



TECHNIQUE DU MELANGE ET TRAITEMENT DES EMULSIONS

par François Benmoussa

On peut donner de l'**AGITATION** la définition suivante : "**créer artificiellement dans une masse composée d'éléments hétérogènes, des mouvements internes au fluide, pour diminuer cette hétérogénéité et même obtenir une homogénéité totale**".

Cet exposé fournit les premiers éléments nécessaires pour effectuer le choix du matériel adéquat en matière de mélange et notamment pour le traitement des émulsions.

I - LA FONCTION DE L'AGITATION.

C'est sous l'action de la rotation d'un agitateur que se créent des mouvements de convection dans toute la masse qui forcent la liaison des particules entre elles.

Longtemps empiriques et résultant exclusivement d'essais particuliers à chaque domaine, les méthodologies de détermination des agitateurs, à force de recoupements, d'études généralisées et d'application des lois de la mécanique des fluides, sont maintenant suffisamment précises pour assurer un résultat à partir des caractéristiques exactes du milieu à homogénéiser.

Il s'agira ici de donner un aperçu général des éléments de compréhension des phénomènes de mélange, en l'appliquant à un problème concret de fabrication d'émulsion.

Pour optimiser la définition d'un appareil, il est toujours nécessaire de connaître avec précision :

- la fonction première recherchée (mélange, émulsion, dispersion, échange thermique, etc...)
- les dimensions et la géométrie des cuves à équiper
- la densité et la viscosité du ou des composants
- la famille rhéologique du mélange.

II - L'HYDRODYNAMIQUE D'UN AGITATEUR

Généralement, un mélangeur doit assurer une action de pompage par écoulement axial ou radial et une action de turbulence avec un cisaillement plus ou moins élevé.

L'écoulement axial intervient lorsqu'un liquide circule dans une cuve agitée, verticalement de haut en bas, autour de l'axe du mélangeur, puis remonte le long des parois après réflexion sur le fond de la cuve; il est ensuite aspiré verticalement vers le mobile d'agitation qui se trouve en bout d'arbre.

L'écoulement radial est créé par un mouvement horizontal vers les parois de la cuve, donné au liquide par la rotation du module d'agitation.

Le flux se divise ensuite en deux courants, l'un allant vers le fond de la cuve, l'autre remontant vers la surface du liquide.

A ces deux types d'écoulement vient s'ajouter **l'écoulement tangentiel**, où le milieu tourne dans sa totalité autour de l'arbre d'agitation et jusqu'à la périphérie de la cuve.

L'expérience montre généralement que dans la réalité, il y a toujours une association des trois types d'écoulement.

Outre le type d'écoulement, l'hydraulique d'une agitation est directement liée à deux paramètres, le **DEBIT DE L'ECOULEMENT INDUIT** et la **VITESSE DE CET ECOULEMENT** en sortie de mobile.

Le débit de pompage d'une hélice, varie en fonction de son profil, de sa vitesse de flux et du carré de son diamètre.

Le coefficient ou le nombre de pompage est une constante directement liée au profil d'un mobile d'agitation et influe donc énormément sur ses performances.

Il en est de même pour le coefficient de puissance.

III - LES PRINCIPAUX MOBILES D'AGITATION

Dans les mobiles **ROTOR/STATOR A HELICE TRIPALE AXIALE "TRS"**, l'énergie transmise au mobile d'agitation sert exclusivement à créer des écoulements axiaux.

Le mobile d'agitation se compose d'une hélice tripale (rotor) entraînée par un arbre de transmission et d'un anneau fixe (stator) entourant l'hélice tripale tenue par un fourreau ou par plusieurs colonnes.

La conception de ce mobile permet de canaliser axialement les courants engendrés et de les empêcher, une fois sortis du champ de l'hélice, de se dissiper horizontalement.

Les courants ainsi créés forment un effet de "jet" vertical, et évitent ainsi de communiquer à l'ensemble de la masse un mouvement circulaire conduisant à la formation d'un Vortex.

Les turbines **ROTOR/STATOR A CAGES COLLOÏDALES "TCC"**, à très fort taux de cisaillement, composés d'un stator à cage, d'un double rotor, et d'une turbine centrale à effet axial, sont très utilisées pour la fabrication de produits émulsionnés.

Les cages de ce type de turbine à ROTOR/STATOR, composés de nombreuses fentes produisent un cisaillement intense. La turbine tripale centrale à effet axial a pour fonction d'assurer l'effet de pompage de ce type de mobile.

Le **TAUX DE CISAILLEMENT** obtenu dépend du **DIAMETRE** de la turbine, de sa **VITESSE PERIPHERIQUE**, du **NOMBRE DE FENTES** des différentes cages et de leur **ESPACEMENT**, ainsi que de l'**ENTREFE R** entre cage, stator et rotor.

La première fonction de ces turbines est d'atteindre un **TAUX DE CISAILLEMENT** très élevé, de type **COLLOÏDAL**.

LA TURBINE DEFLOCULEUSE "TD", mobiles à écoulement radial, se compose d'un disque plat, muni de dents en périphérie et nécessite une importante vitesse de rotation.

Travaillant également avec un taux de cisaillement important, mais différents d'un colloïdal, cette turbine offre un faible effet de pompage, par rapport aux autres mobiles d'agitation.

Le cisaillement est obtenu à partir d'une vitesse périphérique importante (de 10 m/s à 30 m/s), et permet de résoudre des problèmes de dispersion liquide/solide, en particulier si les solides sont hygroscopiques (épaississants de toutes sortes tels que carbopole, CMC, alginate, pectine, amidon, gélatine, etc...) et forment des grumeaux.

La totalité des grumeaux et d'autres agrégats indésirables sont très rapidement éliminés par le travail des dents périphériques de la turbine, qui désagrègent par défloculation.

Avec les **HELICES PROFILEES A PALES MINCES** l'écoulement principalement axial, permet d'obtenir à un coût énergétique moindre, un débit de pompage très important.

Par un choix très précis du rapport "surface de pale/angle d'incidence", ces hélices ont un **BON COEFFICIENT DE DEPLACEMENT** (d'où le débit important) pour un **COEFFICIENT DE PUISSANCE FAIBLE** (d'où une consommation d'énergie peu élevée).

Deux modèles d'hélices sont couramment utilisés, comportant des pales étroites à **DEBIT IMPORTANT** par rapport à la hauteur manométrique (TPE), ou des pales larges (TPL) qui permettent de **FORTES VITESSES DE POUSSEE** avec de **FAIBLES VITESSES DE ROTATION**, donc un cisaillement quasi inexistant.

IV - LE TRAITEMENT DES EMULSIONS

Une émulsion est constituée d'au moins deux phases non miscibles, entre lesquelles on a effectué une dispersion intime.

L'une des phases est appelée "**PHASE DISPERSANTE**" ou "**EXTERNE**", tandis que la seconde phase est appelée "**PHASE DISPERSÉE**" ou "**INTERNE**".

Il existe deux types d'émulsion, suivant la nature des phases.

Les émulsions "**HUILE DANS EAU**" (H/E) et les émulsions "**EAU DANS HUILE**" (E/H).

Si la phase dispersante est une phase aqueuse, on dira que l'émulsion est de type H/E, alors que si cette phase est une phase huileuse, on dira que l'émulsion est de type E/H.

Si la phase dispersée est une phase aqueuse, l'émulsion sera de type E/H et si c'est une phase huileuse l'émulsion sera de type H/E.

L'ordre d'incorporation des phases revêt une grande importance et suivant cet ordre, les techniques de mélange varient.

Ces différentes techniques sont les suivantes :

- **L'EMULSION PAR ADDITION** : c'est la phase dispersée qui est incorporée dans la phase dispersante
- **L'EMULSION PAR INVERSION** : c'est la phase dispersante qui est incorporée dans la phase dispersée
- **L'EMULSION PAR ALTERNANCE** : ce sont les deux phases qui sont incorporées en même temps, lentement et par petites quantités dans l'émulsif.

Notons pour anecdote que des produits courants comme le jaune d'œuf, le blanc d'œuf et le lait sont des émulsions dites "naturelles".

Pour réaliser des émulsions "**ARTIFICIELLEMENT**", il sera donc nécessaire d'exercer une **ACTION MECANIQUE** permettant **LA DISPERSION** de la phase lipidique dans la phase aqueuse ou vice-versa.

Mieux cette dispersion sera effectuée, plus l'émulsion sera stable.

Cette stabilité sera obtenue par la recherche d'une finesse très poussée des "gouttelettes formant l'émulsion, et d'une homogénéité parfaite de ces "gouttelettes".

De la dimension moyenne de ces nouvelles particules formées (souvent quelques microns sont nécessaires), dépend la stabilité dans le temps du produit.

Une bonne émulsion est une émulsion dont les constituants sont tellement liés les uns aux autres qu'ils ne se séparent qu'après l'action mécanique qui les a liés, et ce, même très loin dans le temps. Il est toutefois nécessaire de noter que la qualité d'une émulsion n'est pas uniquement due aux performances du mélangeur avec laquelle elle est fabriquée.

En effet, cette qualité est également liée aux différentes formulations employées, faisant intervenir les caractéristiques physiques et chimiques propres aux produits utilisés.

De plus, la stabilité d'une émulsion sera toujours favorisée par l'addition d'un émulsifiant ou d'un produit tensioactif.

V - NOTIONS RHEOLOGIQUES

La famille rhéologique à laquelle appartient le milieu à agiter, revêt une grande importance quant à la détermination d'un mélangeur.

Cette **FAMILLE RHEOLOGIQUE** est directement liée à **LA VISCOSITE** d'un produit que l'on peut définir de la manière suivante.

Considérons une couche moléculaire d'un fluide auquel on applique une vitesse v et une seconde couche moléculaire de ce même fluide séparée d'une distance dx de la première. Cette deuxième couche aura, en raison des forces de frottement intérieurs, propres au fluide, une vitesse un peu moins élevée ($v-dv$).

La valeur moyenne de ces forces de frottement est proportionnelle à la surface considérée pour le plan théorique matérialisé par la couche moléculaire du produit, et à la vitesse dv/dx appelée "**GRADIENT DE VITESSE**" suivant x ; Si F est la force de frottement et S la surface du plan, on obtient :

$$F = \nu S dv/dx$$

où ν est le coefficient de viscosité d'un produit, plus simplement sa viscosité.

L'étude rhéologique d'un produit est donc une étude qui permet de déterminer le **COMPORTEMENT** de sa **VISCOSITE** sous l'action d'une **CONTRAINTES DE CISAILLEMENT**.

En effet, par la rotation d'un mobile d'agitation sont créées des forces de cisaillement qui, en fonction du temps pendant lequel elles sont appliquées au produit, peuvent influencer sur la valeur de sa viscosité.

Il existe deux types de produits, les fluides **NEWTONIENS** dont la viscosité ne varie, ni en fonction de la contrainte de cisaillement qui leur est appliquée, ni en fonction du temps pendant lequel elles lui sont appliquée.

Par contre, les fluides **NON NEWTONIENS** ont une viscosité qui varie en fonction d'un de ces deux paramètres.

Parmi les fluides non newtoniens, plusieurs cas sont envisageables. **LES FLUIDES DILATANTS** dont la viscosité augmente quand le taux de cisaillement augmente mais ne sont toutefois pas influencés par le temps d'application de ce cisaillement.

A l'inverse des précédents, la viscosité **DES FLUIDES PSEUDO-PLASTIQUES** diminue quand le taux de cisaillement augmente et là encore, le temps d'application n'a pas d'influence sur son comportement.

La viscosité **DES FLUIDES THIOXOTROPES** diminue elle, en fonction du temps pendant lesquels ils subissent des forces de cisaillement, quelle que soit la valeur du gradient de vitesses, avec naturellement un seuil de départ.

Enfin, dans le cas **DES FLUIDES RHEOPECTIQUES**, c'est uniquement le temps d'application d'un taux de cisaillement qui influe sur la viscosité en provoquant son augmentation. Il y a, comme précédemment, un seuil de départ de la valeur du taux de cisaillement, mais également du temps pendant lequel il est appliqué au produit, pour déclencher le processus d'accroissement de la viscosité.

Parmi tous ces produits, il est évident que les plus faciles à traiter sont les newtoniens.

Nous rencontrons toutefois de nombreux cas de produits non newtoniens, surtout thixotropique ou pseudo-plastiques, avec lesquels de nombreuses précautions sont à prendre.

En effet, la puissance hydraulique d'un agitateur doit tenir compte de **LA VISCOSITE APPARENTE** du produit et la difficulté majeure est de bien la définir.

L'effet mécanique dû à la rotation d'une hélice n'est pas constant dans tout l'ensemble de la cuve.

Plus on s'éloigne du mobile d'agitation, plus le gradient de vitesse, donc le taux de cisaillement diminue.

N'étant pas constant et compte tenu de l'influence de ce paramètre sur les produits non newtoniens, la viscosité de la masse ne sera donc pas la même en tous points de la cuve ; elle augmentera ou diminuera suivant le produit.

Le mélangeur devra donc tenir compte de deux paramètres importants :

- Le taux de cisaillement minimum à créer, afin de déclencher le processus de chute de viscosité pour les produits pseudo-plastiques et thixotropes.
- Le taux de cisaillement maximum à ne pas dépasser pour éviter l'accroissement de la viscosité des produits dilatants ou rhéopectiques.

Pour les premiers, le calcul d'un agitateur se fera toujours en fonction des valeurs les plus élevées des viscosités, afin de palier à toute surcharge sur la puissance installée du moteur.

C'est au moment où la viscosité atteint sa plus forte valeur, qu'il faut pouvoir assurer la mise en mouvement du fluide dans toute la cuve.

Ceci est d'autant plus vrai que cela s'applique à des produits de haute viscosité.

En effet, si le caractère non newtonien d'un produit s'applique sur un produit de faible viscosité (10 poises maximum), l'approche du problème est beaucoup plus aisée du fait de la faible plage de variation de viscosité.

VI - CHOIX DU MODE ET DU MATERIEL DE FABRICATION

Les produits émulsionnés se rencontrent surtout dans les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques.

Nous avons vu qu'il s'agit généralement de mélanger deux phases, l'une aqueuse, l'autre lipidique.

Cette opération est irréalisable quand certains corps gras de la phase huileuse se présentent sous forme solide.

Il faut alors les faire fondre pour les liquéfier et pouvoir ensuite les mélanger sous cette forme à la phase liquide.

Par ailleurs, les deux phases doivent être portées, avant l'émulsion à la même température (70°C - 80°C environ)

Toutefois, certaines émulsions peuvent être fabriquées à froid (mais elles sont rares), quand les deux phases sont sous forme liquide, à température ambiante.

Pour réaliser une émulsion, il faut être équipé d'un appareil "**DISPERSEUR-EMULSIONNEUR**" à **VITESSE RAPIDE**.

Quand le mélange est réalisé, on passe alors au stade de refroidissement du produit, jusqu'à température ambiante.

Dans la plupart des cas, c'est à environ 35°C que l'émulsion prend en masse et devient de plus en plus visqueuse.

Intervient alors la fonction de **MALAXAGE** qui assure l'homogénéité du produit, mais surtout un bon **ECHANGE THERMIQUE** de celui-ci en évitant le phénomène de "**CROUTAGE**" sur les parois de la cuve, néfaste à un bon coefficient de **TRANSFERT THERMIQUE**.

Cette fonction est assurée par un **MELANGEUR-RACLEUR** à **VITESSE LENTE**, dont on se servira également pour incorporer en fin de fabrication les colorants, parfums, arômes, etc... (suivant l'industrie concernée).

Un bon équipement destiné à la fabrication d'émulsions devra donc allier deux types de mélangeurs.

Le premier devra assurer le mélange et l'émulsion en phase liquide, le second devra malaxer le produit fini, qui est alors sous forme très visqueuse ou pâteuse.

Le **DISPERSEUR-EMULSIONNEUR** est toujours équipé d'un mobile de petit diamètre, muni d'un "Rotor-Stator" et tournant à grande vitesse (jusqu'à 3 000 tr/min).

Il doit répondre à deux fonctions :

- La réalisation d'un travail mécanique destiné à diviser finement les particules des deux phases et à les mélanger intimement entre elles jusqu'à les émulsionner (ici intervient la fonction cisaillement).
- Assurer une bonne circulation du produit, afin d'en forcer le passage dans la chambre de dispersion, de toutes les particules de la phase grasse ou aqueuse, déjà émulsionnées ou pas (la fonction de pompage intervient à ce niveau).

Il faudra toutefois prendre beaucoup de précautions quant au choix du matériel utilisé.

En effet, un seuil minimal de cisaillement est nécessaire pour déclencher le processus d'association de deux phases en présence.

Toutefois au-delà d'une certaine valeur, le travail mécanique du mélangeur risque d'entraîner une déstabilisation de l'émulsion, phénomène généralement appelé "**SEPARATION DES PHASES**", d'où la nécessité de jouer sur la vitesse de rotation, donc du taux de cisaillement par un **VARIATEUR DE FREQUENCE**.

Cela permet de prolonger au maximum le temps de fonctionnement de l'émulsionneur sans pour autant prendre le risque d'un phénomène comme décrit plus haut.

Il est à noter que cette qualité, non évidente et pourtant primordiale, n'est pas réalisée par tous les constructeurs de matériel.

Une autre précaution, dans la définition du matériel doit être prise en compte si la fabrication d'une émulsion ne se fait pas sous vide.

Si cette condition n'est pas prévue, il sera alors d'autant plus impératif, par rapport à la première raison, d'équiper le mélangeur d'une variation de vitesse.

Cette option permettra alors une fabrication sans **INCORPORATION D'AIR**.

En effet, l'air éventuellement incorporé lors d'un mélange, ne pourra pas s'éliminer facilement à cause de la forte viscosité du produit en fin de préparation, et c'est là une cause de déstabilisation de l'émulsion.

Si un produit contient trop d'air, sa conservation dans le temps (chez le fabricant ou le consommateur) risque de poser un problème d'oxydation.

De plus, l'air contenu dans la masse posera des difficultés de remplissage, au cours du conditionnement, sans parler de l'aspect inesthétique du contenu (important pour l'image de marque des produits).

Bien souvent d'ailleurs, les fabricants, dans ce cas-là, passent le produit dans un appareil capable de désaérer et de lisser en même temps.

Bien des expériences industrielles ont prouvé qu'en utilisant dans un réacteur **SOUS VIDE** un **AGIDISPERSEUR "TCC"** muni d'une variation de vitesse, on évite ainsi cette étape supplémentaire.

Très souvent, lors d'une fabrication d'émulsion, l'incorporation d'une des deux phases dans la première, se fait en partant d'un volume très réduit par rapport au volume final.

Avec une variation de vitesse, il sera possible de démarrer dans la première phase à très faible vitesse, puis d'augmenter progressivement celle-ci au cours de l'incorporation de la seconde phase.

Le but à atteindre est de toujours régler à sa juste valeur la vitesse de rotation du mélangeur, pour assurer un mouvement dans toute la masse (malgré l'augmentation de la viscosité), sans courants excessifs incluant de l'air.

De plus, ce réglage fin de la vitesse du mobile de mélange, permet d'augmenter ou de diminuer progressivement et à volonté, le taux de cisaillement obtenu, celui-ci étant directement lié au profil du mobile et à sa vitesse périphérique (donc à sa vitesse de rotation)

C'est un avantage supplémentaire, qui offrira la possibilité de travailler, avec le même équipement sur plusieurs formulations de produit différentes.

LE MALAXEUR peut être conçu de deux manières différentes :

- Une **ANCRE UNIQUE** équipée de **RACLEURS TEFLON** tournant lentement dans **UN SEUL SENS DE ROTATION**, créant ainsi un écoulement de type tangential.
- Une **ANCRE PERIPHERIQUE** avec **RACLEURS TEFLON** munis de **PALES** soudées horizontalement. Ce dernier organe de mélange crée à la fois un **ÉCOULEMENT TANGENTIEL** (l'ancre) et un **ÉCOULEMENT AXIAL** de **BAS EN HAUT** (les pâles).

Cette partie du malaxeur est entraînée d'une manière autonome par un motoréducteur à arbre creux.

Par un autre motoréducteur dont l'arbre d'entraînement traverse celui ci-dessus, nous pouvons provoquer un mouvement de convection supplémentaire.

En effet, ce deuxième équipement permet la rotation simultanée et en sens contraire d'un second organe de mélange, coaxial au premier.

Une **PARTIE CENTRALE** constituée d'un arbre équipé de 3 étages **D'HELICES PROFILEES TRIPALES "TPE"**, dont l'**ÉCOULEMENT AXIAL** agit de **HAUT EN BAS**.

Se forment donc ainsi dans le produit des courants de convection **ASCENDANTS** et **DESCENDANTS** se contrariant sans se neutraliser.

Ce mouvement appelé **MOUVEMENT CONTREROTATIF** donne l'assurance d'un malaxage parfait même si le produit est pâteux comme les dentifrices, les crèmes, les confitures, etc...

Notons que ce mouvement tend de plus en plus à remplacer un mouvement dit "planétaire" qui n'offre pas plus d'avantages que le premier, alors que sa conception mécanique est bien plus compliquée surtout en cas d'étanchéité au vide ou à la pression.