



HAL
open science

CINETIQUE DE DISPERSION D'UNE POUDRE FINE HYDROPHOBE DANS L'EAU : EFFET DE LA MISE EN FORME PAR GRANULATION ET DE LA TAILLE DES GRANULES

Tuyet-Oanh Vu, Laurence Galet, Driss Oulahna, Jacques Fages

► **To cite this version:**

Tuyet-Oanh Vu, Laurence Galet, Driss Oulahna, Jacques Fages. CINETIQUE DE DISPERSION D'UNE POUDRE FINE HYDROPHOBE DANS L'EAU : EFFET DE LA MISE EN FORME PAR GRANULATION ET DE LA TAILLE DES GRANULES. Science et technologie des poudres, Hervé Muhr, Apr 2001, Nancy, France. pp.345-351. hal-01257800v2

HAL Id: hal-01257800

<https://hal.science/hal-01257800v2>

Submitted on 14 Sep 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

CINETIQUE DE DISPERSION D'UNE POUDRE FINE HYDROPHOBE DANS L'EAU : EFFET DE LA MISE EN FORME PAR GRANULATION ET DE LA TAILLE DES GRANULES

T.O. VU, L. GALET, D. OULAHNA, J. FAGES

◇ CENTRE POUDRES ET PROCEDES

Ecole des Mines d'Albi-Carmaux

Campus Jarlard,- Route de Teillet

81013 ALBI, France

Résumé : La dispersibilité des poudres est une fonction recherchée dans diverses industries. Cette fonction est gouvernée par des propriétés intrinsèques des poudres et par le milieu dispersant mis en contact. Peu des travaux ont été menés dans l'identification des propriétés physiques (taille, surface, structure, ...) qui gouvernent ce mécanisme. Le présent travail concerne donc les paramètres physiques pouvant influencer le temps de dispersion des poudres fines dans un liquide donné. Pour étudier ces paramètres, nous avons décidé de travailler avec une poudre de cacao à disperser dans de l'eau. Cette poudre est en effet insoluble et très difficile à disperser. Après avoir caractérisé la poudre de cacao, nous l'avons mise en forme par la technique de granulation humide dans un mélangeur-granulateur.

Les cinétiques de désagrégation et de dispersion de la poudre libre et des granulés, ont été obtenues par une méthode optique permettant de travailler dans des suspensions opaques. Les résultats obtenus mettent en évidence que, pour une porosité intraparticulaire identique, le temps de dispersion des particules est directement proportionnel à la taille des granulés. Ce temps de dispersion est réduit de façon très importante par rapport à la poudre libre pour des petits granulés.

INTRODUCTION

Beaucoup de produits utilisés dans l'industrie passent par une phase de suspension de particules fines dans une phase liquide. C'est le cas pour les ciments, les peintures, certains produits pharmaceutiques et agroalimentaires.

Les conditions opératoires, comme le mode de versement de la poudre, le type d'agitation et l'énergie mécanique apportée, jouent un rôle prépondérant dans les cinétiques de dispersion. Les propriétés physiques et chimiques de la poudre (taille de particules, densité, surface spécifique...) et du liquide de dispersion (tension de surface, densité...) sont également très importantes.

De plus, la mise en forme des poudres, par des procédés de granulation par exemple, peut modifier les cinétiques de dispersion des poudres.

De façon générale, peu d'études mettent en évidence l'influence directe de ces différents paramètres physico-chimiques sur l'efficacité de la mise en suspension de solides divisés dans un liquide. Dans le domaine de l'agroalimentaire, différents auteurs ont commencé à étudier l'influence de la mise en forme des poudres pour obtenir des

produits à caractère instantané (1,2). Mais ces études sont très ponctuelles et ne mettent pas en évidence l'importance de chaque paramètre et leurs interactions sur la cinétique de dispersion.

C'est dans ce contexte que nous avons voulu étudier de façon précise l'influence de certains paramètres physiques sur les cinétiques de dispersion d'une poudre dans un liquide. Dans cet article, nous décrivons nos premiers résultats sur l'influence de la taille des granulés et de leur porosité sur la dispersion de particules fines dans un liquide.

Nous avons choisi de travailler avec une poudre insoluble, hydrophobe, difficile à disperser mais relativement facile à mettre en forme par granulation. Notre choix s'est porté sur la poudre de cacao. En effet, le cacao est une poudre très difficile à disperser, que se soit dans du lait ou de l'eau, et qui ne se dissout pas à température ambiante.

Après quelques éléments concernant le phénomène de dispersion des poudres dans un liquide, nous présentons la caractérisation physique de la poudre de cacao et les méthodes expérimentales utilisées pour la mise en forme par granulation et pour le suivi de la dispersion des particules de cacao dans l'eau. Enfin, l'influence de la taille des granulés de cacao sur le temps de dispersion des particules dans l'eau est présentée.

I. LES ETAPES DE LA DISPERSION

La dispersion d'une poudre dans un liquide peut se décomposer en différentes étapes (1,3). Nous pouvons définir quatre étapes successives.

- Le mouillage de la poudre : cette étape est le témoin de l'interaction entre le liquide et le solide.
- Le passage de la surface du liquide : il dépend de la densité de la poudre, de la taille des grains, de leur énergie de surface et de la tension de surface du liquide.
- La sédimentation : elle est due à l'action de la pesanteur sur les grains, qui doivent être plus denses que le liquide. La sédimentation sera fortement dépendante de la porosité des particules de solide. En effet, si le liquide peut pénétrer au cœur du grain, il augmentera sa masse et accélèrera la sédimentation. La viscosité du liquide est également à prendre en compte.
- La désagrégation : les particules fines ont tendance à former des agrégats quand ils sont dans le liquide. La désagrégation résulte de la pénétration du liquide dans le réseau poreux inter-particulaire des agrégats formés et dans le réseau poreux intra-granulaire de chaque grain. Il en résulte un éclatement des agrégats et l'homogénéisation des particules en suspension.

L'étude des cinétiques de dispersion d'une poudre dans un liquide passe donc par la détermination de paramètres physiques comme la taille des grains, leur densité et leur porosité, paramètres largement modifiables par une technique de granulation.

Le temps d'instantanéisation ou de délitement peut être considéré comme la somme du temps de mouillage complet de la poudre ou agglomérats et du temps d'imbibition des pores externes.

II. CARACTERISATION DE LA POUDRE DE CACAO

Nous avons choisi d'utiliser une poudre de cacao contenant un taux massique de matières grasses compris entre 10 et 12 %. La poudre a été caractérisée par le testeur Hosokawa® et a été classée cohésive. Les paramètres physiques, comme la taille, la densité et la porosité ont été évalués. La taille est mesurée au granulomètre laser

Malvern®, la densité vraie au pycnomètre à hélium Micromeritics®, la porosité au porosimètre par intrusion de mercure Micromeritics® et le caractère cohésif au testeur de poudre Hosokawa®. Les résultats sont regroupés dans le tableau 1.

Tab.1- Caractéristiques physiques de la poudre de cacao

CACAO	
Densité vraie	1,44 ± 0,01 g/cm ³
Porosité particulaire	pas de porosité
Diamètre moyen de la distribution granulométrique en volume (d50)	16 µm
Qualité de la poudre	très cohésive

La densité vraie d'une poudre correspond à la masse d'un volume de poudre sans aucune porosité (ni intra- ni inter-particulaire). Les particules de cacao, de faible taille moyenne, ont une densité supérieure à celle de l'eau et ne présentent pas de porosité quantifiable.

III. MISE EN FORME DU CACAO

La poudre de cacao a été mise en forme par la technique de granulation humide. Pour cela, nous avons utilisé un mélangeur-granulateur à haut cisaillement Diosna®. Le liquide liant est l'eau déminéralisée. L'alimentation en eau se fait au goutte-à-goutte.

Tab. 2- Conditions de granulation

Ratio de mouillage	65 %
Débit d'eau	0,62 g/s
Vitesse de rotation de l'arbre de mélange	300 rpm
Temps global de granulation	1120 s
Utilisation du couteau émotteur	non
Température de l'essai	25 °C

Après granulation, les granulés formés sont séchés à l'étuve (45°C pendant 5 heures) et tamisés en cinq classes granulométriques dont on calcule la fraction massique (masse de la classe divisée par la masse totale des granulés). On mesure ensuite leur porosité intragranulaire. Les caractéristiques des granulés sont regroupées dans le tableau 3.

Tab. 3-Taille, fraction massique et porosité des granulés.

n° de la classe	taille (µm)	fraction massique (% ± 0,1%)	porosité (% ± 1%)
1	d<200	30,0	21
2	200<d<630	22,1	17
3	630<d<1000	13,3	20
4	1000<d<2000	24,6	20
5	2000<d	9,9	21

Cette étape, nous a permis d'augmenter de façon significative la taille moyenne par rapport à la poudre de départ. Il est important de constater que les cinq classes granulométriques obtenues possèdent une porosité identique.

Nous pouvons alors étudier de quelle façon cette mise en forme va influencer sur la cinétique de dispersion.

IV. MESURES DES CINÉTIQUES DE DISPERSION

Le but est d'évaluer la variation de taille des particules dispersées dans le liquide en fonction du temps. Deux difficultés se présentent dans le cas de notre étude : accéder aux cinétiques rapides et mettre en place une technique d'analyse en milieu dense et opaque. Les techniques standard (dosage chimique, comptage de particules ou de sédimentation) ne permettent pas de telles mesures. Pour les premiers essais développés dans ce travail, une nouvelle technique et une méthodologie ont été mises en œuvre.

IV.1. Description de la méthode

Le suivi de la dispersion des particules de cacao dans l'eau est effectué par une méthode optique mise au point récemment (4-5). Le dispositif comprend une cuve en P.V.C. opaque de deux litres sur laquelle est fixé un capteur à fibres optiques affleurant la paroi intérieure. La fibre centrale émet une lumière d'intensité I_0 par l'intermédiaire d'une photodiode luminescente. Cette lumière est rétro-diffusée par les particules en suspension et son intensité I est mesurée par une couronne de six fibres optiques placée autour de la fibre émettrice (5). L'intensité I mesurée par la couronne de fibres optiques est convertie en tension. Cette tension est enregistrée en fonction du temps. La figure 1 représente la courbe d'étalonnage de tension en fonction de la concentration volumique en particules.

Plus la concentration volumique en particules est importante et plus le signal en tension augmente. Enfin, pour une concentration volumique donnée, le signal varie en fonction de la taille des granules. L'intensité du signal diminue avec la diminution de la taille des granules. Ce dispositif expérimental nous permet donc de suivre de façon très précise des cinétiques de désagrégation d'agrégats et de dispersion de particules dans un liquide.

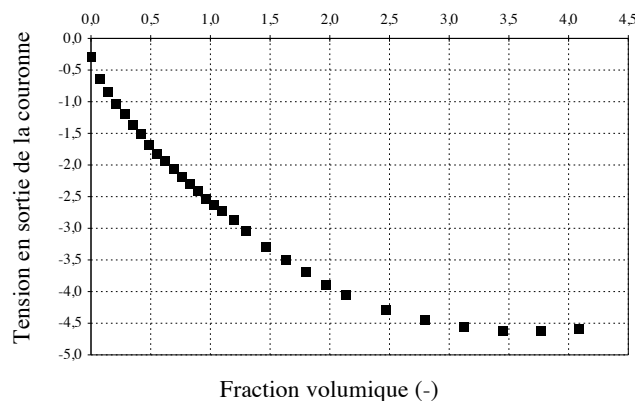


Figure 1. Tension en fonction de la concentration de poudre de cacao dans l'eau.

Pour chaque mesure de temps de dispersion, on mesure la tension en sortie de la couronne en fonction du temps. Une courbe de tension en fonction du temps est donnée en exemple (Fig. 2). Il s'agit des granules de classe 4. Le signal obtenu est lissé par une fonction du noyau de Gauss. Chaque valeur du signal est ensuite exprimée en pourcentage de la valeur finale du palier ($V_{\text{signal}}/V_{\text{finale}}$). Le temps de dispersion est arbitrairement défini comme la différence entre les moments où 90 et 10 % du palier sont atteints (Fig.3).

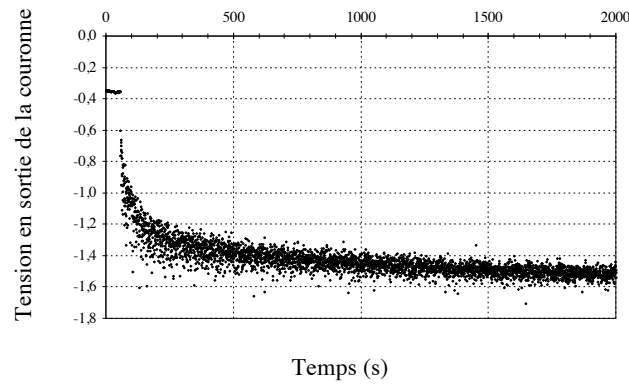


Figure 2. Exemple de courbe d'acquisition (classe : $1000 < d < 2000 \mu\text{m}$).

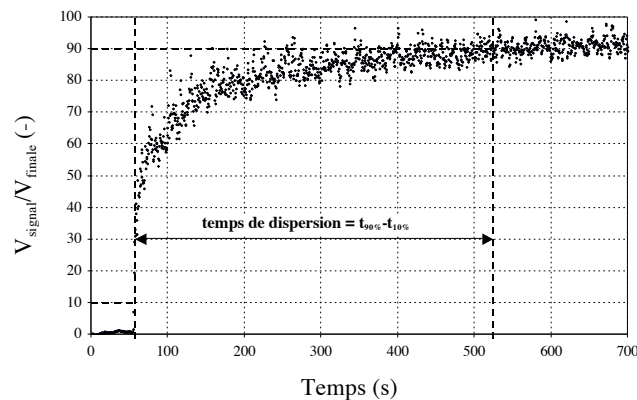


Figure 3. Détermination du temps de dispersion (classe : $1000 < d < 2000 \mu\text{m}$).

IV.2. Dispersion de la poudre de cacao

La mesure de la cinétique de dispersion pour la poudre non granulée a été réalisée à une concentration volumique de 1,03 % dans l'eau à 20°C. La quantité de poudre de cacao est versée à la surface de l'eau. La mise en suspension de la poudre est effectuée grâce à une agitation mécanique (470 tours/minute avec une turbine à hélice).

Le temps de dispersion mesuré dans les conditions données en IV.1. pour le cacao non granulé est d'environ 670 secondes (plus de 11 minutes). La dispersion du cacao dans l'eau est donc longue à cette vitesse d'agitation et à cette température. Ce phénomène s'explique par la finesse de la poudre, son caractère hydrophobe (10 à 12 % de matières grasses) et par le fait qu'elle soit très cohésive.

IV.3. Influence de la taille des granulés

Pour cette série d'expériences, les concentrations volumiques de granulés dans l'eau sont de 1,03 % (comme pour le cacao non granulé) avec une agitation de 470 tours/minute. Les résultats des mesures de cinétiques de dispersion des granulés de cacao dans l'eau sont donnés sur la figure 4.

Le temps de dispersion varie de façon importante en fonction de la taille des granulés. Les granulés de petite taille ($< 200 \mu\text{m}$) sont désagrégés en 100 secondes environ. Les granulés de taille moyenne de $1500 \mu\text{m}$ sont désagrégés en 450 secondes, soit un temps de dispersion proche de celui de la poudre libre.

Plus la taille augmente, plus le temps de dispersion des particules de cacao augmente. Pour une porosité voisine, plus les granulés sont gros et plus ils sont difficiles à

désagréger et à disperser. Cela s'explique car le temps de diffusion de l'eau au cœur des granulés augmente avec leur taille moyenne.

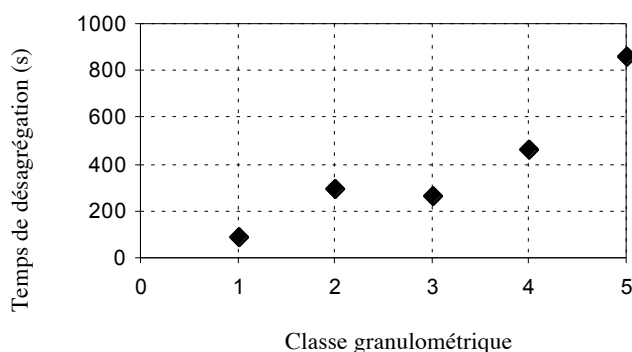


Figure 4. Temps de dispersion des granulés de cacao dans l'eau en fonction de la taille.

Nous pouvons donc dire que l'augmentation de la taille des granulés jusqu'à une taille critique de 2000 microns permet d'améliorer significativement la vitesse de dispersion.

V. CONCLUSIONS, PERSPECTIVES

Cette étude, nous a permis de valider une nouvelle technique expérimentale. Le dispositif mis en place nous permet de connaître avec précision la quantité ou la taille de particules dispersées dans une solution dense et opaque. Nous pouvons alors déterminer avec précision des cinétiques de dispersion, de désagrégation ou de dissolution de particules dans un liquide.

Nous avons vu dans un premier temps que la dispersion du cacao dans l'eau est longue. Une granulation en voie humide permettant d'augmenter la taille des granulés a donc été faite.

Dans un deuxième, nous avons mesuré les temps de dispersion de granulés de cacao (ayant la même porosité) dans l'eau, et nous avons observé une très nette diminution de ces temps de dispersion. Cependant, nous avons déterminé une taille critique de granulés pour laquelle la dispersion devient plus difficile que pour la poudre libre (granulés de taille supérieure à 2000 microns).

Nous pouvons donc conclure sur le fait que la taille des particules à disperser joue un rôle fondamental dans la cinétique de la dispersion d'une poudre fine hydrophobe. L'augmentation de la taille des grains permet de diminuer le temps de dispersion, jusqu'à une taille critique.

Cette étude aura pour suite de déterminer les autres paramètres physiques pouvant influencer sur la dispersion comme la porosité des grains, la température du liquide, et de pondérer l'effet de chaque paramètre sur la cinétique de dispersion.

REFERENCES

- (1) Schubert H., Instantization of powdered food products., International Chemical Engineering, vol. 33, n°1, 28-45 (1993)
- (2) Hoge Kamp S., Schubert H., Wolf S., Steam jet agglomeration of water soluble material, Powder Technology, 86, 49-57 (1996)
- (3) Jansen J.D., Methods of instantizing powders for the preparation of food drinks, The Manufacturing Confectioner (1973)

- (4) Bergougnoux L., Misguich-Ripault J., Firpo J.L., Characterisation of an optical fiber bundle sensor, *Review of Scientific Instruments*, 69, 1985-1990 (1998)
- (5) Bellino I., Bergougnoux L., Misguich-Ripault J., Firpo J.L., Particle size effects on an optical fiber sensor response, soumis à *Powder Technology* (2000)

REMERCIEMENTS

Nous remercions très sincèrement la société PHOSCAO de nous avoir gracieusement fourni les échantillons de cacao.