avec le viscosimètre en ligne est autour de 17%.

Tableau 4.27 : Valeurs de η_{ligne} obtenues à partir de la méthode à $49,6 s^{-1}$.

FLUIDE	η_{ligne} (Pa·s)			
	RHÉO	VISLIG		
		MS-01	MS-02	INCERTITUDE
XTN 0,5%	0,0332	0,0256	0,0251	17,5
XTN 0,7%	0,0387	0,0283	0,0277	17,8

Cette incertitude de 17% est due aux incertitudes liées à nos mesures : débit, perte de charge, K_s et K_p . L'écart entre la viscosité obtenue avec le viscosimètre en ligne et le viscosimètre Bohlin est dû aux différents types de déformation appliquée dans chaque appareil. Dans le Bohlin, l'écoulement est à cisaillement simple, alors que dans le viscosimètre en ligne l'écoulement a aussi une composante élongationnelle.

IV.5 Application au cas des fluides modèles de sauce de couchage.

IV.5.1 Mesure de la perte de charge.

Sur la Figure 4.23, nous présentons les données de la perte de charge des fluides modèles de sauces de couchage. Pour le MS-02, la tendance des courbes est tout à fait correcte, mais pour le MS-01 la tendance observée n'était pas attendue. Après avoir répété plusieurs fois ces expériences nous concluons que la tendance de la suspension avec la plus forte teneur en matière solide (71%) est due à un phénomène lié aux effets d'entrée dans la deuxième cellule de mesure.

Il semblerait que les perturbations à la sortie du premier mélangeur statique affectent la mesure de la deuxième pression, car la distance entre la sortie du MS-01 et l'entrée du MS-02 est insuffisante pour atteindre un régime établi. Ce phénomène est plus marqué à forte concentration de matière solide et aux débits les plus élevés.

Au Tableau 4.28 sont présentées les pertes de charge mesurées dans le régime laminaire. Nous pensons que les mesures de la perte de charge correspondant à la suspension #1 ne sont pas valides, c'est pour quoi elles sont éliminées pour l'analyse suivante.

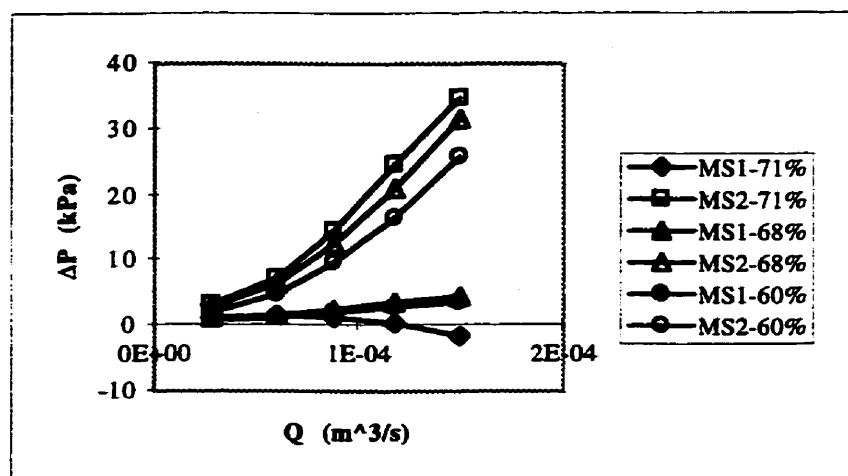


Figure 4.23 : Pertes de charge des fluides modèle de sauce de couchage.

Tableau 4.28 : Pertes de charge des fluides modèles dans les mélangeurs statiques.

FLUIDE	SOLIDES (%masse)	Re	$\Delta P-01$ (Pa)	$\Delta P-02$ (Pa)
Suspension #1	71	7,61	1095,0	3140,8
Suspension #2	68	5,34	1605,6	2713,3
Suspension #3	60	4,63	1029,8	2728,5

IV.5.2 Calcul des paramètres rhéologiques.

Les paramètres rhéologiques, qui ont été calculés à partir des résultats précédents, sont présentés au Tableau ci-dessous. Les différences sont ici plus accentuées que pour les mesures précédentes avec des fluides homogènes. Dans le viscosimètre en ligne, ces mesures correspondent à de faibles débits, et la sauce de couchage a tendance à

sédimenter dans les tuyaux qui sont horizontaux. Dans le viscosimètre Bohlin, il se produit également un phénomène de sédimentation.

Tableau 4.29 : Propriétés rhéologiques des modèles.

FLUIDE	n		k (Pa s ⁿ)	
	RHÉO	VISLIG	RHÉO	VISLIG
Suspension #2	0,44	0,41	2,08	5,7
Suspension #3	0,36	0,30	2,73	8,8

Finalement, la viscosité en ligne calculée à 30 s⁻¹ est présentée au Tableau 4.31. Notons qu'il existe une large différence entre les valeurs obtenues par ces deux méthodes. Cette différence, de la même manière que pour les propriétés rhéologiques, est due aux incertitudes sur les mesures et à la géométrie de l'appareil.

Tableau 4.30 : Viscosité en ligne des fluides modèles de sauces de couchage.

FLUIDE	η_{ligne} (Pa s ⁿ) à 22,9 s ⁻¹	
	RHÉO	VISLIG
Suspension #2	0,1124	0,2630
Suspension #3	0,0972	0,2285

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Dans cette étude nous avons validé, pour certaines conditions expérimentales, le principe de mesure des paramètres rhéologiques de fluides rhéofluidifiants dans un viscosimètre en ligne composé de deux mélangeurs statiques. Pour ce faire nous avons utilisé un montage expérimental conçu à cet effet et nous avons choisi des fluides avec des propriétés rhéologiques semblables aux propriétés des sauces de couchage.

L'objectif général de ce travail a été atteint moyennant le développement au complet de la méthode analytique et de la validation du montage expérimental. L'établissement des constantes et les tests effectués pour les fluides homogènes nous ont permis d'établir la méthode de mesure. Les tests avec les fluides modèles de sauce de couchage ont permis d'envisager d'améliorer le montage pour effectuer des tests au niveau industriel avec des vraies sauces de couchage.

Nous avons d'abord établi les valeurs de K_p pour chaque mélangeur à l'étude. Cette valeur a été établie avec une incertitude de 19,3 % pour le premier et de 7,7 % pour le deuxième.

Bien que la plupart des données étaient dans la région de transition, nous avons réussi à établir une valeur de K_s pour la région laminaire. Cette valeur a été établie pour le premier et le deuxième mélangeur statique avec une incertitude de 13,6 % et de 14,2 %, respectivement. Nous avons trouvé que dans la région de transition la valeur de K_s varie en sens contraire des valeurs du débit pour lesquelles elle a été définie. De plus, cette valeur peut être considérée constante dans l'intervalle de $0,1 < n < 0,3$, mais au delà elle a tendance à décroître. Pour la région laminaire nous avons trouvé que la valeur de K_s est plus ou moins constante.

Le calcul des paramètres rhéologiques et donc de la viscosité en ligne, a été obtenu avec une incertitude de 17%. Pour les fluides modèles de sauces de couchage, des phénomènes

liés à la teneur en matière solide ont été identifiés et pourraient être approfondis pour vérifier leur origine et éliminer les perturbations qu'ils engendrent sur les mesures.

En ce qui concerne la poursuite de cette étude il serait intéressant de :

- ◆ Étendre le régime laminaire et vérifier notre principe de mesure dans cette région. Pour ce faire dans les mêmes conditions d'expérimentation, il faudrait doubler le diamètre des conduits.
- ◆ Vérifier expérimentalement les effets d'entrée et les effets dus aux particules moyennant la mesure de la perte de charge pour chaque mélangeur statique séparément.
- ◆ Utiliser la simulation numérique pour les conditions expérimentées dans le but de calculer la perte de charge dans les mélangeurs statiques et valider d'une certaine manière, nos résultats expérimentaux.

Nous recommandons les changements techniques suivants sur le système à l'étude dans le but de faire disparaître certains phénomènes observés, tels que les effets d'entrée et la sédimentation :

- ◆ Séparer les mélangeurs statiques d'au moins 50 cm pour favoriser l'établissement du régime d'écoulement établi.
- ◆ Installer un circuit hydraulique indépendant pour chaque mélangeur statique.
- ◆ Augmenter la distance du tube vide à la sortie de la troisième cellule de mesure d'au moins 25 cm.
- ◆ Envisager d'installer le système verticalement pour réduire les effets de sédimentation.

À l'heure actuelle les résultats de ce travail n'ont pas été publiés car le dépôt d'un brevet est envisagé, ainsi que la commercialisation du système. Une publication suivra le dépôt du brevet.

RÉFÉRENCES

ACRIVOS, A., FAN X. et MAURI, R. (1994). On the Measurement of the Relative Viscosity of Suspensions. J. Rheol., **38**, 1285-1296.

AL Taweel, A.M. et CHEN, C. (1996). A Novel Static Mixer for the Effective Dispersion of Immiscible Liquids. Trans. IChemE., **74**, Part A, 445-450.

ANDERSON, L.G. et HUBER, J.M. (1993). Typical Coating Components. The Coating Processes, J.C. Walter, Tappi Press, USA, 9-19.

ARIMOND, J. et LEWIS, E. (1985). A Simulation of a Motionless Mixer. Chem. Eng. Commun., **37**, 105-126.

BAKER, J.R. (1991). Motionless Mixers Stir Up New Uses. Chem Eng. Progress, **87**, 32-38.

BAKKER, A., CATHIE, N. et LAROCHE, R. (1994). Modelling of the Flow and Mixing in HEV Static Mixers. 8th European Conference on Mixing, Angleterre, 533-539.

BARNES, H.A., HUTTON, J.F. et WALTERS, K. (1989). Rheology of Suspensions. An Introduction of Rheology, Elsevier Science Publishers, Netherlands, 115-139.

BEAZLEY, K.M. (1980). Rheometry: Industrial Applications, K. Walters, Research Studies Press, Wiley, USA.

BECKNER, J.L. et SMITH, J.M. (1966). Anchor Agitated Systems: Power Input with Newtonian and Pseudo-Plastic Fluids. Trans. Inst. Chem. Eng., **44**, T224.

BENKREIRA, H. (1993). Classification of Coating Flows. Thin Film Coating, H. Benkreira, Hartnolls Ltd., Angleterre, 49-57.

BERTAUD, M. (1971). Introduction à la statistique. Les Presses de l'Université de Montréal. Canada.

BERTRAND, F., TANGUY, P.A. et BRITO DE LA F. E. (1996). A New Perspective for the Mixing of Yields Stress Fluids with Anchor Impellers. J. Chem. Eng. Japan, 29, 51-58.

BOOTH, G.L. (1970). Coating equipment. Handbook of Pulp and Paper Technology, K.W. Britt, Van Nostrand Reinhold Company, USA, 529-539.

BOOTH, G., FRYE, K., GUNNING, J., HAGEMEYERS, R., HUHN, R., KILMARTIN, J., KLINE, J., LAWTON, D., MATTHEWS, J., MORGANTE, N. (1997). La transformation du papier, couchage et finissage. Centre Collégial de Développement de Matériel Didactique. Canada.

BOWEN, R.L. Jr. (1961). Designing Laminar-Flow Systems. Chem. Eng., June 12, 243-248.

BRITO DE LA FUENTE, E., LEULIET, J., CHOPLIN, L. et TANGUY, P.A. (1991). On the Role of Elasticity on Mixing with a Helicoidal Ribbon Impeller. Chem. Eng. Res. Dev., 69, 324.

BRITO DE LA FUENTE E., NAVA, J.A., MEDINA, L., ASCANIO, G. et TANGUY, P.A. (1996). On the Use of Helicoidal Ribbon Based-Viscometry for the Determination of Flow Curves. Proceedings XIIth International Congres on Rheology, Canada, 672-673.

BRITO DE LA FUENTE, E., CHOPLIN, L. et TANGUY, P.A. (1997). Mixing with Helical Ribbon Impellers: Effect of Highly Shear Thinning Behaviour and Impeller Geometry. Trans. Inst. Chem. Eng., 75, 45-52.

BRITO DE LA FUENTE, E., NAVA, J.A., LOPEZ, L.M., MEDINA, L., ASCANIO, G. et TANGUY, P.A. (1998). Process Viscometry of Complex Fluids and Suspensions with Helical Ribbon Agitators. Canadian J. Chem. Eng., 76, 689-695.

BUBLITZ, R.H. et HERSHEY, R.V. (1993). Continuous Coating Make-down System. The Coating Processes. J.C., Walter, Tappi Press, USA, 43-47.

BUGG, G.G. (1993). Flow and Material Measurement in the Coating. The Coating Processes. J.C., Walter, Tappi Press, USA, 63-68.

BUGG, G.G. (1993). Mixing and Dispersion in Coating Operations. The Coating Processes. J.C., Walter, Tappi Press, USA, 35-42.

BYRDE, O. et SAWLEY, M.L. (1996). Parallel Computation of Flow in an In-line Static Mixer. Proceedings of the 3rd Computational Fluid Dynamics Conference, France, 802-807.

CALDERBANK, P.H. et MOO-YOUNG, M.B. (1961). The Power Characteristics of Agitators for the Mixing of Newtonian and Non-Newtonian Fluids. Trans. Inst. Chem. Eng., 37, 26.

CARREAU, P.J. et LAVOIE, P.A. (1993). Rheology of Coating Colors: A Rheologist Point of View. Tappi Advances Coating Fundamentals Symposium. 1-12.

CASEY, J.P. (1985). Pulp and Paper Chemistry and Chemical Technology, Interscience Publishers, USA, 1066-108.

CASTELL-PEREZ, M.E. et STEFFE, J.F. (1990). Evaluating Shear Rates for Power-law Fluids in Mixer Viscometry. J. Text. Stud., 21, 439.

CHEMINEER LTD. (1988). Tech News Kenics Static Mixer Chemineer. KTEK-Series, Angleterre, 1-12.

CLARK, N. et SUTERMEISTER, E. (1953). The Coating Process. New Series Pulp and Paper Manufacture, J.N. Stephenson, USA, 758-800.

CYBULSKI, A. et WERNER, K. (1986). Static Mixers-Criteria for Applications and Selection. Int. Chem. Eng., 26, 171-180.

DAHLVIK, P., STROM, G. et EKLUND, D. (1994). Rheological Properties of Pigment Suspensions and Paper Coating. Proceedings of the 4th European Rheology Conference, Espagne, 636-638.

DEPLACE, E. et LEULIET, J.C. (1995). Generalized Reynolds Number for the Flow of Power Law Fluids in Cylindrical Ducts of Arbitrary Cross-Section. The Chem. Eng. J., 56, 33-37.

DEWEY, P.H. (1952). Rheology of Paper Coatings and Instruments for the Measurement of their Flow Properties. The Technology of Coated and Processed Papers, R.H. Mosher, Remsen Press, USA, 55-82.

DODGE, D.W. et METZNER, A.B. (1959). Turbulent flow of non newtonian systems. A.I.Ch.E.J., 5, 189-204.

DORAISWAMY, D., GRENVILLE, R.K. et ETCHELLS III, A.W. (1994). Two-Score Years of the Metzner-Otto Correlation. Ind. Eng. Chem. Res., 33, 2253-2258.

EINSTEIN, (1905). Zur theorie der Brownschen Bewegung. Ann. Phys. Leipzig, 19, 371-381.

EKLUND, D. et TEIRFOLK, J.E. (1981). Dispersion of Talc for Use as a Coating Pigment. TAPPIJ., 64, 63-65.

ENGSTRÖM, G. et RIGDAHL, M. (1987). Viscoelasticity-Implications for Coating Rheology and Structure of Coating. Coating Conference, TAPPI Proceedings, 61-69.

ENGSTRÖM, G. et RIGDAHL, M. (1990). The Effect of Some Polymer Dispersions on the Rheological Properties of Coating Colours. Nordic Pulp and Paper Research Journal, 4, 161-167.

FADAT, G. et RIGDAHL, M. (1987). Viscoelastic Properties of CMC/Latex Coating Colors. Nordic Pulp and paper Research Journal, 1, 30-38.

FAURE, J.P., POUYET, J., RABOT, Y. et VIDAL, F. (1992). Optimisation d'un rhéomètre à capillaire pour l'étude des sauces de couchage. Les Cahiers de Rhéologie, X(3/4), 221-229.

FRADETTE, L., FASOL, C., LI, H.Z. CHOPLIN, L. et TANGUY, P.A. (1997). Efficacité de dispersion gaz-liquide dans un mélangeur statique Sulzer SMX. Récents Progrès en Génie des Procédés, 55, 149-154.

GALE, G.M. (1990). Continuous Mixing of Viscous fluids. Fluid Mixing IV, Angleterre, 413-423.

GHOSH, T., LAVOIE, P.-A. et CARREAU, P.J. (1997). Rheology of Coating Colors and their Runnability on a Cylindrical Laboratory Coater. TAPPIJ., 80, 186-192.

GOKUL, C.K. et KALE, D.D. (1992). Pressure Drop for Laminar Flow of Viscoelastic Fluids in Static Mixers. Chem. Eng. Sci., 47, 2097-2100.

GUNNING, J.R. (1969). Coating. Pulp and Paper Manufacture Control Secondary Fiber Structural Board Coating, R.G. Macdonal et J.N. Franklin, USA, 457-532.

HALL, C.W. (1977). Errors in experimentation. Matrix Publishers. USA.

HOOVER, J.F. (1988). Styrene-Butadiene Latex in Paper/Paperboard Coatings for Blade-Type Coaters. TAPPI Seminar Notes : Blade Coating, 119-128.

JEANSON, M. (1995). Mesure de la viscosité en ligne pour les saucés de couchage du papier. Projet de fin d'études. École Polytechnique de Montréal. Canada.

JEFFREY, D.J. et ACRIVOS, A. (1976). The Rheological Properties of Suspensions of Rigid Particles. AIChE J., 22, 417-432.

JINESCU, V.V. (1974). The Rheology of Suspensions. Int. Chem. Eng., 14, 397-420.

KAO, D.T.Y. (1983). Rheology of Suspensions. Handbook of Fluid in Motion, N.P. Cheremisinoff et R. Gupta, Butterworths Publishers, USA, 863-893.

KAROUI, A., LE SAUZE, N., COSTES, J. et BERTRAND, J. (1997). Experimental and Numerical Study of Flow at the Outlet of Sulzer SMV Static Mixers. Récents Progrès en Génie des Procédés, 11, 323-330.

KEARNEY, R.L. (1988). Starchs Binders in Coatings. TAPPI Seminar Notes : Blade Coating, 99-102.

KURATH, S.F. et LARSON, W.S. (1990). Capillary Viscosimetry on a Rheologically Complex Coating Color. TAPPI J., 235-241.

LAUN, H.M. et HIRSCH, G. (1989). New Laboratory Tests to Measure Rheological Properties of Paper Coatings in Transient and Steady Flows. Rheol Acta, 28, 267-280.

LAVOIE, P-A. (1995). Rhéologie de sauces de couchage et d'autres suspensions modèles. Mémoire de maîtrise, Ecole Polytechnique de Montréal, Canada.

LECJAKS, Z., MACHAC, I. et SIR, J. (1987). Pressure Loss in Fluids Flowing in Pipes Equipped with Helical Screws. Int. Chem. Eng., 27, 205-209.

LI, H.Z., FASOL, C. et CHOPLIN, L. (1996). Hydrodynamics and Heat Transfer of Rheologically Complex Fluids in a Sulzer SMX Static Mixer. Chem. Eng. Sci., 51, 1947-1955.

LI, H.Z., FASOL, C. et CHOPLIN, L. (1997). Pressure Drop of Newtonian and Non-Newtonian Fluids Across a Sulzer SMX Static Mixer. Chem. Eng. Sci., 75, Part A, 792-796.

LOOMER, J.T. (1970). Coated Papers. Handbook of Pulp and Paper Technology. K.W., Britt. Van Nostrand Reinhold Company, USA, 517-528.

MACOSKO, C.W. (1994). Rheology Principles, Measurements and Applications. VCH, USA.

MASON, S.G. (1963). The Microrheology of Suspensions. Proceedings of the 4th International Congress on Rheology. Part I, 367-369.

METZNER, A.B. (1956). Non-Newtonian Technology: Fluid Mechanics, Mixing and Heat Transfer. Advances in Chemical Engineering I, DREW, T.V. et HOOPES, J.W., Academic Press, USA.

METZNER, A.B. (1985). Rheology of Suspensions in Polymeric Liquids. J. Rheol., Part A, 29, 739-775.

METZNER, A.B. et OTTO, R.E. (1957). Agitation of Non Newtonian Fluids. AIChE Journal, 3, 3-10.

METZNER, A.B. et REED, J.C. (1955). Flow of non-newtonian fluids-correlation of the laminar, transition, and turbulent-flows regions. AICHE J., 1, 434-440.

MUSTAKIS, M., STRETF, F.A. et SCHNEIDER, G. (1986). Advances in Static Mixing Technology. Chem. Eng. Progress, 82, 42-47.

OLDSHUE, J.Y. (1983). In-Line Mixers. Fluid Mixing Technology, USA, 424-446.

PAHL, M.H. et MUSCHELKNAUTZ, K. (1982). Static Mixers and their Applications. Int. Chem. Eng. 22, 197-205.

POULIN, N. (1995). Modélisation de la perméabilité du papier aux sauces de couchage. Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Canada.

PRESTON, D.J., MCGENITY, P.M. et HUSBAND, J.C. (1993). The Use of Rheological Techniques in the Study of Interactions Between Components of Paper Coating Colours. Thin Film Coating, H. Benkreira, Hartnolls Ltd., Angleterre, 23-33.

QUÉMADA, D. (1977). Rheology of Concentrated Disperse Systems and Minimum Energy Dissipation Principle. Rheol. Acta, 16, 82-94.

QUÉMADA, D. (1985). Relation comportement-structure dans les dispersions concentrées. Rev. Gén. Therm. Fr., 279, 174-193.

RABINOWICZ, E. et COOK, N.H. (1963). Physical Measurement and Analysis. Addison Wesley Publishing Co., USA.

RAINVILLE, J. et BAILLARGEON, G. (1976). Introduction à la statistique appliquée. Les Éditions SMG. Canada.

RAULINE D. (1998). Agitation de fluides à seuil et de fluides thixotropes. Mémoire de maîtrise. École Polytechnique de Montréal. Canada.

RÉGLAT, O. (1997). Procédé de couchage par rouleau de transfert et barre de dosage. Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal, Canada.

RIEGER, F. et NOVÁK, V. (1973). Power Consumption of Agitators in Highly Viscous Non-Newtonian Liquids. Trans. Instn. Chem. Engrs., 51, 105-111

ROPER, J.A. et ATTAL, J.F. (1993). Evaluation of Coating High-Speed Runnability Using Pilot Coater Data, Rheological Measurements and Computer Modeling. TAPPI J., 76, 55-61.

SANDAS, S.E. et SALMINEN P.K. (1991). The Influence of the Interaction Between Pigment and Various Cobinders on Rheology, Dewatering and Coating Performance. Coating Conference, TAPPI Proceedings, 51-59.

SCHNEIDER, G. (1988). Les mélangeurs statiques dans la transformations des matières thermodurcissables et thermoplastiques. Revue Technique Sulzer, 70, 31-36.

SCHOWALTER, W.R. (1978). Suspension Rheology dans Mechanics of Non-Newtonian Fluids, Pergamond Press, Angleterre, 264-289.

SHAH, N.F. et KALE, D.D. (1991). Pressure Drop for Laminar Flow of Non-Newtonian Fluids in Static Mixers. Chem. Eng. Sci., 46, 2159-2161.

SHINTRE, S.N. (1988). Mixing of Non-Newtonian (Pseudo Plastic) Fluids in a Motionless Mixer. 6th European Conference on Mixing, 551-556.

SHINTRE, S.N. et ULBRECHT, J.J. (1983). A model of Mixing in a Motionless Mixer. Chem Eng. Commun., 24, 115-138.

SIR, J. et LECJAKS, Z. (1982). Pressure Drop and Homogenization Efficiency of a Motionless Mixer. Chem Eng Commun., 16, 325-334.

SKELLAND, A.H.P. (1967). Non-Newtonian Flow and Heat Transfer. John Wiley & Sons, Inc. USA.

SMOOK, G.A. (1992). Surface Treatments. Handbook for Pulp and Paper Technologists, G.A. Smook, Angus Wilde Publications, Canada, 283-296.

STERBACEK, Z. et TAUSK, P. (1965). Mixing in the chemical industry. Pergamon Press. Angleterre.

STINEBAUGH, D.K., SULLIVAN, S.J., GASPARD, L.A. et FERNANDEZ, J.M. (1988). The Use of Polyvinyl Acetate and Polyvinyl Acetate-Acrylic Latexes in Blade Coating. TAPPI Seminar Notes : Blade Coating, 115-118.

TAKACS, E.A. (1988). Additives in Blade Coating Formulations. TAPPI Seminar Notes : Blade Coating, 129-132.

TANGUY, P.A. (1994). Rheological Complexities in Paper Coating Processes: A Literature Survey. Proceedings of the 4th European Rheology Conference, Espagne, 4-9.

TANGUY, P.A., LACROIX, R. et CHOPLIN, L. (1990). Three-Dimensional Modelling of the Flow Through a LPD Dow-Ross Static Mixer. Fluid Mixing IV, Angleterre, 97-108.

TANGUY, P.A., THIBAUT, F. et BRITO DE LA FUENTE E. (1996). A New Investigation of the Metzner et Otto Concept for Anchor Mixing Impellers. Canadian J. of Chem. Eng., 74, 1-7.

TAUSCHER, W. et SCHÜTZ, G. (1973). L'élément mélangeur statique Sulzer. Revue Technique Sulzer, 55, 157-161.

TODD, D.B., GOGOS, C.G., ESSEGHIR, M., YU, D.-W. et WIDAGDO, S. (1997). Monitoring Process Viscosities With a New On-Line Rheometer. Plastics Engineering, March, 107-108.

TRIAANTAFILLOPOULOS, N. et GRANKVIST, T. (1992). Viscoelasticity and High-Shear Viscosity of Coatings in Relations-Ship to Short-Dwell Runnability. Coating Conference. TAPPI Proceedings, 23-36.

UHL, V.W. et GRAY, J.B. (1966). Mixing theory and practice. Academic Press. USA.

VAN WAZER, J.R., LYONS, J.W., KIM, K.Y. et COLWELL, R.E. (1963). Capillary Viscosimeters. Viscosity and Flow Measurement: A Laboratory Handbook of Rheology, John Wiley & Sons, USA, 187-262.

VANYA, T.C. (1988). Formulating Blades Coating. TAPPI Seminar Notes : Blade Coating, 83-84.

VIDAL, F., EGURREGUY, D. et POUYET, J. (1991). Rhéologie in situ des sauces de couchage. Les Cahiers de Rhéologie, IX, 171-179.

VU, C., TROUVE, C., KYRIAZIS, J. et GROSSIORD, J.L. (1992). Bain de couchage papier correlations rheologie-microestructure influence de la nature du co-liant. Les Cahiers de Rhéologie. X, 241-247.

WALPOLE, R.E. et MYERS, R.H. (1972). Probability and statistics for engineers and scientists. McMillan Publishing Co., USA.

WEISSBERG, H.L. et PRAGER, S. (1963). Viscosity of Concentrated Suspensions of Spherical Particles. Proceedings of the 4th International Congress on Rheology, Espagne, 709-714.

WIENER, R.O. (1993). Pumps and Circulation Systems. The Coating Processes, J.C. Walter, Tappi Press, USA, 57-62.

WILLIAMS, G. (1984) How to Buy a Static Mixer. The Chemical Engineer. Octobre, 30-33.

YAP, Y.C., PATTERSON, W.I. et CARREAU. P.J. (1979). Mixing of Viscoelastic Fluids with Helicoidal Ribbon Impellers. Part III. Non-Newtonian Fluids. AIChE J., 25, 516.

YZIQUEL, F. (1998). Étude du comportement rhéologique de suspensions colloïdales. Thèse de Doctorat, École Polytechnique de Montréal, Canada.

ZANGER, R. (1969). Rhéologie des suspensions. La Rhéologie, B. Persoz, Monographies du centre d'actualisation scientifique et technique, No. 3, Masson et Cie., France, 167-172.