Doctorat ParisTech

THESE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

L'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (AgroParisTech)

Spécialité : Génie des procédés

présentée et soutenue publiquement par

M. Gilles MARY

le 30 septembre 2011

Prise en compte des effets du produit et du procédé au cours de l'opération de foisonnement par battage en continu - Analyse dimensionnelle

Directeur de thèse : **Pr. Gérard CUVELIER**

Co-encadrement de la thèse : **Dr. Fabrice DUCEPT, Dr. Samir MEZDOUR**

Jury

M. Romain JEANTET, Professeur, UMR 1253 STLO, Agrocampus Ouest	Rapporteur
M. Christophe VIAL, Professeur, EA 3866 LGCB, Université Blaise Pascal	Rapporteur
Mme Catherine LOISEL, Docteur, UMR 6144 GEPEA, Oniris	Examinateur
M. Fabrice DUCEPT, Docteur, UMR 1145 GENIAL, Agroparistech	Examinateur
M. Gérard CUVELIER, Docteur, UMR 1145 GENIAL, Agroparistech	Examinateur

AgroParisTech
UMR1145 Ingénierie Procédés Aliments
F-91744 Massy Cedex

Avant-propos

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont été financés par le ministère de l'industrie et sont le fruit d'une collaboration entre l'UMR 1145 *Ingénierie Procédés Aliments* (AgroParisTech, INRA, le CNAM) et un groupe industriel du secteur cosmétique. Une partie du projet de recherche a été consacrée à une étude visant au développement de mousses cosmétiques innovantes. Elle a donné lieu à une réflexion sur l'effet des interactions existantes entre la formulation du produit et le procédé de foisonnement sur la texture instrumentale des mousses cosmétiques produites. Pour des raisons de confidentialité ces résultats ne seront pas présentés. Afin d'appréhender de tels produits complexes, des travaux de modélisation de l'opération de foisonnement ont été réalisés sur des produits aux propriétés contrôlées et les résultats obtenus ont été validés sur le produit cosmétique. C'est cette partie de l'étude qui sera détaillée dans le présent manuscrit.

Remerciements

Je souhaite adresser mes remerciements les plus sincères aux personnes qui m'ont apporté leur aide et qui ont contribué à la réalisation de ce travail de thèse ainsi qu'à la réussite de cette formidable aventure humaine. Je tiens à remercier Catherine Loisel, Romain Jeantet et Christophe Vial d'avoir accepté de se livrer à l'examen de mon manuscrit et d'avoir enrichi la discussion scientifique en participant à mon jury de soutenance. Je tiens également à remercier Gérard Cuvelier, Fabrice Ducept et Samir Mezdour qui se sont toujours montrés à l'écoute et très disponibles pour me guider sur les chemins de la recherche et de la connaissance. Ils répondront modestement qu'ils n'ont fait que leur travail mais je sais que j'ai fait la rencontre de personnes aux qualités humaines admirables. Mes remerciements s'adressent également à Raphaël Lauhon pour sa générosité et la grande patience dont il a su faire preuve. Je remercie Guillaume Delaplace pour le temps qu'il a consacré à m'instruire sur les espaces sans dimension. J'exprime ma gratitude à tous les membres de la communauté de travail de AgroParisTech - Massy et plus particulièrement aux personnes du laboratoire de biophysique et de la halle N.Appert pour leur gentillesse et les moments que nous avons partagés durant ces trois années. Je garderai à jamais un bon souvenir de l'ambiance de travail. Je n'oublie pas mes parents, sans qui évidemment rien de tout cela n'aurait été possible, et j'adresse aussi mes remerciements à tous mes proches et amis, qui m'ont supporté (dans les deux sens du terme) tout au long de cette aventure. Enfin, dernière mais non des moindres, je finis par une pensée pour Julie qui m'éclaire au quotidien.

Nomenclature

$\dot{\gamma}_0$	Vitesse de cisaillement de référence (s^{-1})
$\dot{\gamma}_{\text{MO}}$	Vitesse de déformation en cisaillement définie selon Metzner & Otto (1957)
η	Viscosité du fluide ($Pa.s$)
η_0	Viscosité apparente de référence calculée à la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}_0$ ($Pa.s$)
η_G	Viscosité du gaz de foisonnement ($Pa.s$)
η_{MO}	Viscosité définie selon Metzner & Otto (1957)
Φ	Fraction volumique de gaz incorporé dans la mousse à p_{atm} (%)
ρ	Masse volumique du fluide ($kg.m^{-3}$)
ρ_G	Masse volumique du gaz de foisonnement ($kg.m^{-3}$)
σ	Tension de surface liquide-gaz ($N.m^{-1}$)
D	Diamètre du rotor de l'unité de foisonnement (m)
$d_{32}^{(p)}$	Diamètre des bulles à pression de foisonnement (μm)
g	Accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$)
k	Indice de consistance ($Pa.s^n$)
K_{MO}	Constante dite de Metzner & Otto (1957)
N	Vitesse du rotor ($tr.s^{-1}$)
n	indice de comportement ($sans\ unité$)
p	Pression régnant dans l'unité de foisonnement (Pa)
p_0	Pression de référence (Pa)
Q_G	Débit volumique de gaz à la pression de fonctionnement ($m^3.s^{-1}$)
Q_L	Débit volumique de liquide ($m^3.s^{-1}$)
T	Température régnant dans l'unité de foisonnement (K)
T_f	Taux de foisonnement dans la tête de mélange à la pression p appliquée (%)

[L] Dimension fondamentale de longueur

[M] Dimension fondamentale de masse

[T] Dimension fondamentale de temps

Nombres sans dimension

Symbole	Nom	Expression	Signification
Ca	nombre capillaire	$\frac{v\ \eta}{\sigma}$	rapport entre les forces visqueuses et la tension superficielle
Re	nombre de Reynolds	$\frac{\rho\ v\ l_c}{\eta}$	rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses
We	nombre de Weber	$\frac{\rho\ v^2\ l_c}{\sigma}$	rapport entre les forces d'inertie et la tension superficielle

v : vitesse [LT^{-1}]

l_c : longueur caractéristique [L]

η : viscosité dynamique [$\mathrm{ML}^{-1}\mathrm{T}^{-1}$]

σ : tension superficielle [MT^{-2}]

ρ : masse volumique [ML^{-3}]

Table des matières

Introduction **vii**

I Bibliographie **1**
I.1 Les mousses . . . 2
I.1.1 Définitions . . . 2
I.1.2 Caractéristiques . . . 4
I.1.2.1 Taux d'incorporation . . . 4
I.1.2.2 Taille des bulles . . . 4
I.1.2.3 Stabilité . . . 6
I.1.3 Energie de surface et tension superficielle . . . 7
I.1.4 La dispersion de fluides non-miscibles . . . 8
I.1.4.1 Le nombre capillaire . . . 8
I.1.4.2 Expression des contraintes . . . 9
I.1.4.3 Dispersion en régime laminaire . . . 11
I.1.4.4 Effets de la nature des espèces tensioactives . . . 14
I.2 Les procédés de foisonnement par battage . . . 17
I.2.1 Les procédés discontinus . . . 17
I.2.2 Les procédés continus . . . 19
I.2.2.1 Les dispositifs . . . 19
I.2.2.2 Phénoménologie . . . 22
I.2.2.3 Dysfonctionnements . . . 23
I.3 Modélisation de l'opération . . . 24
I.3.1 Paramètres opératoires et taille de bulle . . . 24
I.3.2 Modèles prédictifs de la taille des bulles . . . 28
I.4 Analyse dimensionnelle des opérations de mélange . . . 33
I.5 Stratégie de la thèse . . . 37

II Matériels et Méthodes **39**
II.1 Les fluides modèles newtoniens . . . 40
II.1.1 Composition . . . 40
II.1.1.1 Le sirop de glucose . . . 40
II.1.1.2 Les molécules tensioactives . . . 40
II.1.1.3 Préparation . . . 41

II.2 Les fluides non-newtoniens 42
II.2.1 Les fluides modèles rhéofluidifiants 42
II.2.1.1 Compositions 42
II.2.1.2 Préparations 42
II.2.2 La crème cosmétique industrielle 43
II.3 Caractérisations des fluides 45
II.3.1 Rhéologie 45
II.3.2 Tensiométrie 45
II.4 L'opération de foisonnement 48
II.4.1 La ligne pilote 48
II.4.2 L'instrumentation 48
II.5 Caractérisations des mousses 50
II.5.1 Taux d'aération 50
II.5.2 Taille de bulles 50
II.6 Stratégie expérimentale 53
II.6.1 Les paramètres procédés étudiés 53
II.6.2 Planification des essais 54

III Résultats et Discussions **58**
III.1 Premières analyses des résultats 59
III.1.1 Répétabilité des essais 59
III.1.2 Effets des paramètres étudiés sur la taille des bulles 60
III.1.3 Température et échauffements 61
III.2 Analyse dimensionnelle : fluides newtoniens 66
III.2.1 Création de l'espace Π 66
III.2.2 Traitement des données expérimentales 68
III.2.2.1 Détermination des paramètres du modèle 68
III.2.2.2 Utilisation du modèle 73
III.3 Analyse critique de la méthode de Metzner et Otto 75
III.3.1 Le rhéomètre de Couette 75
III.3.2 Mesures systémiques 76
III.3.3 Opération de mélange en cuve 78
III.4 Analyse dimensionnelle : fluides non-newtoniens 81
III.4.1 Essais réalisés avec le xanthane 81
III.4.2 Essais réalisés avec le guar 83
III.4.2.1 La fonction matériau 85
III.4.2.2 Intégration des nouvelles variables dans le modèle adimensionnel 85
III.4.3 Produit Industriel 89

Conclusion **92**

Perspectives **93**

Introduction

Le foisonnement vise à inclure des bulles de gaz dans un produit liquide ou pâteux afin de lui conférer des propriétés nouvelles, et spécifiques du domaine d'application. De l'industrie alimentaire à l'extraction pétrolière, en passant par les secteurs du bâtiment, de l'automobile ou du textile, les mousses constituent des matériaux recherchés de part leur structure originale et leurs propriétés physiques uniques.

Au delà de l'application industrielle, l'étude du foisonnement suscite un grand intérêt scientifique, du fait de la complexité des phénomènes physiques et physico-chimiques intervenant au cours de l'élaboration et de la conservation de la mousse. En effet, le foisonnement est une opération technologique complexe et la mousse un produit fragile. Une dispersion de bulles de gaz dans une matrice liquide est un système compressible instable, dont les propriétés sont en partie déterminées lors du mélange dynamique des deux fluides.

Le nombre de travaux et d'outils disponibles pour la conduite maîtrisée et objectivée du procédé industriel de foisonnement reste cependant limité. Les études réalisées sur cette opération unitaire portent le plus souvent sur des produits complexes et des équipements qui diffèrent selon les équipes. Ceci rend difficile la généralisation des résultats publiés étant donné que les interactions entre les paramètres du procédé et la composition des milieux compliquent fortement la compréhension des phénomènes impliqués au cours de l'opération de foisonnement. Enfin, les différences d'échelles et d'approches existantes entre les études du procédé menées sur des équipements pilotes, et les travaux traitant des aspects physico-chimiques de la rupture de bulles ou de gouttes isolées, rendent difficile l'intégration des connaissances relatives à chacun des domaines.

L'objet de cette étude est donc de mieux formaliser et modéliser de façon générique le processus de structuration d'un produit par le procédé de foisonnement, en reliant les paramètres opératoires (procédé et produit) aux propriétés des mousses formées et de contribuer ainsi à un meilleur pilotage de l'opération.

La synthèse bibliographique, objet du premier chapitre, décrira l'état des connaissances sur les différents aspects du foisonnement. Nous y énoncerons successivement les propriétés et les caractéristiques des mousses, et plus généralement des système dispersés, les différents procédés de fabrication et les travaux de la littérature visant à modéliser l'opération de foisonnement par battage en continu. Suite à cet état de l'art, la stratégie adoptée pour réaliser cette étude sera présentée.

Le deuxième chapitre sera consacré à la description des matériels et des méthodes. Une attention particulière sera apportée au choix et aux caractéristiques des produits utilisés, à la mise en place des dispositifs expérimentaux et aux méthodologies de caractérisation des mousses, notamment la mesure de taille des bulles. Enfin la planification expérimentale sera décrite.

Dans le troisième chapitre, organisé en quatre parties distinctes, seront présentés et discutés les résultats obtenus. La première partie proposera une analyse globale des essais de foisonnement réalisés. La seconde partie présentera la mise en place de l'espace adimensionnel et l'établissement d'un modèle décrivant l'opération de foisonnement, applicable aux produits newtoniens. La troisième partie vise à étendre ce modèle aux fluides non newtoniens, et débute par une analyse critique de la méthode classiquement utilisée dans ce cas, la méthode de Metzner-Otto. Puis l'analyse dimensionnelle adaptée aux fluides dont les propriétés ne sont pas constantes aux cours du procédé sera présentée, et appliquée à des fluides modèles rhéofluidifiants. Enfin dans la quatrième partie, ce modèle sera testé avec un produit cosmétique réel.

Chapitre I

Bibliographie

I.1 Les mousses

I.1.1 Définitions

Les mousses sont des systèmes familiers, présents dans la vie quotidienne, et dont la structure et le comportement sont remarquablement complexes. On trouve des mousses dans de nombreux produits et dans de très diverses circonstances : de l'industrie alimentaire à l'extraction pétrolière, en passant par les secteurs du bâtiment, de l'automobile ou du textile (Vignes-Adler et al., 2005). Elles sont souvent recherchées en tant que véhicules de transfert dans les secteurs de l'hygiène, de la santé, des produits nettoyants ou encore des matériaux isolants (thermique, électrique ou acoustique). Dans l'agroalimentaire l'aération des produits génère des propriétés sensorielles particulières, tant par la texture que par la cinétique de libération des arômes qu'elle entraîne (Schorsch, 2007). On utilise aussi les mousses pour des applications très spécialisées qui exigent des propriétés spécifiques comme l'étalement ou le mouillage dans les domaines tels que la teinture des textiles, la décontamination (nucléaire ou autre), les boues de forage ou les fluides extincteurs. Dans d'autres cas, les mousses sont parfois indésirables, en particulier dans des procédés industriels comme la fabrication du papier, les fermentations, la distillation fractionnée et la plupart des opérations de mélange de produits.

Une mousse se définit comme une structure biphasique où l'une des deux phases, le gaz, est dispersée sous forme de bulles dans une phase continue liquide ou solide. Les éléments de base d'une mousse sont les bulles et les films liquides, stabilisés par des tensioactifs pouvant être des petites molécules de type émulsifiant ou des macromolécules telles que des protéines. Du fait de leur contenu en gaz, les mousses ont une très faible densité et sont compressibles. De plus, cette structure composite confère aux mousses des propriétés (thermiques, mécaniques, organoleptiques...) que les éléments liquides et gazeux pris séparément ne possèdent pas (Choplin & Salager, 2008).

Par essence, une mousse se trouve toujours dans un état métastable, c'est-à-dire instable sous l'angle thermodynamique (Prins, 1988). Sa durée de vie peut être modulée en ayant recours à des adjuvant physico-chimiques (stabilisation de l'interface et/ou gélification de la matrice par le biais de la formulation) adaptés aux technologies utilisées (foisonnement, cycle pression/détente, température...). Cette adaptation des formulations aux technologies ne fait que retarder le retour à l'équilibre, c'est-à-dire à la démixtion de la phase gazeuse, marquée par l'affaissement de la mousse.

Différentes classifications de mousses peuvent être faites, selon des critères physiques, morphologiques ou de stabilité.

Selon la nature de l'état physique du milieu continu la constituant, une mousse pourra être qualifiée de solide ou liquide. Les mousses solides sont généralement des mousses liquides qui ont été transformées par différents types de réactions physiques ou chimiques au sein de la matrice (congélation, cuisson, coagulation, séchage...).

Selon la morphologie des bulles, on fait la distinction entre mousses humides et mousses sèches (Herzhaft et al., 2005). Cet attribut est étroitement liée à la fraction

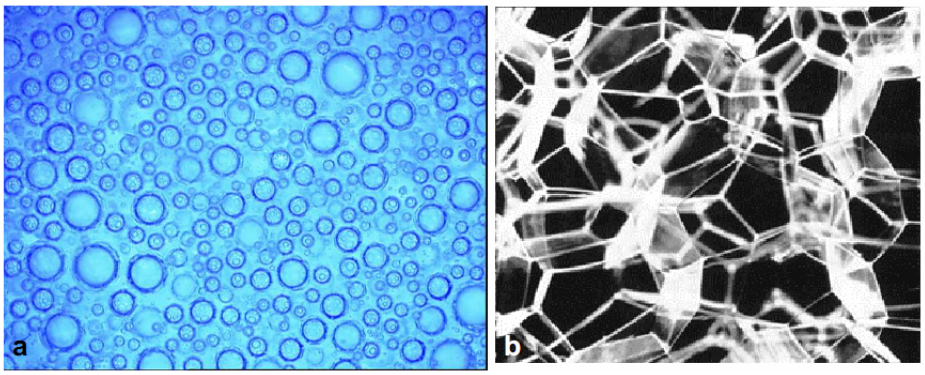

FIGURE I.1 – Exemples des morphologies de bulles rencontrées dans des mousses : a. Mousse contenant une fraction volumique de gaz de 0,5 ; b. Mousse sèche contenant une fraction volumique de gaz de 0,9

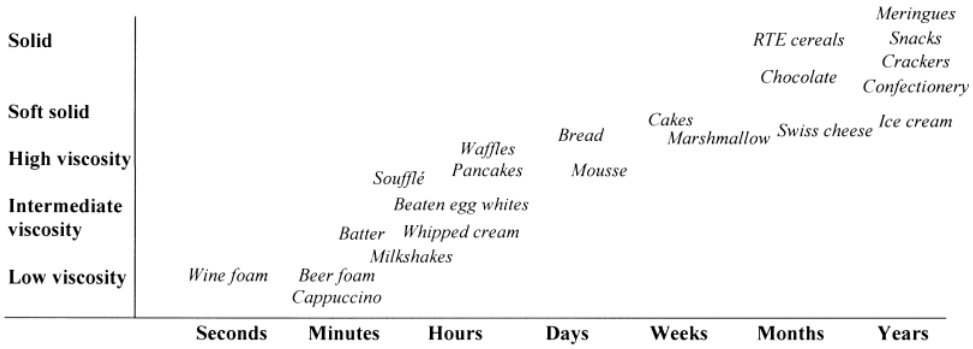

FIGURE I.2 – Durées de vie et texture des aliments aérés (Campbell & Mougeot, 1999)

volumique de gaz contenue dans la mousse. En effet, lorsque cette quantité est faible (c'est à dire lorsque les bulles ne sont pas en contact les unes des autres), les bulles sont sphériques et les mousses sont dites "humides". En revanche, lorsque la fraction volumique de gaz est très élevée (dans ce cas il y a contact), les bulles forment des structures polyédriques séparées par des films minces, appelés bords de Plateau, et les mousses sont dites "sèches" (Fig.I.1) .

Enfin, selon le temps de stabilité des mousses on peut faire la distinction entre les mousses dites durables et des mousses dites éphémères ou transitoires. Parmi ces dernières, les exemples les plus parlants sont la mousse de savon ou encore la mousse de bière, qui ne persistent que quelques dizaines de secondes. A l'opposé, certaines mousses ont une durée de vie pouvant atteindre plusieurs semaines, c'est le cas notamment de certaines mousses laitières (Fig.I.2).

D'autres classifications existent, notamment dans le domaine des mousses solides plastiques (ex : mousses hautes / basses densités, alvéoles fermées / ouvertes) ou des mousses extinctrices utilisés dans la lutte contre les incendies (ratio d'expansion)...

I.1.2 Caractéristiques

Pour les mousses liquides durables auxquelles nous nous sommes intéressées dans le cadre de cette étude, on distingue classiquement trois principales caractéristiques physiques : le taux de foisonnement, la taille des bulles et la stabilité au cours du temps.

I.1.2.1 Taux d'incorporation

Différentes définitions existent pour désigner la quantité de gaz dispersée dans la mousse. Selon les auteurs et les applications, le taux d'incorporation peut correspondre à la fraction volumique de gaz incorporé ou à l'augmentation du volume initial liquide.

On définit la fraction volumique de gaz incorporé Φ comme le rapport du volume qu'occupe le gaz (V_{gaz}) par rapport au volume de mousse (V_{mousse}) :

$$\Phi = \frac{V_{gaz}}{V_{mousse}} = \frac{V_{gaz}}{V_{liquide} + V_{gaz}} \tag{I.1}$$

L'augmentation du volume initial liquide ($V_{liquide}$), souvent désigné par le terme "overrun", se calcule de la manière suivante :

$$Overrun = \left(\frac{\rho_{liquide}}{\rho_{mousse}} - 1\right) \tag{I.2}$$

avec ρ la masse volumique. Cette définition est une caractérisation de l'expansion de volume. Le lien entre overrun et fraction volumique de gaz incorporé est exprimé par la relation :

$$Overrun = \Phi \cdot \frac{\rho_{liquide}}{\rho_{mousse}} \tag{I.3}$$

Le taux d'incorporation est un critère important. Pour un même produit la fraction volumique de gaz incorporé peut induire des différences de structure, de texture et durée de vie notables.

I.1.2.2 Taille des bulles

La taille des bulles est une autre caractéristique importante des mousses. Selon le domaine d'application, la taille de bulles souhaitée est très variable.

Pour caractériser un ensemble de bulles de tailles inégales on peut utiliser un système descriptif où les bulles sont de tailles égales et conservent deux caractéristiques (et deux seulement) de l'ensemble de bulles initial, choisies parmi les suivantes : le nombre total de bulles, la longueur totale des diamètres, la surface totale et le volume total. Ainsi, il y a plusieurs manières de calculer le diamètre moyen selon que l'on se rapporte au nombre, à la surface ou au volume des bulles. Le choix d'une valeur plutôt qu'une autre dépendra du domaine d'application. Tout les diamètres moyens dérivent de la formule suivante :

$$d_{pq} =^{p-q} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} d_i^p \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} d_i^q \Delta n_i}} \tag{I.4}$$

où d_i représente le diamètre de la classe i et p et q sont les puissances entières du diamètre dans les expressions considérées (0 pour le nombre, 1 pour la longueur, 2 pour la surface et 3 pour le volume). Les différentes définitions des diamètres moyens sont rassemblées dans le tableau I.1.

p	q	symbol	signification	expression
1	0	d_{10}	Moyenne arithmétique en nombre	$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} d_i \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} \Delta n_i}}$
2	0	d_{20}	Moyenne surfacique en nombre	$\sqrt[2]{\frac{\sum_{i=1}^{m} d_i^2 \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} \Delta n_i}}$
3	0	d_{30}	Moyenne volumique en nombre	$\sqrt[3]{\frac{\sum_{i=1}^{m} d_i^3 \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} \Delta n_i}}$
2	1	d_{21}	Moyenne surfacique en longueur	$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} d_i^2 \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} d_i \Delta n_i}}$
3	1	d_{31}	Moyenne volumique en longueur (Diamètre de Probert)	$\sqrt[2]{\frac{\sum_{i=1}^{m} d_i^3 \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} d_i \Delta n_i}}$
3	2	d_{32}	Moyenne volumique en surface (Diamètre de Sauter)	$\frac{\sum_{i=1}^{m} d_i^3 \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} d_i^2 \Delta n_i}$

TABLE I.1 – Expression des différents diamètres moyens existant pour caractériser un système dispersé

Une attention particulière sera portée au diamètre de Sauter d_{32} qui représente le diamètre équivalent d'un ensemble uniforme de bulles ayant le même volume et la même surface que toutes les bulles du système considéré. En effet, cette aptitude à caractériser à la fois la surface et le volume d'une dispersion d'objets en fait le diamètre le plus approprié à l'étude des phénomènes impliquant des transferts de chaleur ou de matière. Dans la suite de l'exposé, lorsque l'on parlera de diamètre moyen, on se référera au d_{32}, même si cela n'est pas précisé. Les mesures de diamètres moyens sont très pratiques pour effectuer divers calculs mais ils ne caractérisent les systèmes dispersés que de manière très simplifiée et ne fournissent pas de renseignements sur l'état de la distribution de la taille des bulles présentes au sein d'une mousse. Pour cela on peut considérer la médiane correspondant au diamètre qui divise une distribution en deux parties d'aires égales. On la note d_{50} si la distribution est volumique et cela se traduit par le fait que 50% du volume total du gaz dispersé est contenu dans des bulles de diamètres inférieur au d_{50}. Si la distribution est en nombre on peut dire que 50% des bulles ont une taille inférieure

au d_{50}... Les diamètres d_{10} et d_{90} sont aussi beaucoup utilisés et sont définis de la même manière que le d_{50}. Enfin, pour caractériser un état de dispersion autour d'une tendance centrale on peut utiliser le *span* tel que :

$$span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \tag{I.5}$$

I.1.2.3 Stabilité

Les mousses, comme les émulsions, sont des systèmes à très grandes surfaces interfaciales et sont donc thermodynamiquement instables. Leur déstabilisation est inévitable (on ne peut agir que sur la cinétique) et s'opère via différents mécanismes que sont la diffusion gazeuse, la ségrégation gravitationnelle (crémage dans le cas d'une émulsion) et la rupture du film interfacial conduisant à la coalescence. Si la plupart des mécanismes sont communs aux mousses et aux émulsions, leur importance respective diffère selon le système considéré. En ce qui concerne les mousses humides, on peut identifier trois principales sources de déstabilisation :

- La ségrégation gravitationnelle :
  elle a pour moteur la poussée d'Archimède due à la grande différence de masses volumiques entre liquide et gaz. Celle-ci est d'autant plus forte que les bulles sont grosses : elle provoque la remontée des bulles à la surface et ce d'autant plus rapidement que leur diamètre est grand. La loi de Stokes indique alors que seule une augmentation de la viscosité de la phase continue peut contribuer à amoindrir l'effet de ce phénomène pour une taille de bulle donnée. La ségrégation gravitationnelle peut être complètement bloquée dans le cas ou le milieu continu présente une contrainte seuil d'écoulement suffisante pour compenser la poussée d'Archimède.

- La coalescence :
  c'est la fusion irréversible de deux bulles adjacentes, elle conduit à des bulles moins nombreuses et plus grosses. Ce phénomène a pour origine la rupture du film liquide se produisant lorsque deux bulles rentrent en contact. En dessous d'une distance critique entre les interfaces, le film n'est plus stable face aux perturbations et un trou est susceptible de se former. Sous l'effet de la pression de Laplace (cf. § I.1.4.1), le trou va grandir jusqu'a ce que les deux bulles n'en forment plus qu'une. L'épaisseur critique du film est étroitement liée à la nature de l'interface et à l'intensité des forces en présence. Les processus de coalescence dépendent des propriétés de mobilité des espèces tensioactives et du caractère viscoélastique des films liquides (Prins, 1999).

- Le mûrissement :
  il tient son origine dans la différence de taille existant entre les bulles. En effet, les différences de pression entre les bulles provoquent une diffusion du gaz à travers le milieu. La vitesse de diffusion du gaz est fonction de la pression dans les bulles, de

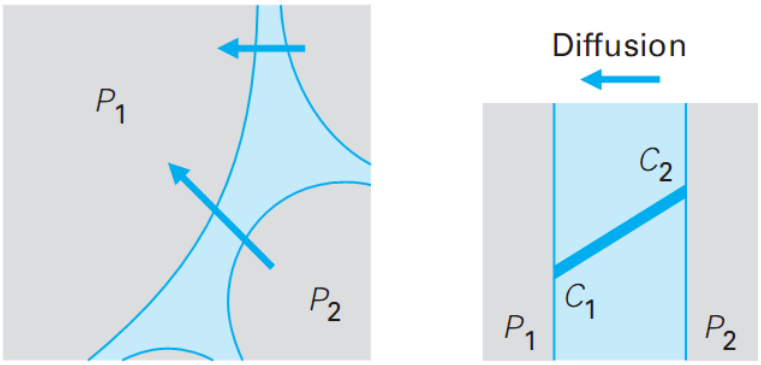

FIGURE I.3 – Mûrissement d'Ostwald par diffusion gazeuse (Choplin & Salager, 2008)

la nature et de la solubilité du gaz dans la phase liquide (loi de Henry). D'après la loi de Young - Laplace (cf. § I.1.4.1) les bulles de taille différente possèdent des pressions internes différentes : la pression dans les petites bulles (P_2) est supérieure à la pression dans les grandes bulles (P_1), ce qui engendre la diffusion du gaz à travers les films liquides (Fig.I.3). Ce gradient de pression va engendrer une diffusion gazeuse des petites vers les grandes bulles et les petites bulles vont tendre à disparaître au profit des grandes. Ce mécanisme est appelé mûrissement d'Ostwald.

I.1.3 Energie de surface et tension superficielle

Disperser deux fluides non miscibles revient à augmenter la surface de contact entre les deux fluides. Créer une surface coûte de l'énergie. Arrêter la croissance d'un objet (le limiter par une surface) ou séparer un objet en deux parties (créer des surfaces nouvelles) a un coût énergétique : l'énergie de surface σ. Celle-ci résulte de la différence entre l'environnement d'un atome ou d'une molécule située à l'intérieur de l'objet et celui d'un atome ou d'une molécule située en surface. Les atomes ou les molécules situés en surface ont toujours un déficit d'interactions par rapport à leurs homologues en volume. Leur environnement est toujours asymétrique et la résultante des forces de liaison est dirigée vers l'intérieur.

Lorsque le milieu est déformable (liquides), l'énergie de surface, dont l'unité est le $J.m^{-2}$, se traduit par une force qui tend à recroqueviller le milieu sur lui-même. C'est la tension superficielle, force par unité de longueur ($N.m^{-1}$), dimensionnellement équivalent à l'énergie de surface (Dickinson, 1992). C'est la raison pour laquelle une goutte liquide est, en apesanteur, parfaitement sphérique : la sphère étant la forme qui offre le plus petit rapport surface sur volume. Dans un solide, aucune déformation n'est apparemment perceptible, mais il existe néanmoins des contraintes au niveau des frontières séparant les différents domaines cristallins.

L'énergie de surface d'un matériau rend compte des liaisons que les atomes et les molécules de ce matériau peuvent établir. On peut distinguer plusieurs composantes dans cette énergie de surface σ. Il y aura toujours une composante σ_D, de type énergie de dispersion (interactions de London entre atomes ou molécules neutres et non polaires mais polarisables). A coté de cela, toutes les composantes possibles de liaison chimique peuvent a priori intervenir, notamment les deux autres interactions que l'on regroupe sous le vocable d'interactions de van der Waals : l'interaction dipôle permanent - molécule polarisable (interaction de Debye), et l'interaction dipôle permanent - dipôle permanent (interaction de Keesom). Il y a aussi la liaison hydrogène et, en dernier ressort, les liaisons iono-covalentes (De Gennes et al., 2005). Ces diverses contributions, lorsqu'elles existent, sont regroupées dans la composante dite "polaire" σ_P de l'énergie de surface. On a donc : $\sigma = \sigma_D + \sigma_P$.

Lorsque la surface du corps considéré, noté 1, est en contact avec une autre phase condensée notée 2, on parle d'énergie interfaciale et de tension interfaciale σ_{12}. La valeur de σ_{12} répond alors à la question : combien d'énergie cela coûte-t-il de remplacer une partie du volume de matière par une autre matière et de forcer le contact entre les deux parties ? On conçoit aisément que, plus la structure et la nature des liaisons entre les deux parties sera semblable, plus σ_{12} sera faible. Inversement, plus les deux parties auront des caractéristiques différentes, plus σ_{12} sera grande. La compatibilité parfaite correspondrait à une énergie interfaciale nulle. Ainsi le coût énergétique de la création d'une surface ou d'une interface (par déficit ou mauvaise qualité des liaisons) a une conséquence directe : toute espèce pouvant améliorer le nombre ou la qualité des liaisons va venir se concentrer à l'interface. C'est le phénomène d'adsorption.

I.1.4 La dispersion de fluides non-miscibles

I.1.4.1 Le nombre capillaire

Deux milieux non miscibles sont séparés par une interface. Dès que cette interface est courbée, il y a une différence de pression entre les deux milieux. Lorsqu'il n'y a pas transfert de matière au travers de l'interface (*i.e.* diffusion de gaz dans le cas des mousses), que la tension superficielle est constante et que les deux milieux sont au repos, la différence de pression ΔP entre les deux milieux 1 et 2 est donnée par l'équation de Young-Laplace :

$$\begin{aligned} \Delta P &= P_2 - P_1 \\ &= \sigma \cdot \mathrm{div}_s\left(\vec{n}\right) \end{aligned} \tag{I.6}$$

où σ est la tension de surface existante entre les deux milieux, div_s l'opérateur divergence appliqué le long de l'interface et $\vec{n}$ le vecteur unitaire normal à la surface et dirigé vers le milieu 1. Dans la plupart des cas on peut caractériser une surface à l'aide de ses deux rayons de courbure principaux R_1 et R_2 (Fig.I.4). L'équation précédente devient alors :

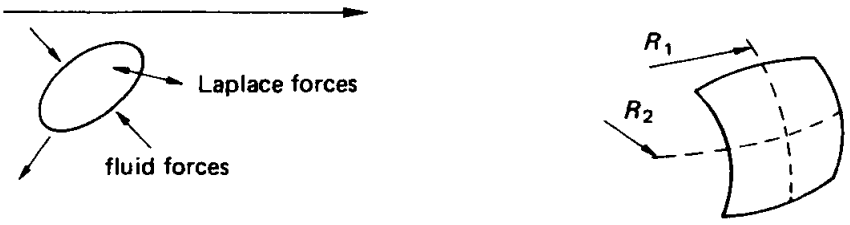

FIGURE I.4 – La différence des forces de pression entre l'intérieur et l'extérieur d'une bulle sphérique est compensée par les forces de tension superficielle (Harnby et al., 1992)

$$\Delta P = \sigma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \tag{I.7}$$

Dans le cas particulier d'une surface sphérique, les deux rayons de courbure principaux R_1 et R_2 sont égaux et identiques au rayon r de la sphère, et la loi de Young-Laplace (I.7) peut se simplifier en :

$$\Delta P = \frac{2\sigma}{r} \tag{I.8}$$

Si l'on considère une dispersion gaz-liquide soumise à une agitation, les déformations subies par les bulles seront le résultat d'un équilibre entre le champ de contrainte τ induit par l'écoulement, qui va déformer les bulles, et le champ de pression régnant à l'intérieur des bulles qui va au contraire les stabiliser et chercher à les maintenir dans leur état initial. Le rapport de ces deux grandeurs donne un nombre sans dimension : le nombre Capillaire Ca (Taylor, 1932, 1934). Sa valeur est caractéristique de l'état de dispersion d'un système, il rend compte de la compétition existant entre les sollicitations mécaniques de l'écoulement et la rigidité relative des éléments dispersés :

$$Ca := \frac{\tau}{\Delta P} \tag{I.9}$$

Dans le cas particulier d'une bulle sphérique isolée, l'expression I.9 du nombre capillaire se simplifie en :

$$Ca = \frac{\tau d}{\sigma} \tag{I.10}$$

où d est le diamètre de la bulle.

I.1.4.2 Expression des contraintes

Dans le cas d'un écoulement turbulent, c'est la contrainte inertielle τ_i qui est responsable des déformations subies au niveau d'un élément dispersé :

$$\tau_i = \rho \overline{\nu^2} \tag{I.11}$$

où ρ est la masse volumique du milieu continu et $\overline{\nu^2}$, la moyenne des variations de vitesse quadratique sur une distance égale au diamètre de l'élément dispersé (Hinze, 1955). A

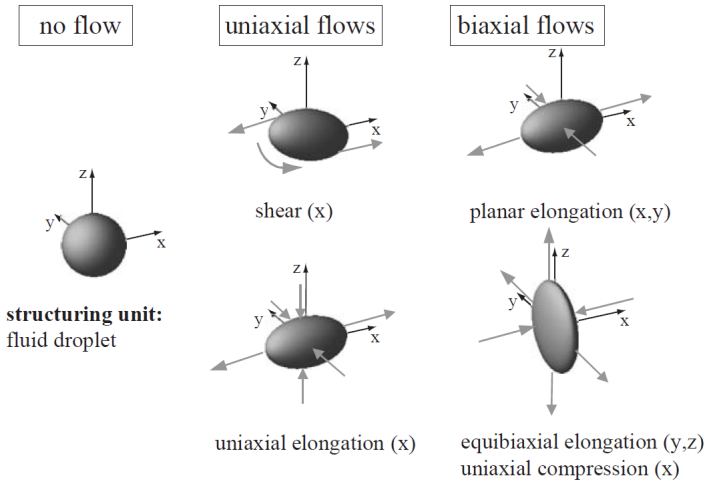

FIGURE I.5 – caractéristiques des déformations de gouttes d'émulsions soumises à des contraintes extensionnelles et cisaillantes en régime laminaire (Windhab et al., 2005)

notre connaissance, il existe surtout des études théoriques (Liao & Lucas, 2009), mais peu d'études expérimentales traitant de la rupture d'éléments dispersés en régime turbulent (Håkansson et al., 2011).

Dans le cas d'écoulements laminaires c'est la contrainte visqueuse τ_v qui tend à déformer la surface d'un élément dispersé. Elle est proportionnelle au gradient de vitesse de déformation G de l'élément dispersé et à la viscosité η de la phase continue associée, dans le cas d'un fluide newtonien (Windhab et al., 2005) :

$$\tau_v = \eta G \tag{I.12}$$

et où G se décompose en une composante extensionnelle $\dot{\epsilon}$ et une composante en cisaillement $\dot{\gamma}$:

$$G = \dot{\gamma} + \dot{\epsilon} \tag{I.13}$$

Au niveau d'un élément dispersé, les différents modes de déformation se différencient selon qu'ils s'appliquent de manière uniaxiale ou de manière biaxiale (Windhab et al., 2005). Ils sont représentés sur la figure I.5 et se formalisent via le tenseur du gradient de vitesse de déformation T qui s'écrit de la manière suivante :

$$T = G\left[\alpha \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -0,5 & 0 \\ 0 & 0 & -0,5 \end{pmatrix} + (1 - |\alpha|) \times \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}\right] \tag{I.14}$$

où les matrices du premier et du second terme correspondent respectivement aux composantes élongationnelle et en cisaillement du gradient de vitesse de déformation, et où

apparait le paramètre d'écoulement α définit selon l'équation

$$\alpha = \frac{\dot{\epsilon}}{|\dot{\gamma}| + |\dot{\epsilon}|} \tag{I.15}$$

α prenant les valeurs -1, 0 et 1 respectivement en élongation équibiaxiale pure, cisaillement simple pur et élongation uniaxiale pure.

I.1.4.3 Dispersion en régime laminaire

En régime laminaire, la rupture d'un élément dispersé est déterminée par ses propriétés de surface et par l'hydrodynamique du liquide environnant, selon la formule :

$$Ca = \frac{\eta G d}{\sigma} \tag{I.16}$$

où d est le diamètre de l'élément dispersé. A l'issue d'une opération de dispersion, la mesure de la taille des éléments permet de calculer une valeur expérimentale du nombre capillaire. Cette dernière est définie comme une valeur critique (Ca_{cr}) caractéristique du processus de rupture, et dont la valeur diffère selon le système considéré. Grace (1982) a montré que, dans le cas des émulsions, le Ca_{cr} est fonction du type d'écoulement, caractérisé par le paramètre α (Eq.I.15), et du rapport λ entre la viscosité de la phase dispersée η_d et la viscosité la phase continue η_c :

$$\lambda = \frac{\eta_d}{\eta_c} \tag{I.17}$$

Des études plus récentes (Janssen et al., 1994; Jones & Middelberg, 2003; Williams et al., 1997) ont montré que la valeur du Ca_c pouvait aussi être modifiée par la visco-élasticité interfaciale, ou celle de la la phase continue (Mighri et al., 1998). En effet, la visco-élasticité à l'interface peut conditionner la réponse mécanique du film à la suite d'une contrainte déformante en fonction de la température et du temps de sollicitation. Cette propriété est caractéristique des films protéiques denses où les interactions inter et intra-moléculaires sont importantes. Elle peut parfois conférer une résistance aux changements de surface du film.

Les valeurs critiques du nombre capillaire montrent que la rupture est facilitée pour des valeurs de λ proches de 1 et pour des écoulements imposant des déformations élongationnelles (Fig.I.6 et I.7). Pour des déformations en cisaillement simple, Rumscheidt & Mason (1961) ont montré, en régime laminaire, que les morphologies adoptées par les gouttes au moment de la rupture dépendent du rapport des viscosités λ. La figure I.8 donne une représentation schématique de différentes formes adoptées par des gouttelettes d'émulsion soumises à des contraintes de cisaillement sub-critiques ou sur critiques. Un rapport de viscosités faible et une contrainte de cisaillement élevée conduisent à des gouttelettes de forme extrêmement allongée (Fig.I.8c). En présence d'espèces tensioactives les extrémités s'effilent et de petites gouttelettes sont éjectées (Fig.I.8a). Pour des ratios de viscosités intermédiaires les gouttelettes restent elliptiques et la rupture est

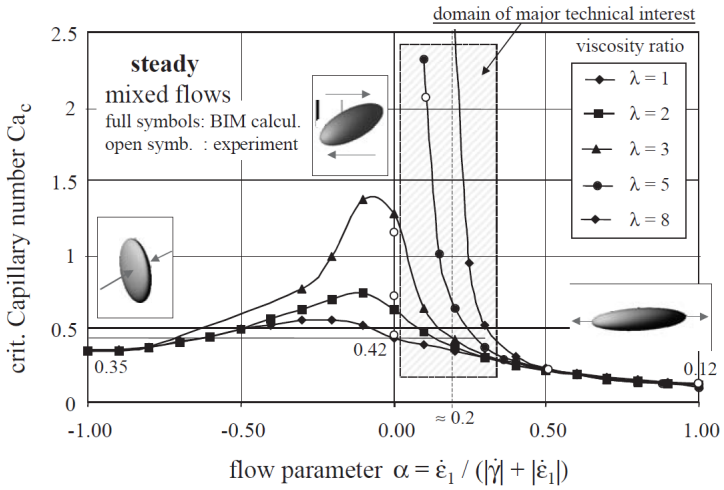

FIGURE I.6 – Nombre capillaire critique pour différent types d'écoulements, définis par le paramètre α et différent ratios de viscosité λ (Windhab et al., 2005)

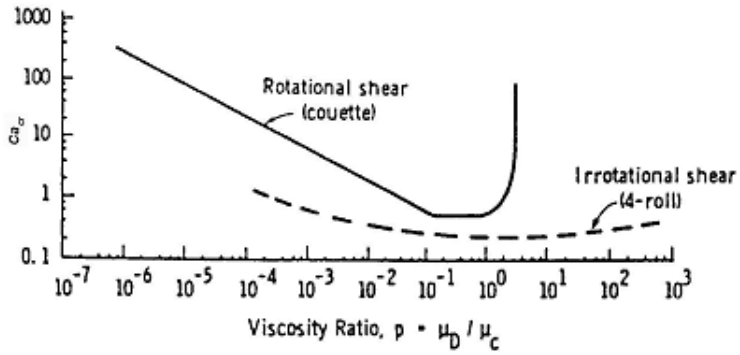

FIGURE I.7 – Evolution du nombre capillaire critique en fonction du rapport de viscosités λ en cisaillement simple et en écoulement laminaire (Grace, 1982)

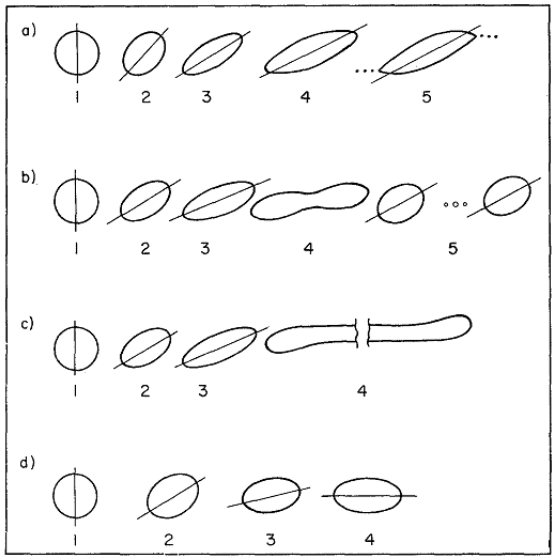

FIGURE I.8 – Evolution de la forme de gouttelettes d'émulsion dans un champ de cisaillement simple (Rumscheidt & Mason, 1961) a) cisaillement sous-critique λ faible $(2, 10^{-4})$, présence d'espèces tensioactives b) cisaillement sur-critique, λ intermédiaire (1) c) cisaillement sur-critique, λ faible $(0, 7)$ d) cisaillement sous-critique, λ élevée (> 4)

précédée par la formation d'une goutte en forme d'haltère (Fig.I.8b). Pour les systèmes avec un ratio de viscosités supérieur à 4, la rupture des gouttelettes dans un champ de cisaillement simple apparait impossible, la goutte est alors faiblement étirée et son axe longitudinal s'aligne avec celui de l'écoulement (Fig.I.8d).

Outre la nature des contraintes appliquées, il est important de prendre en compte l'histoire des déformations subies par les éléments dispersés (Fig.I.9). Une même contrainte de cisaillement qui déforme légèrement une goutte, finit par la rompre après un certain nombre de sollicitations. Ce n'est pas seulement le niveau de contrainte appliqué à la goutte ou même le Ca_{cr} qui est dimensionnant, mais également la succession des phases de cisaillement/relaxation, c'est à dire l'histoire mécanique (Windhab et al., 2005).

Ainsi, les nombreux travaux menés sur la déformation et la rupture d'une phase dispersée dans un écoulement cisaillant, concernent majoritairement les émulsions et non les mousses. Ils se limitent à l'étude d'une seule goutte en déformation quasi-statique et ne prennent pas en compte l'interaction entre gouttes. Ils couvrent des domaines de rapport de viscosité $(1 < \lambda < 8)$ correspondant à des systèmes de type émulsion qui ne représentent qu'un intervalle restreint des valeurs de ratio de viscosité λ pouvant aller de 10^{-5}, dans le cas des mousses, à 10^5 dans le cas des émulsions de gouttelettes très visqueuses. De fait, ces études ne considèrent pas la compressibilité de la phase dispersée ; ils ne décrivent qu'imparfaitement le rôle de la rhéologie de la phase continue. Enfin, il

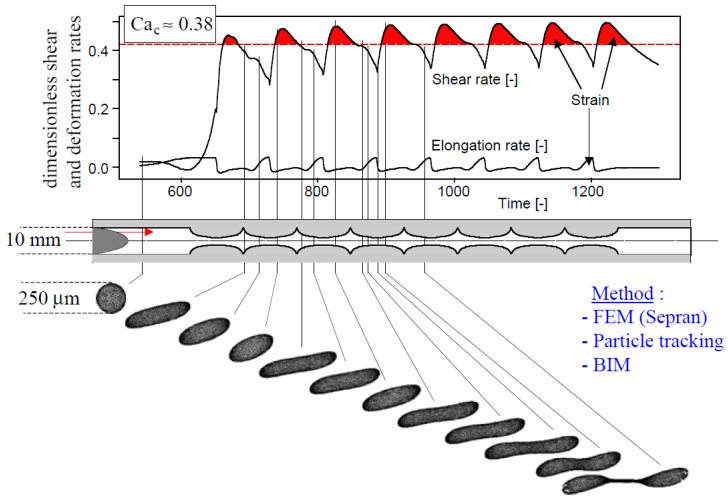

FIGURE I.9 – Illustration de l'impact du couple temps-déformation sur la rupture d'une goutte en écoulement (Windhab et al., 2005)

peut être intéressant de noter que dans le cas des émulsions, les molécules tensioactives qui s'adsorbent aux interfaces peuvent provenir du milieu continu comme de la phase dispersée, tandis que dans le cas des mousses, les espèces tensioactives migrant aux interfaces le font exclusivement depuis le milieu continu.

Toutefois, les mousses étant des systèmes dispersés, à l'instar des émulsions, on peut faire l'hypothèse que les phénomènes physiques liés à la structuration des mousses et des émulsions sont identiques et que les résultats décrits précédemment peuvent servir à l'analyse de l'opération de foisonnement par battage.

Donc, dans le cas des mousses, les faibles valeurs de λ (10^{-5}) (Fig.I.7) font que les conditions de fragmentation des bulles ne sont pas optimales (Ca_{cr} élevé, situé entre 10 et 10^2). En pratique, il semble que les dispersions sont rendues possibles par le fait qu' au cours du foisonnement :

- les écoulements régnant au sein des équipements comportent à la fois une composante en cisaillement et une composante en élongation ($0 < \alpha < 1$)
- les mousses au cours de leur formation subissent des sollicitations mécaniques d'intensité et de durée variables.

I.1.4.4 Effets de la nature des espèces tensioactives

Dans le cas des opérations de dispersion gaz-liquide, la taille des bulles et l'aire interfaciale entre le gaz et le liquide varient selon la composition des phases et les conditions d'agitation. Les surfaces croissent et décroissent constamment au cours du procédé.

Compte tenu de ce qui a été décrit précédemment, l'aération d'un liquide ne conduira

à la formation d'une mousse stable que si un agent tensioactif est présent, le rôle de l'espèce tensio-active étant de stabiliser les bulles de gaz dans la matrice liquide en s'adsorbant à l'interface gaz-liquide. La réduction de taille d'une bulle et la présence de tensioactifs dans le milieu sont donc étroitement liés. En effet, dès que la surface est modifiée (allongement, rupture...), il y a remaniement des agents de surface présents et les propriétés superficielles qui en découlent s'en voient modifiées. La microstructure de la mousse (taille des bulles) élaborée au cours du foisonnement résulte de l'adsorption concurrentielle des différentes espèces tensio-actives au niveau des bulles en formation et conditionne les propriétés finales des mousses (notamment texture et stabilité) (Exerowa & Kruglyakov, 1998).

Le pouvoir tensioactif d'une espèce varie selon sa nature et est lié aux mécanismes d'adsorption des molécules à l'interface. Les propriétés des films interfaciaux dépendent de plusieurs paramètres tels que la force d'adsorption du tensioactif à la surface liquide-gaz, l'élasticité du film, la perméabilité gazeuse du film et les conditions externes de température et de pression (Bos & van Vliet, 2001).

L'aspect cinétique est très important dans la formation d'une mousse. Le pouvoir moussant d'une solution se corrèle, non pas avec la seule valeur statique de tension de surface à l'équilibre, mais avec une constante de temps qui tient compte de sa dynamique (Kitabatake, 1988). Il sera d'autant plus important que les molécules migrent rapidement aux interfaces. La vitesse de migration des espèces tensioactives est directement liée à leur coefficient de diffusion, fonction de la taille des molécules et de la qualité du solvant. Des tensioactifs de faible poids moléculaire auront la capacité de migrer plus rapidement aux interfaces que des protéines de haut poids moléculaire. En contrepartie les surfaces stabilisées par des espèces protéiques seront beaucoup plus structurées et résistantes vis à vis des contraintes exercées par le liquide environnant (Prins, 1999) (Fig. I.10).

De plus, outre les cinétiques différentielles de migration, il existe des phénomènes thermodynamiques qui jouent aussi un rôle dans l'organisation des espèces tensioactives à l'interface (Chen & Dickinson, 1995). Des études ont permis de visualiser la manière dont la viscoélasticité des films protéiques est affectée, même à faible concentration, par des agents de surface (Wilde, 2000).

Enfin, il faut aussi prendre en compte la flexibilité conformationnelle des molécules dans la mesure où celle-ci peut faciliter l'organisation des protéines à l'interface. D'une manière générale, on peut distinguer deux cas de figure du processus d'adsorption selon la taille et la flexibilité des molécules :

- dans le cas de petites molécules tensioactives, l'adsorption à l'interface est rapide et relativement simple : le pôle hydrophile de la molécule s'oriente vers la phase aqueuse tandis que la partie hydrophobe se place du côté de la phase gazeuse
- dans le cas de macromolécules, lors de la fixation à l'interface, l'aire de contact n'est que partielle : il se forme des queues et des boucles hydrophiles, avec seulement quelques segments d'ancrage. De plus, selon leur nature et leur flexibilité, elles peuvent être sujettes à des réorganisations conformationelles.

Une fois la surface saturée par une première couche, des molécules supplémentaires peuvent éventuellement venir se fixer, et ainsi faire croitre l'épaisseur du film par appo-

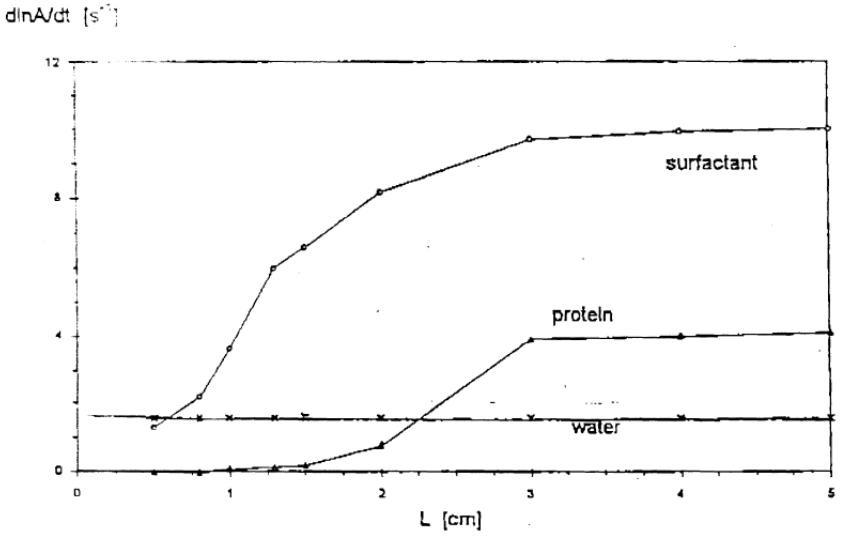

FIGURE I.10 – Représentation schématique des comportements typiques du taux d'expansion de surface ($dlnA/dt$) en fonction de la hauteur de chute du film L pour une solution aqueuse de tensioactif de bas poids moléculaire et une solution aqueuse de protéine (Prins, 1999)

sitions successives d'espèces tensioactives.

Il est important de remarquer que les films interfaciaux ne sont pas forcément composés que de molécules dites tensioactives ; certaines particules telles que des oxydes métalliques, des cristaux de matières grasse présentes dans le milieu sont susceptibles de jouer un rôle dans la dynamique de structuration des interfaces (Hunter et al., 2008; Murray, 2007).

I.2 Les procédés de foisonnement par battage

Il existe un grand nombre de procédés permettant de produire une mousse. Ils peuvent se regrouper en trois catégories selon le principe d'incorporation du gaz au sein du liquide (Campbell & Mougeot, 1999) :

- Génération d'un gaz *in-situ* : dans ce cas de figure, une réaction chimique produit un gaz au sein même du milieu continu. C'est le cas de la fermentation par exemple, pour lequel le foisonnement est dû à la production de dioxyde de carbone par des levures.
- Expansion thermodynamique : la mousse se forme lors de la détente thermodynamique d'un produit contenant un gaz dissous. C'est le cas notamment des flacons de mousse à raser ou des bombes chantilly.
- Mélange gaz-liquide sous forte agitation : dans ce dernier cas un gaz est mis en contact avec un liquide et la dispersion s'effectue sous forte agitation. c'est le cas par exemple des mousses alimentaires produites artisanalement avec un fouet.

I.2.1 Les procédés discontinus

Les procédés de foisonnement discontinus, ou procédés "batch", sont composés d'un bol et d'un fouet relié à un moteur (Fig.I.11). Ils consistent à placer une quantité choisie de produit dans une cuve de volume donné, puis à fouetter jusqu'à l'obtention du taux de foisonnement désiré, voire du taux de foisonnement maximal accessible si l'agitation est poursuivie assez longtemps. Le foisonnement peut être conduit dans un récipient sous pression ou à pression atmosphérique, avec ou sans injection de gaz.

L'énergie mécanique produite dans le système par la rotation du fouet provoque la dispersion de bulles de gaz. De grossières bulles d'air sont d'abord incorporées à partir de l'espace de tête, puis leur taille diminue au fur et à mesure que l'agitation se poursuit (Prins, 1988). Lorsque l'agitation du fouet se produit dans un bol ouvert, une quantité de liquide (ou phase continue) est fixée, mais l'approvisionnement d'air n'est pas contrôlé. Dans ce cas, la quantité d'air incorporée est liée à la géométrie de l'appareil, aux propriétés physico-chimiques du produit subissant l'aération et au temps de battage (Prins, 1988). Comme l'évolution du taux de foisonnement au cours du temps dépend du type de matière première et de sa composition, ces paramètres doivent être ajustés par expérience : on constate que la quantité de gaz piégée dans le produit atteint une valeur stationnaire au bout d'un certain temps de battage (I.12).

A chaque instant, au cours de l'opération de foisonnement, la fraction volumique de gaz incorporé et la distribution de taille des bulles dépend d'un équilibre entre les taux d'entraînement et de dés-entraînement du gaz au niveau de l'interface entre l'espace de tête et la phase continue (Campbell & Mougeot, 1999).

Massey et al. (2001) ont constaté qu'en début de battage la quantité de gaz piégé atteint un maximum avant de décroitre vers sa valeur d'équilibre (Fig.I.12) et en concluent que les mécanismes participant à l'entraînement des bulles et ceux participant au dés-



FIGURE I.11 – Exemples de batteurs planétaires : à gauche, robot ménager Kitchenaid, à droite pilote industriel Tonelli

entrainement ont des cinétiques différentes. Ils aboutissent à une relation décrivant la quantité volumique de gaz incorporé ϵ_g, à chaque instant t, en fonction des taux d'entrainement re et de dés-entrainement rd :

$$\frac{d\epsilon_g}{dt} = re - rd = \left(k_1 + k_2 e^{-k_3 t}\right) - (k_4 \epsilon_g) \tag{I.18}$$

où k_1, k_2, k_3, k_4 sont des constantes de temps définies pour chacun des mécanismes et identifiables à partir de données expérimentales.

La pression de l'air au niveau de l'espace de tête, la vitesse de rotation du fouet et le temps de battage sont les paramètres clés qui contrôlent la qualité finale de la mousse produite. En effet, la vitesse de rotation du fouet doit être maintenue au-dessus d'une certaine valeur pour permettre l'entraînement d'air et ne doit pas dépasser une certaine valeur pour ne pas détruire la structure de la mousse ; l'augmentation de la pression au niveau de l'espace de tête permet souvent de réduire le temps nécessaire pour atteindre le taux d'incorporation visé (Cullen, 2009; Massey et al., 2001).

Dans l'alimentaire, les systèmes de foisonnement discontinus sont souvent utilisés pour l'élaboration de faibles quantités de produits (productions artisanales). Ce type de procédé est également utilisé en laboratoire pour l'étude des propriétés foisonnantes (Davis et al., 2005; Sagis et al., 2001). La plupart des travaux de la littérature concernant le foisonnement discontinu visent à la compréhension des effets de formulation et des phénomènes interfaciaux sur la formation et la stabilisation des mousses. Ils ont été réalisés principalement sur des fluides modèles ou des émulsions (van Aken, 2001;

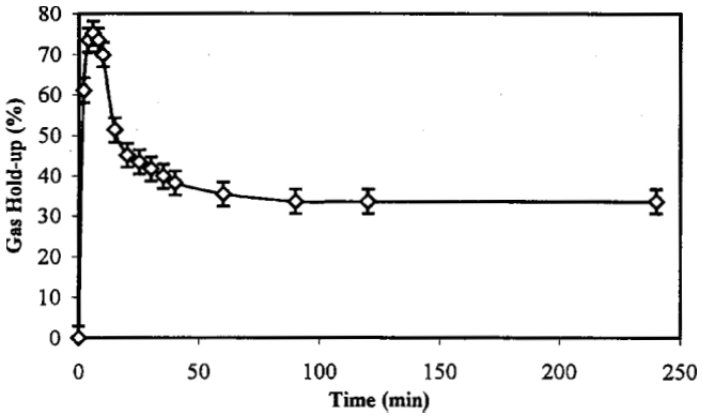

FIGURE I.12 – Effet de la durée de battage sur le taux d'incorporation de gaz - le taux d'aération est mesuré à 1 bar, le battage est réalisé à une vitesse de 5 $tr.s^{-1}$ et une pression de 3 *bar* (Massey et al., 2001)

Rouimi et al., 2005). Ces études restent cependant éloignées des conditions industrielles. Les variantes industrielles de ce type de batteur permettent de produire des quantités comprises entre quelques litres et une centaine de litres de produit foisonné. Il existe peu d'études qui se sont intéressées à l'influence des paramètres procédé sur la qualité de la mousse produite (Delaplace et al., 2011). Etant donné ce peu de résultats disponibles sur l'influence des paramètres opératoires, ceux-ci sont le plus souvent fixés de manière empirique en se fondant sur le savoir-faire interne à l'entreprise.

I.2.2 Les procédés continus

I.2.2.1 Les dispositifs

Lorsque l'opération de foisonnement est réalisée en continu, à chaque instant une quantité maîtrisée et ciblée de gaz est dispersée via une forte agitation dans un milieu liquide. Il existe différents types de dispositifs selon la manière dont le mélange est mis en oeuvre :

- Les membranes :
  Ce genre de dispositifs moussants se composent principalement de deux cylindres concentriques ; le cylindre intérieur est mis en rotation tandis que le cylindre extérieur reste fixe. Un champ de cisaillement est créé dans un entrefer annulaire étroit où est placée une membrane (qui peut être montée sur le cylindre intérieur ou extérieur) d'où diffuse le gaz et depuis laquelle se détachent les bulles sous l'action des contraintes de cisaillement. L'usage de tels dispositifs permet l'incorporation directe de petites bulles de gaz dans un liquide à condition de s'assurer de leur détachement instantané dès leur sortie des pores. Ce type de procédé de dispersion est sensé permettre l'obtention de mousses dont les bulles ont une taille moyenne

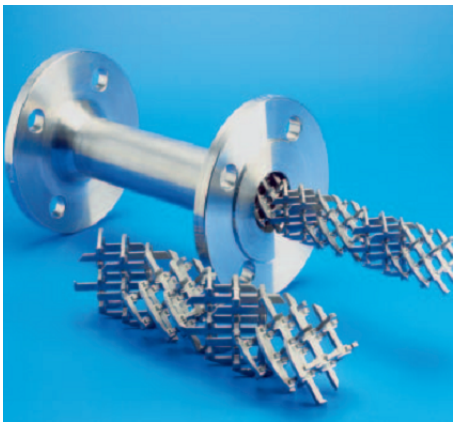

FIGURE I.13 – Mélangeur statique SMX plus (Sulzer)

significativement plus petite, qui contiennent des fractions volumiques de gaz plus élevées et dont les distributions de taille sont plus étroites (Müller-Fischer et al., 2007a). Cependant ce genre d'appareillages restent des outils de laboratoire plus que des dispositifs classiques de foisonnement par battage et, à notre connaissance, n'ont pas encore d'équivalents à l'échelle industrielle.

– Les mélangeurs statiques :
Un mélangeur statique se compose d'un ensemble d'éléments immobiles placés dans un tube (Fig.I.13). Selon sa structure, un élément peut provoquer différents effets sur l'écoulement. Les trous ou les canaux provoquent des accélérations et des élongations locales. Les hélices, quant à elles, coupent, tordent puis positionnent les lignes de courant. La perte de charge supplémentaire, par rapport à celle requise dans une conduite vide, correspond à l'énergie indispensable aux besoins du mélange. Dans le cas des mélangeurs statiques, les paramètres opératoires sur lesquels on peut jouer sont les débits de liquide et de gaz. Augmenter le nombre d'éléments, et par conséquent la longueur du mélangeur, améliore la dispersion de gaz, mais au prix d'une augmentation des pertes de charge (Talansier, 2009). L'utilisation de mélangeurs statiques peut s'avérer pratique quand les produits sont faciles à foisonner, mais ils présentent les inconvénients inhérents à leur principe de fonctionnement. On citera notamment le fait que de fortes pressions soient requises lorsque les milieux sont très visqueux.

– Les rotors stators :
Ce sont les systèmes les plus répandus dans l'industrie pour la réalisation de l'opération unitaire de foisonnement (agro-alimentaire, textile, revêtements...). Différents équipementiers tels que KINEMATICA (Müller-Fischer et al., 2007b), HAAS-MONDOMIX (Balerin et al., 2007; Hanselmann & Windhab, 1998; Kroezen & Wassink, 1986), TREFA ou TONELLI proposent des gammes d'appareils qui sont adaptés



FIGURE I.14 – Exemples de pilotes industriels (de gauche à droite) : Kinematica Megatron, Haas MiniMondo, Trefa, Tonelli



FIGURE I.15 – Découpe de la géométrie rotor-stator d'une tête de mélange Mondomix (à gauche) et éléments rotor et stator d'une tête de mélange Tonelli (à droite)

aux différents besoins de débits de production (Fig.I.14). Ils sont constitués de têtes de mélange dont le rotor et le stator sont munies de dents et dont la géométrie diffère légèrement selon la marque de l'équipement (Fig.I.15). D'autre part, on trouve également des colonnes de foisonnement développées par certains laboratoires dans le but d'étudier l'opération de foisonnement (Djelveh et al., 1994; Djelveh & Gros, 1995; Mezdour et al., 2008; Thakur et al., 2003b). Elles sont constituées d'un stator lisse cylindrique et d'un axe central rotatif muni de pales droites qui, contrairement au équipements industriels, présentent l'avantage de posséder une géométrie modulable (Fig.I.16).

Dans les équipements de type rotor-stator, le gaz est généralement injecté en amont de la tête par un simple orifice et le mélange air-liquide transite dans un volume au sein duquel un stator et un rotor (tournant à des vitesses comprises entre 100 et 1000 $tr.min^{-1}$) délimitent des entrefers où s'opèrent la dispersion (Fig.I.16). Une vanne placée sur la sortie du foisonneur permet le contrôle de la pression de fonctionnement et la mousse est ramenée à la pression atmosphérique lors de son transfert via cette vanne. Une double-enveloppe permet le contrôle de la température, le système de refroidissement servant à limiter l'échauffement du produit foisonné et à contrôler la température de sortie.

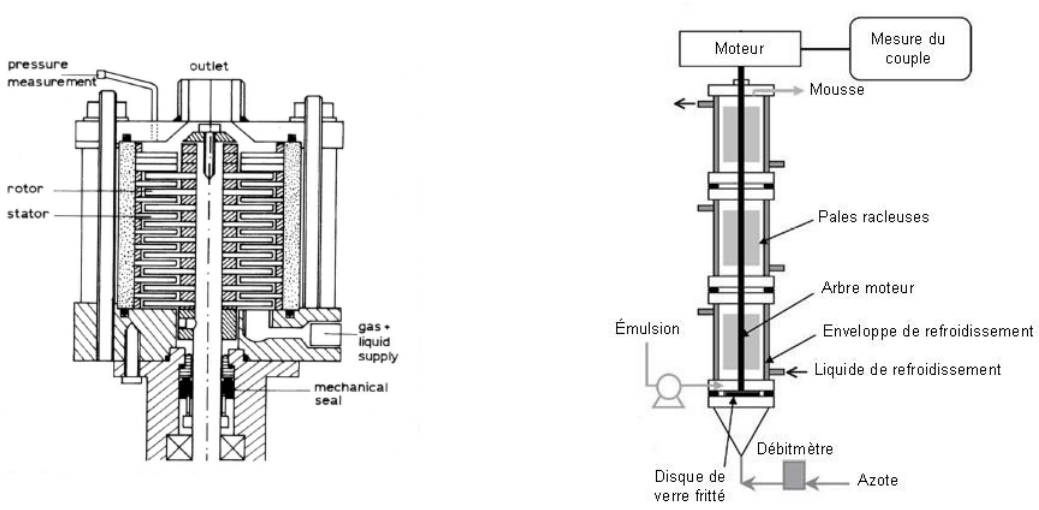

FIGURE I.16 – Représentation schématique d'un dispositif rotor-stator Haas Mondomix Netherlands (Kroezen et al., 1988) et d'une colonne de foisonnement (Thakur et al., 2003b)

I.2.2.2 Phénoménologie

Kroezen & Wassink (1986) sont les seuls à proposer une analyse qualitative de l'écoulement régnant dans un équipement de foisonnement en continu (rotor-stator à dents de géométrie MONDOMIX). Ils considèrent la présence d'une phase gazeuse et d'une phase mousse dans la tête lors du foisonnement plutôt que la présence d'une phase liquide et d'une phase gazeuse. La force centrifuge induite par la vitesse du rotor entrainerait une ségrégation entre la mousse en formation plus dense (vers les parois de la chambre de foisonnement) et un cône de gaz (autour de l'axe de rotation) (Fig.I.17). L'incorporation de gaz dans la matrice se ferait au fur et à mesure de la progression du mélange dans la tête, entrainant ainsi la formation d'un gradient du taux d'incorporation du gaz dans la mousse depuis l'entrée vers la sortie de la chambre de foisonnement.

Sur la base de cette description ils justifient la dépendance, ou l'indépendance, de la taille des bulles avec le temps de passage : plus la quantité d'air à incorporer est importante, plus il faut d'éléments cisaillant (dents) pour effectuer la dispersion ; mais au delà d'un certain nombre d'étages, la dispersion est complète et inchangée quel que soit le nombre de passages supplémentaires dans les unités de rotor-stator.

Ainsi, la mousse en formation dans le foisonneur, apparait comme un milieu hétérogène dont les propriétés varient suivant la région (axiale et radiale) de l'unité rotor-stator considérée. Le foisonnement est vu par Kroezen & Wassink (1986) comme une succession d'étapes élémentaires de fractionnement qui sont gouvernées par des conditions qui dépendent : de la géométrie de la cellule unitaire, de la vitesse de rotation et des propriétés locales de la mousse (fraction volumique de gaz, rhéologie).

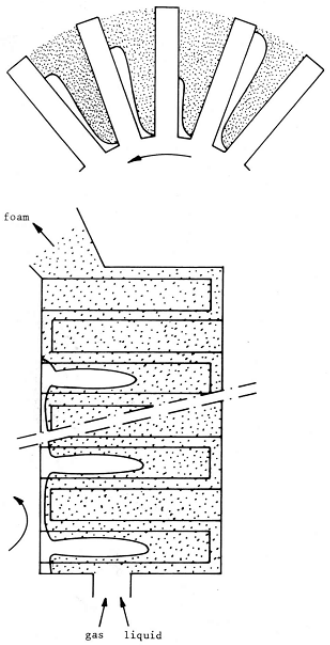

FIGURE I.17 – Hydrodynamique dans la tête de mélange selon Kroezen et al. (1988) ; schéma illustrant la formation d'un cône gazeux autour de l'arbre de rotation et de cavités à l'arrière des dents

I.2.2.3 Dysfonctionnements

Les limites atteintes au cours d'une l'opération de foisonnement en continu sont souvent désignées par "densité limite" ou "fraction de gaz incorporé maximale". En français le terme "pistonnage" ou en anglais "blow-by" traduisent l'apparition, en sortie de foisonneur, d'un écoulement discontinu, avec présence de poches de gaz non dispersé. Kroezen & Wassink (1987) expliquent ce phénomène par un cisaillement insuffisant des bulles de gaz dans le foisonneur. Une poche de gaz résiduelle cheminant le long de l'axe du rotor serait expulsée du foisonneur, rompant ainsi l'écoulement homogène de mousse. Hanselmann & Windhab (1998) rejoignent cette théorie de poche de gaz non incorporée dans le foisonneur et la relient à un temps de séjour trop court. Kroezen et al. (1988) proposent des diagrammes qualifiés de "caractéristiques de mélange" propres à une géométrie de foisonneur, et une formulation donnée. ils identifient selon les conditions de foisonnement (notamment les régimes hydrodynamiques et la formulation) que différentes fractions volumiques de gaz sont incorporées.

On visualise sur la Figure I.18 l'importance de la géométrie et des écoulements qu'elles engendrent : la même formule, agitée avec la même vitesse de rotation et le même débit matière, n'incorpore pas la même quantité de gaz selon la taille des entrefers. On notera également que l'impact de la vitesse de rotation n'a pas toujours le sens attendu : selon la géométrie et les mécanismes de dispersion, augmenter la vitesse de rotation peut conduire à augmenter ou diminuer la fraction volumique maximale de gaz incorporé.

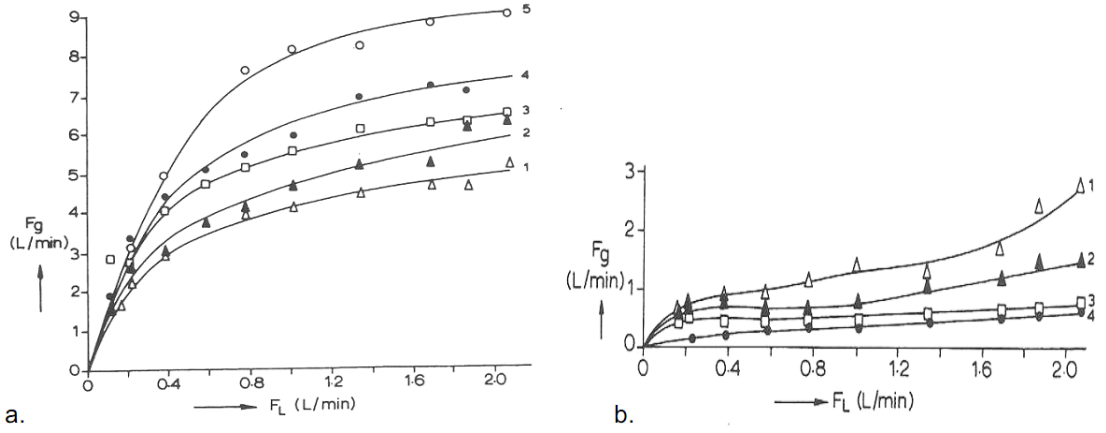

FIGURE I.18 – Exemple de diagrammes de fonctionnement obtenus avec la même formulation (solution de lauryl sulphate épasissie à 30 $g.L^{-1}$ d'amidon Solvitose), et deux géométries (rotor-stator à dents) différentes : le foisonneur de la figure b. possède des entrefers plus larges que celui de la figure a. ; les chiffres 1, 2, 3, 4 et 5 désignent des vitesses de rotation de 450, 600, 950, 1200 et 1800 rpm respectivement. (Kroezen et al., 1988)

I.3 Modélisation de l'opération

I.3.1 Paramètres opératoires et taille de bulle

Comme nous l'avons vu précédemment, lors d'une opération de foisonnement en continu le gaz est généralement injecté en amont de la tête par un simple orifice et le mélange air-liquide transite dans un volume où un rotor et un stator délimitent des entrefers où s'opère la dispersion. La conduite de l'opération se fait en ajustant la vitesse de rotation et les débits de liquide et de gaz. Une vanne placée sur la sortie du foisonneur permet le contrôle de la pression de fonctionnement et la température de la mousse produite est régulée par une circulation d'eau froide dans la double enveloppe de la tête de foisonnement. Les principaux contrôles de l'opération consistent en la mesure du taux de foisonnement, indicateur de l'efficacité d'incorporation de gaz dans la phase liquide, et en la mesure de la taille des bulles.

Pour ce qui est des productions industrielles de mousses, la conduite du procédé de foisonnement par battage consiste à identifier les paramètres procédés permettant d'incorporer la quantité de gaz souhaitée dans un produit donné ; la texture et la stabilité des mousse étant jugée comme dépendant principalement du taux de foisonnement, la taille des bulles étant considérée comme un paramètre secondaire. Lorsque le taux d'incorporation est fixé par les conditions opératoires (débits liquide et gaz), le seul paramètre indéterminé est la taille des bulles. C'est pourquoi dans le monde académique, la mesure de la taille des bulles selon les conditions opératoires appliquées constitue la caractérisation permettant d'accéder à la compréhension des phénomènes de dispersion

mis en jeu au cours de l'opération de foisonnement.

Dans la majorité des études un diamètre moyen de bulle, dont la définition varie selon les auteurs, est mesuré par microscopie optique et analyse d'image, en ligne (Balerin et al., 2007; Kroezen & Wassink, 1987; Thakur et al., 2003a) ou après échantillonnage (Hanselmann & Windhab, 1998). Les modes opératoires liés à ces caractérisations granulométriques étant spécifiques à chaque étude, il s'agit de mesures relatives et non absolues. Dans les différents travaux traitant du foisonnement, les formulations étudiées sont diverses, et présentent la plupart du temps des compositions et des propriétés rhéologiques complexes : Mixes de crèmes glacées, de fromage frais ou d'émulsion de viande (Thakur et al., 2003a), mixes laitiers acides à base de gélatine (DeLorgeril et al., 2000), mixes de types émulsion texturée (Djelveh et al., 1994). Les études réalisées sur des rhéologies newtoniennes présentent l'intérêt de pouvoir connaître la viscosité de la phase continue quels que soient les champs de vitesse de déformation présents au sein du foisonneur, et de contourner ainsi une partie des problèmes liés à la complexité de sa géométrie et à son impact sur la rhéologie des fluides. Mais ce genre d'études sont plutôt rares (Balerin et al., 2007).

A ces éléments vient s'ajouter une grande diversité d'équipements selon les équipes : colonnes de foisonnement de 25 mm de diamètre (Djelveh et al., 1994) ou de 35 mm de diamètre comportant des pales cruciformes de dimensions variables selon les études (Djelveh et al., 1998; Thakur et al., 2003a,b, 2005), Thurax de 50 mm de diamètre comportant un entrefer de 1 mm et pouvant tourner jusqu'à 4000 $tr.min^{-1}$ (Müller-Fischer et al., 2007b; Müller-Fischer & Windhab, 2005), foisonneurs à géométrie MONDOMIX (Balerin et al., 2007; Hanselmann & Windhab, 1998; Kroezen & Wassink, 1987), colonnes de foisonnement de 40 mm de diamètre (Mezdour et al., 2008).

Tout ceci rend difficile la généralisation des résultats publiés et par conséquent n'aide pas à la compréhension des phénomènes physiques impliqués au cours de l'opération de foisonnement. Néanmoins, on constate que, de tous les paramètres ajustables au cours de l'opération de foisonnement, la vitesse du rotor est celui dont l'impact sur la taille des bulles est nettement démontré par la quasi totalité des auteurs. Plus la vitesse du foisonneur est élevée, plus les bulles produites sont petites. Cette tendance est classiquement décrite dans la littérature pour des fluides de propriétés rhéologiques très différentes, notamment rhéofluidifiantes (Djelveh et al., 1998; Hanselmann & Windhab, 1998). Des essais réalisés sur des fluides newtoniens mettent en évidence l'effet de la viscosité, dont une augmentation entraine la diminution de la taille des bulles (Balerin et al., 2007) (Fig.I.19).

Une atténuation de ces phénomènes de diminution de taille est souvent constatée aux fortes vitesses. Dans le cas de produits alimentaires formulés (DeLorgeril et al., 2000; Djelveh et al., 1998; Mezdour et al., 2008) celle-ci est reliée au comportement rhéologique rhéofluidifiant du milieu et est expliquée par un abaissement de la viscosité apparente aux fortes vitesses ; pour les produits newtoniens, cet effet est interprété comme la conséquence des échauffements visqueux (Balerin et al., 2007). En constatant que la diminution de tailles de bulle est plus ou moins marquées selon la viscosité de la

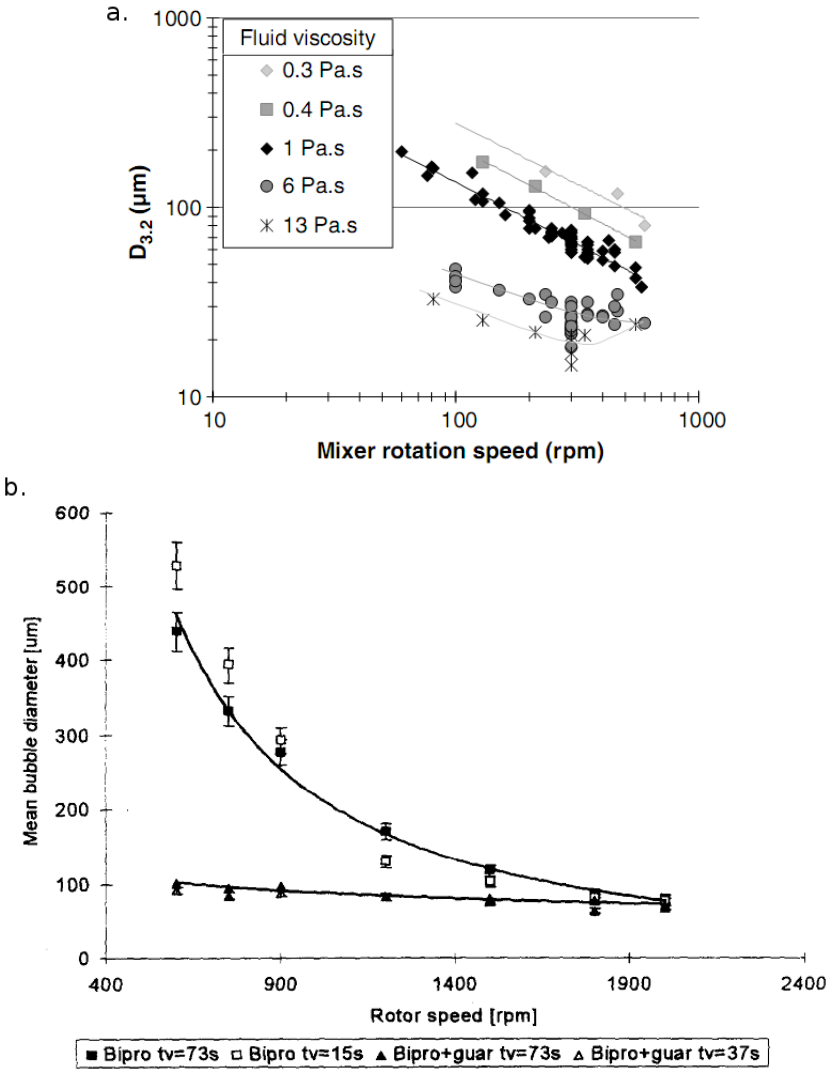

FIGURE I.19 – Evolution du diamètre moyen de bulles en fonction de la vitesse de rotation : a. (Balerin et al., 2007), b. (Hanselmann & Windhab, 1998)

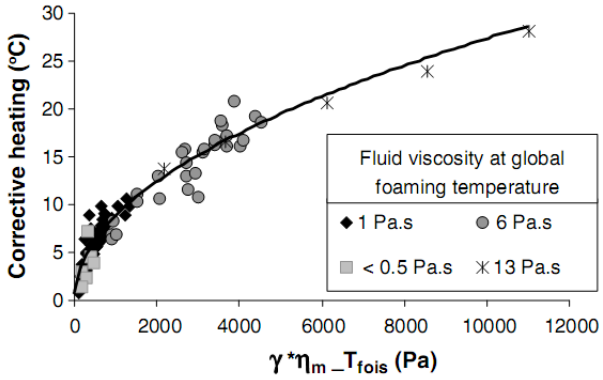

FIGURE I.20 – Courbe maitresse décrivant les échauffements estimés selon le produit, le taux de cisaillement et la viscosité du fluide pour une valeur de Ca_{cr} fixée à $0,4$ (Balerin et al., 2007)

phase continue ou la vitesse de rotation du rotor, Balerin et al. (2007) font l'hypothèse que l'atténuation de la diminution de taille au fortes vitesses s'explique par la thermo-dépendance des milieux newtoniens utilisés. En postulant que la valeur du Ca_{cr} est la même pour tous leurs essais, et en calculant les valeurs de viscosité correspondantes pour remplir cette condition, Balerin et al. (2007) estiment des échauffements visqueux pouvant aller jusqu'à 30°C pour les viscosités et les vitesses de rotation les plus élevées (Fig.I.20).

D'autres études (Müller-Fischer & Windhab, 2005) mentionnent une atténuation de l'effet de la vitesse sur la taille des bulles lorsque la fraction volumique de gaz incorporé augmente et attribuent ceci à des phénomènes de coalescence dynamique dans la tête de mélange.

Ces différents résultats montrent que la vitesse d'agitation et les propriétés rhéologiques du milieu semblent être les paramètres clés contrôlant la granulométrie de mousses ; en incluant l'effet de la tension de surface, les différents auteurs sont amenés à proposer une modélisation de la taille des bulles via un nombre capillaire Ca (Eq. I.10) [1]. La relation de Laplace est alors utilisée de la manière suivante pour prédire le diamètre moyen des bulles :

$$D_{bulle} = \frac{Ca_{cr}\sigma}{\tau} \tag{I.19}$$

De là, toute la problématique réside dans la manière de quantifier chaque terme de la relation de modélisation de la taille des bulles (Eq. I.19) :

1. Dans la littérature, les auteurs ne font pas la distinction entre Ca et We. Ils appellent nombre de Weber tous les ratios et ce quelle que soit la nature de la contrainte τ (visqueuse ou d'inertie). Par souci de clarté, dans la suite de l'exposé, nous conserverons la distinction Ca et We telle que nous l'avons définie.

- La définition du diamètre moyen des bulles diffère selon les auteurs et correspond le plus souvent au diamètre de Sauter, étant donné que la distribution de taille des bulles est obtenue par analyse d'image (2D). On rencontre également dans la littérature l'utilisation de diamètres moyens en nombre (Kroezen & Wassink, 1987) ou de diamètres moyens en volume (Müller-Fischer et al., 2007b; Müller-Fischer & Windhab, 2005).
- La tension de surface correspond la plupart du temps à une mesure de tensiométrie prise à l'équilibre, ou à un temps défini par les auteurs avant d'atteindre l'équilibre et est effectuée sur le produit fortement dilué. Les autres propriétés interfaciales telles que la dynamique de diffusion des espèces tensioactives aux interfaces (Chen & Dickinson, 1995; Kitabatake, 1988; Skrylev & Streltsova, 1985) et la rhéologie des films interfaciaux (Hunter et al., 2008; Murray, 2007; Wilde, 2000) ne sont pas explicitement prises en compte.
- La contrainte s'exerçant à la surface des bulles au cours de l'opération est exprimée selon le régime d'écoulement. En régime turbulent, la moyenne des variations de vitesse quadratique est reliée à la géométrie de l'appareillage et à la puissance mise en jeu, conformément à la théorie de Kolmogorv (Eq.I.11) (Hanselmann & Windhab, 1998; Kroezen & Wassink, 1987). Dans le domaine laminaire, c'est par l'intermédiaire d'une méthode expérimentale issue du domaine du mélange en cuve, appelée méthode de Metzner & Otto (1957), que les auteurs accèdent à une vitesse de déformation en cisaillement $\dot{\gamma}_{\mathrm{MO}}$ et à une viscosité apparente η_{MO}. Cette méthode consiste en la réalisation de mesures de la puissance consommée au niveau de l'agitateur et définit une viscosité de procédé en supposant une relation de proportionnalité entre la vitesse de déformation en cisaillement et la vitesse d'agitation. Mais cette approche comporte des faiblesses sur lesquelles nous reviendront dans le chapitre "Résultats et Discussions" (cf. §III.3).

I.3.2 Modèles prédictifs de la taille des bulles

Comme nous venons de le voir, la modélisation du diamètre des bulles par le nombre capillaire (Eq. I.19) implique la quantification d'une viscosité, d'une vitesse de déformation en cisaillement et d'une tension de surface. Pour déterminer le terme de contrainte visqueuse $\tau = \eta\dot{\gamma}$, certains auteurs s'inspirent librement de l'approche systémique de Metzner-Otto et déterminent des η_{MO} et un $\dot{\gamma}_{\mathrm{MO}}$ caractéristique du dispositif et du produit qu'ils utilisent à partir de la courbe $Ne = f(Re)$ (Fig.I.21). La valeur de la tension de surface σ, est quant à elle mesurée à l'équilibre par une méthode classique de tensiométrie.

Ainsi, Djelveh et al. (1998) proposent la formule suivante, où k et n sont respectivement les indices de consistance et de comportement du milieu ; D_a et D_c étant les

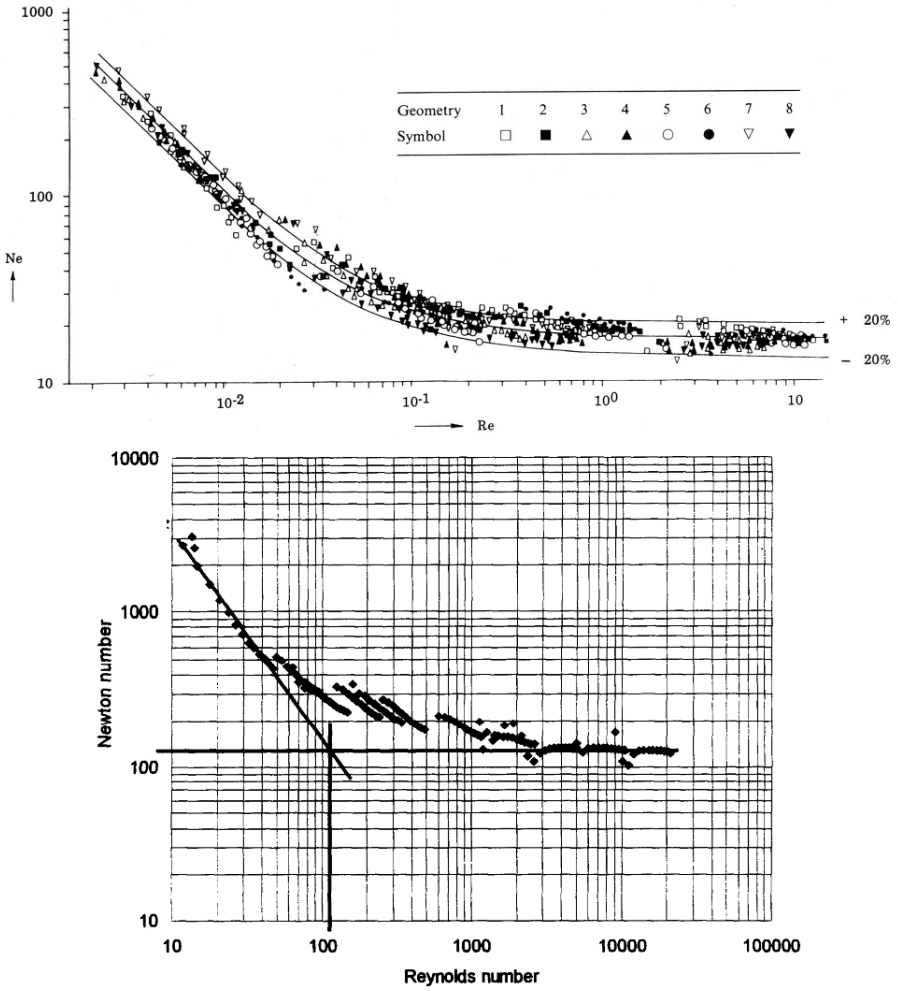

FIGURE I.21 – Relation $Ne = f(Re)$ établies avec un foisonneur de type MONDOMIX à partir de différents produits : en haut, les essais ont été réalisés avec 8 configurations géométriques différentes sur un mélange glycerol + tensioactif (Kroezen et al., 1988) ; en bas, les essais on été réalisés à partir d'une solution de guar intégrant une protéine laitière comme espèce tensioactive (Hanselmann & Windhab, 1998)

diamètres respectifs de l'agitateur et de la colonne :

$$d_{bulles} = \frac{\sigma Ca({D_c}^2 + {D_a}^2)}{2k{D_c}^2} \left(\frac{n((D_c/D_a)^{2/n} - 1)}{4\pi N} \right)^n \tag{I.20}$$

Du fait que les grandeurs obtenues via l'approche de Metzner et Otto ne soient valables que pour une géométrie donnée, on trouve certains travaux qui visent à étudier l'influence des paramètres géométriques sur foisonnement. Kroezen & Wassink (1986, 1987) en étudiant le foisonnement de fluides modèles ne contenant ni matière grasse ni protéines observent que l'incorporation de gaz au cours de l'opération de foisonnement est reliée à la géométrie des dents de la tête de mélange :

- en régime laminaire, le foisonnement serait très sensible à la valeur des entrefers axiaux et longitudinaux des dents. Une diminution de ces deux paramètres améliorerait alors fortement la dispersion du gaz ;
- en régime turbulent, il n'y aurait qu'une faible dépendance entre le foisonnement et la dimension des entrefers.

Partant de ce constat, afin de généraliser leur modélisation et prendre en compte les caractéristiques géométriques du foisonneur jugées pertinentes, certains auteurs (Hanselmann & Windhab, 1998; Kroezen et al., 1988) introduisent des paramètres correctifs dans les expressions du Re et du Ne, comme l'illustre les deux expressions suivantes (Hanselmann & Windhab, 1998) :

$$Re = \frac{\pi d N s \rho}{\eta} \qquad\qquad Ne = \frac{Pz}{\rho N^3 d^3 lhqs} \tag{I.21}$$

où P est la puissance consommée, z la distance entre 2 dents, l l'entrefer entre une dent et la paroi, h le nombre d'unités rotor-stator, s l'espace axial entre rotor et stator, et q la largeur des dents. Puis en appliquant une démarche de type Metzner-Otto à partir des relations précédentes, Hanselmann & Windhab (1998) aboutissent à l'établissement d'expressions définissant un diamètre maximal de bulles :

- en régime laminaire

$$d_{max} = \frac{4Ca_{cr}\sigma C_1 N d_r hlqs}{\pi^2 Pz}$$

- en régime turbulent

$$d_{max} = \left(\frac{4We_{cr}\sigma}{\Psi\rho} \right) \left(\frac{C_2 hlqs}{Vz} \right)^{-2/3} N^{-2} D^{-8/3}$$

où C_1 et C_2 sont les constantes de proportionnalité entre les nombres de Reynolds et de Newton, P la puissance, Ψ une constante qui vaut environ 2, ρ la masse volumique du milieu, V le volume de la tête de mélange et D le diamètre du rotor. Dans les deux cas, les modèles semblent surestimer la taille réelles des bulles et les auteurs l'expliquent par l'erreur commise sur l'estimation du cisaillement et de la viscosité.

Enfin, on notera qu'une étude réalisée par Thakur et al. (2005) sur des émulsions laitières et une colonne une foisonnement, postule l'existence d'une relation :

$$\frac{d_{32}}{D} = a \cdot Re^b \cdot We^c \tag{I.22}$$

susceptible de décrire l'opération de foisonnement et aboutit à des modèles plus ou moins pertinents selon les familles d'échantillons testés.

La plupart de ces études visant à modéliser la taille des bulles en prenant en compte la rhéologie du milieu ou la géométrie de l'appareil s'apparentent plus à des ajustements ou remaniements d'expressions mathématiques au cas par cas plutôt qu'à de réelles analyses factuelles du procédé. De plus, au delà des nombreuses limites de la démarche de Metzner et Otto, les approches adoptées dans la littérature comportent un problème conceptuel dans le sens où elles s'efforcent à caractériser l'évolution de leur système par une valeur de Ca_{cr}.

Classiquement, le Ca_{cr} est évalué à partir d'une série d'expériences et déduit de la mesure de la taille des bulles à partir de la relation I.19 et la valeur ainsi déterminée est supposée constante (Djelveh et al., 1998; Hanselmann & Windhab, 1998; Thakur et al., 2003b). On notera qu'une étude, effectuée sur des produits newtoniens (Balerin et al., 2007), postule l'invariance du Ca_{cr} et introduit une valeur de viscosité corrigée qui tient compte des échauffements subis par le produit au cours de l'opération.

Par ce type de démarche, les différents auteurs aboutissent à des relations caractérisant le diamètre des bulles en fonction des conditions opératoires. Cependant, celles-ci ne sont valables que pour un couple équipement-produit donné, et présentent un biais du fait que les variations du Ca_{cr} y sont négligées. En effet comme nous l'avons vu (§ I.1.4.1) la valeur du Ca_{cr} est fonction du type d'écoulement et du rapport de viscosité des deux phases en présence. Ainsi, pour des fluides à caractère rhéofluidifiant, le type d'écoulement varie avec la vitesse de rotation et inévitablement modifie la valeur du Ca_{cr} (Tab.I.2).

Dans la littérature, les écarts de prédiction constatés sont imputées à plusieurs causes : aux différences de nature rhéologique entre les différents produits (Thakur et al., 2003a), à l'incertitude inhérente au calcul de la vitesse de cisaillement régnant au sein du foisonneur (Hanselmann & Windhab, 1998), ou encore à l'influence des variations de température sur les propriétés rhéologiques du produit (Balerin et al., 2007).

Ainsi, il s'avère très difficile de comparer et de généraliser les résultats collectés dans la littérature, d'une part parce que d'une publication à l'autre, les équipements et les formules étudiées ne sont pas les mêmes, et d'autre part, parce que selon les équipes la définition des termes intervenant dans les relations de modélisation de la taille des bulles (Eq.I.19) se fait de manière différente. Devant la complexité de l'opération de foisonnement, les différents auteurs basent leur description sur la combinaison de grandeurs adimensionnées issues de différentes disciplines (physico-chimie et génie des procédé), ce qui entraine des confusions d'échelles de mesure. Pour preuve, les expressions des Re et Ne utilisés dans la méthode de Metzner-Otto sont calculés à l'échelle du pilote,

Référence	Produit utilisé	Ca_{cr}
Kroezen & Wassink (1987)	eau + amidon	$\approx$ 0,6
Djelveh & Gros (1995)	aliment modèle	0,21 à 0,37
Djelveh et al. (1998)	aliments modèles ($k = 16,7$ $n = 0,5$) ($k = 4$ $n = 0,64$)	 0,57 à 0,63 0,33 à 0,36
DeLorgeril et al. (2000)	lait + gélatine	0,24 à 0,31
Thakur et al. (2003a)	viande	0,4 à 0,85
	crème glacée	0,2 à 0,5
Balerin et al. (2007)	sirop de glucose	0,4 à 5 *avant correction*

TABLE I.2 – Exemple de nombres Capillaires critiques calculés et publiés dans la littérature

avec les longueurs caractéristiques relatives aux dimensions géométriques des appareils, tandis que les Ca_{cr} sont quant à eux calculés à une échelle locale, en faisant intervenir un diamètre de bulle comme longueur caractéristique.

A notre connaissance, aucune étude ne définit des outils analytiques génériques permettant de décrire les opérations de foisonnement par battage en continu. Dans ce but, une analyse dimensionnelle fidèle au théorème Π (Buckingham, 1914) permettrait d'identifier des descripteurs pertinents et d'appréhender les phénomènes physiques qui gouvernent la taille des bulles au cours de la dispersion à l'instar d'autre études d'opérations unitaires que nous allons décrire à présent.

I.4 Analyse dimensionnelle des opérations de mélange

L'analyse dimensionnelle est un outil théorique qui permet d'étudier un phénomène physique à travers les dimensions de ses variables. Elle consiste à reformuler un problème physique de manière à ce qu'il soit décrit uniquement en faisant intervenir des ratios de grandeurs physiques sans dimension (Delaplace et al., 2005, 2007). Elle peut s'utiliser lorsque l'on ne connait pas les équations relatives à un phénomène ou lorsque celles ci sont difficiles à résoudre. Elle postule que les relations permettant de quantifier un phénomènes sont dimensionnellement homogènes et que ces relations sont identiques quel que soit le système cohérent d'unité utilisé (ce qui est le cas de toutes les lois scientifiques). Mathématiquement, cette assertion est fondée sur le théorème de Buckingham (1914) (ou théorème Π). Ce théorème établit que si un phénomène physique met en jeu n variables physiques indépendantes, celles-ci dépendant de k unités fondamentales, alors il existe une équation équivalente mettant en jeu $p = n - k$ variables sans dimension construites à partir des variables originelles.

Dans un problème de mécanique, la détermination des ratios adimensionnels est rendue possible par le fait que chaque grandeur G est le produit de puissances de trois grandeurs fondamentales : la longueur $[L]$, la masse $[M]$ et le temps $[T]$.

L'hypothèse de base de la formulation semi-empirique des phénomènes et des corrélations qui s'ensuivent est que la grandeur G peut être représentée par une série polynômiale du type :

$$G = \sum k_n G_n \tag{I.23}$$

avec :

$$G_n = x_1^{e_{1n}} \times x_2^{e_{2n}} \times \cdots \times x_p^{e_{pn}} \tag{I.24}$$

où k_n est une constante sans dimension, n le numéro du monôme de la série, $x_{1\text{ à }p}$ les ratios sans dimensions caractérisant le phénomène et $e_{1n\text{ à }pn}$ leur exposants respectifs. Le nombre de monômes sera, a priori, d'autant plus élevé que la précision recherchée et le domaine de validité de la fonction seront importants.

Outre la réduction du nombre de variables permettant de décrire un phénomène, l'approche adimensionnelle (*i.e.* l'application du théorème Π) présente deux aspects intéressant qui sont très utiles pour l'étude des opérations de mélange.

Elle permet de :

Prédire l'effet d'un changement d'échelle

Le théorème Π repose sur l'axiome implicite de la physique qui admet que les lois de la physique sont vraies quelle que que soit l'échelle considérée, et que par conséquent le fait de faire varier d'un facteur numérique les dimensions [M], [L] ou [T] ne change pas comportement physique de la grandeur cible. Par exemple, dans le domaine du mélange en cuve, les paramètres géométriques et opératoires sont nombreux. L'extrapolation d'un système à une autre échelle peut alors se

Toutes les grandeurs géométriques sont multipliées par un facteur F donc le volume V est multiplié par F^3

Grandeur caractéristique	Grandeur invariante						
	N	π Nd	P/V	t_p	Re	Fr	We
N	1	F^{-1}	$F^{-0,66}$	1	F^{-2}	$F^{-0,50}$	$F^{-1,50}$
$V_p = \pi\ Nd$	F	1	$F^{0,33}$	F	F^{-1}	$F^{0,50}$	$F^{-0,50}$
P/V	F^2	F^{-1}	1	F^2	F^{-4}	$F^{0,50}$	$F^{-2,50}$
Q_p	F^3	F^2	$F^{2,33}$	F^3	F	$F^{2,50}$	$F^{1,50}$
t_p	1	F	$F^{0,66}$	1	F^{+2}	$F^{+0,50}$	$F^{+1,50}$
H^*	F^2	1	$F^{0,66}$	F^2	F^{-2}	F	F^{-1}
Q_p/H^*	F	F^2	$F^{1,66}$	F	F^{-1}	$F^{1,50}$	$F^{2,50}$
Re	F^2	F	$F^{1,33}$	F^2	1	$F^{1,50}$	$F^{0,50}$
Fr	F	F^{-1}	$F^{-0,33}$	F	F^{-3}	1	F^{-2}
We	F^3	F	$F^{1,66}$	F^3	F^{-1}	F^2	1
Gradient de vitesse moyen	1	F^{-1}	$F^{-0,66}$	1	F^{-2}	$F^{-0,50}$	$F^{-1,50}$
Gradient de vitesse maximal	F	1	$F^{0,33}$	F	F^{-1}	$F^{0,50}$	$F^{-0,50}$

FIGURE I.22 – Exemple de tableau résumant les effets d'un changement d'échelle de facteur F sur les grandeurs caractéristiques d'une opération de mélange en cuve - Selon la grandeur conservée invariante d'une échelle à l'autre, le principe de similitude n'est pas respecté pour les autres grandeurs caractéristiques (Roustan et al., 1999)

faire en considérant différentes similitudes (géométrique, dynamique, chimiques, énergétique...)

Ainsi, dans tout problème d'agitation-mélange, il est souvent nécessaire de déterminer quelles sont les grandeurs dont l'influence est prépondérante sur le phénomène étudié et que l'on souhaite garder constantes lors du changement d'échelle. En effet, la similitude totale n'est jamais possible, et il est nécessaire de faire des choix (Fig.I.22). Généralement c'est la similitude géométrique qui est conservée, le diamètre du mobile d'agitation et la géométrie de la cuve sont alors définis et il est possible de déterminer les autres grandeurs caractéristiques en vérifiant que les valeurs obtenues sont compatibles avec un bon fonctionnement du procédé. Lors de certaines extrapolations, si on veut conserver plusieurs grandeurs constantes, il est nécessaire de procéder à une extrapolation non géométrique ; on peut en particulier utiliser des rapports entre diamètres d'agitateur et diamètre de cuve supérieurs.

Simplifier la représentation des résultats

L'analyse dimensionnelle d'un phénomène permet l'identification des ratios Π pertinents et permet de visualiser de manière synthétique les différentes relations de procédés identifiées. On prendra pour exemple le cas des échangeurs à surface raclée (E.S.R) qui sont des équipement utilisés pour la réalisation de produits pour lesquels une opération de mélange doit être conduite simultanément à un échange de chaleur sur des fluides très visqueux (crèmes glacées, fromages frais à tartiner...).

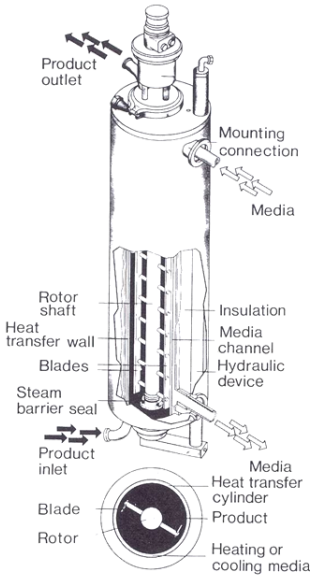

FIGURE I.23 – Schéma descriptif d'un échangeur à surface raclée (Härröd, 1986)

Les échangeurs chaleur à surface raclée sont constitués d'éléments tubulaires décrivant un espace annulaire et une double enveloppe. L'espace annulaire intérieur est délimité par un rotor central et par un stator qui constitue la surface d'échange. Le fluide thermique circule dans l'espace annulaire extérieur tandis que le produit est véhiculé dans le canal annulaire intérieur. Le rotor est équipé d'une série de lames racleuses qu'il entraîne dans sa rotation (Fig.I.23).

Bien que rares, les études dédiées à l'hydrodynamique des E.S.R. (Dumont et al., 2000; Härröd, 1986) mettent en évidence de nombreux régimes d'écoulement en fonction de paramètres opératoires et géométriques clefs. L'écoulement régnant au sein d'un E.S.R. est alors assimilé à celui existant dans une conduite annulaire comportant un cylindre coaxial en rotation, et est décomposé en une composante axiale (caractérisé par un un nombre de Reynolds axial (Re_{ax}) et une composante rotationnelle caractérisée par un nombre de Taylor (Ta), qui n'est autre qu'un Re tangentiel. La représentation $Re = f(Ta)$ permet la délimitation des différents régimes d'écoulement (I.24).

Enfin, l'invariance d'échelle d'un espace Π présente aussi l'avantage de permettre l'établissement de relations de similitude entre différents matériaux. Ceci est particulièrement intéressant lorsque les propriétés physiques d'un produit évoluent au cours du procédé, comme c'est le cas notamment pour les produits rhéofluidifiants. La prise en compte de la variabilité de propriétés produit passe alors par la définition de variables matériaux adimensionnelles (Pawlowski, 1991; Zlokarnik, 2006). Ce type de méthodologie théorique, certes peu démocratisée, présente un avantage par rapport aux méthodes

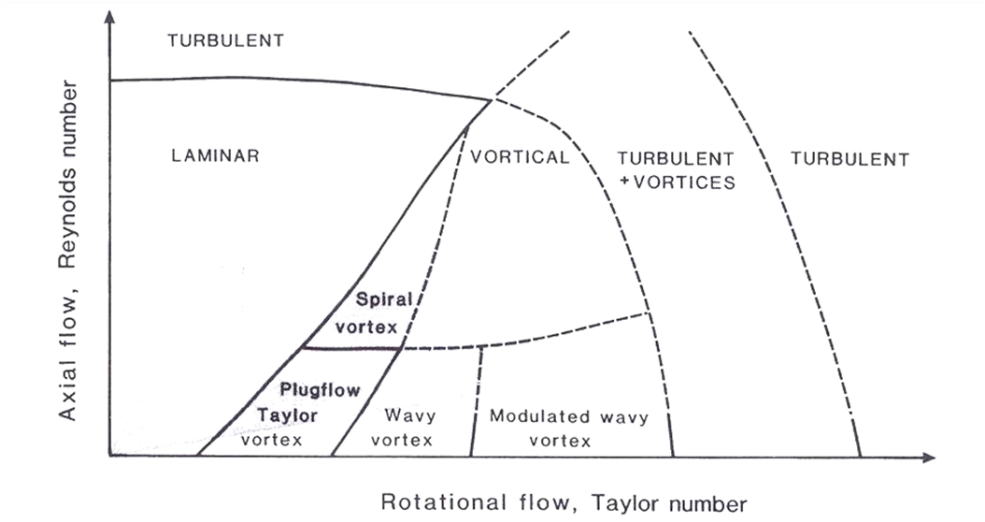

FIGURE I.24 – Régimes d'écoulement dans un anneau en présence d'un cylindre concentrique intérieur en rotation et d'un flux axial (Härröd, 1986)

pratiques de type Metzner-Otto dans le sens ou les relations de procédé qui en découlent se fondent sur la phénoménologie physique intrinsèque des interactions produit-procédés et non sur de supposées analogies de comportements entre différents fluides.

I.5 Stratégie de la thèse

L'étude de l'opération de foisonnement par battage en continu implique la compréhension, à l'échelle des bulles, de la physico-chimie des interfaces liquide / gaz et, à l'échelle du pilote, de l'hydrodynamique mise en jeu au cours du procédé. Les interactions entre les paramètres du procédé et la composition des milieux compliquent fortement la compréhension des phénomènes. De plus, au delà du procédé de foisonnement, les mousses constituent en elles-même une difficulté supplémentaire lors de leur caractérisation de part leur fragilité (déformation, rupture ou coalescence des bulles...).

Devant la complexité des processus mis en jeu, l'opération de foisonnement soulève de nombreuses questions. Son étude requiert la combinaison d'outils analytiques issus de différents domaines scientifiques et la mise en place de méthodes de caractérisation expérimentales fiables. Faire le lien entre les études traitants du comportement de bulles ou de gouttes individuelles isolées dans des environnements maîtrisés, et les études portant sur la formation de mousses à partir de produits et d'équipements industriels n'est pas chose aisée.

Dans la littérature les publications sur le foisonnement par battage sont peu nombreuses. Les études portent sur des produits complexes et les méthodes de caractérisation, la définition des modèles, et les équipements utilisés varient selon les équipes. Ceci rend difficile la généralisation des résultats publiés et par conséquent n'aide pas à la compréhension des phénomènes physiques impliqués au cours de l'opération de foisonnement. On y trouve un décalage entre les approches adoptées pour l'étude expérimentale du foisonnement dynamique continu, et les notions théoriques plus fondamentales qui concernent la physico-chimie des milieux dispersés. Les modèles y sont construits de façon peu cohérente : certains outils définis à une échelle microscopique sont utilisés pour caractériser des phénomènes macroscopiques, et inversement, certains outils définis à l'échelle du procédé sont employés pour quantifier des propriétés relatives à l'échelle de la bulle.

De fait, très peu d'études fournissent des outils concrets pour la conduite ou l'optimisation de l'opération de foisonnement et l'identification des paramètres du procédé et du produit ayant un impact sur les propriétés des mousses.

Partant du constat que de nombreux auteurs de la littérature ont recours à différents nombres sans dimensions pour décrire l'opération de foisonnement, une modélisation issue d'une analyse dimensionnelle rigoureuse nous est apparue comme la démarche la plus appropriée.

Pour cela, l'approche choisie s'articule autour de trois points :

- une formulation raisonnée de produits modèles, afin d'avoir des fluides aux propriétés bien caractérisées et maitrisées, permettant ainsi une meilleure interprétation des résultats
- un équipement représentatif des outils industriels, instrumentés avec un enregistrement des mesures en ligne, afin de suivre au plus près les variables du procédé
- une caractérisation adaptée aux structures générées, afin mettre en évidence les

impacts respectifs du produit et du procédé

Nous avons choisi de suivre l'évolution du diamètre des bulles des mousses en fonction des différents paramètres opératoires appliqués (paramètres produits et paramètres procédé) car pour un pourcentage d'aération donné, c'est la seule variable qui nous permette d'accéder à la compréhension des phénomènes de dispersion ayant lieu au cours du procédé de foisonnement.

Dans un premier temps, nous avons eu recours à des fluides modèles newtoniens afin de connaître la viscosité de la phase continue quels que soient les champs de vitesse de déformation présents au sein du foisonneur, et contourner ainsi une partie des problèmes liés à la complexité de sa géométrie et à son impact sur la rhéologie des fluides. Trois niveaux de viscosité ont été testés en ajustant la concentration d'un sirop de glucose et deux valeurs de tension de surface ont été expérimentées en ayant recours à deux espèces tensio-actives différentes.

Dans un second temps ces fluides modèles newtoniens ont été modifiés afin de leur conférer des propriétés rhéofluidifiantes. Des épaississants leur ont été ajoutés à différentes concentrations afin d'étudier et de quantifier l'influence qu'ont de telles propriétés rhéologiques lors du procédé de foisonnement.

Enfin nous avons réalisé des essais de foisonnement à partir d'une crème cosmétique industrielle de manière à valider le caractère générique de notre modélisation.

Chapitre II

Matériels et Méthodes

II.1 Les fluides modèles newtoniens

Dans le but d'obtenir des produits modèles dont les propriétés rhéologiques et interfaciales sont bien contrôlées et bien caractérisées nous avons formulé des produits newtoniens simples constitués d'un mélange de sirop de glucose et de tensioactifs.

II.1.1 Composition

II.1.1.1 Le sirop de glucose

La base de nos milieux modèles est un sirop de glucose (Glucomalt 560, Syral, France) comportant un taux de matière sèche de 79,7 %, une teneur en maltose de 49,1% et un degré DE (Dextrose Equivalent) de 43 (Tab.II.1).

Glucomalt 560 (concentrations en g pour 100 g)	
Matière sèche	79,7
Dextrose Equivalent	43
Maltose	49,1

TABLE II.1 – Caractéristiques du sirop de glucose utilisé

La quantité de sirop de glucose est l'élément qui va fixer le niveau de viscosité newtonienne de la phase continue. La gamme de viscosité explorée a été fixée de manière à ce que cette dernière soit suffisamment élevée pour que la caractérisation des mousses se fasse dans de bonnes conditions (stabilité relative vis à vis de la ségrégation gravitationnelle et de la coalescence des bulles), et suffisamment basse pour que les conditions isothermes lors du foisonnement soient respectées (des viscosités élevées peuvent rendre difficile la régulation thermique du fait des échauffements visqueux).

II.1.1.2 Les molécules tensioactives

Deux tensioactifs ont été utilisés :
- Le Prolacta90 produit par la société Lactalis (France). Il s'agit d'un isolat de protéines sériques contenant 52,26% de β-lactoglobuline et 15,27% d'α-lactalbumine pour un total de 90% de matières azotées, ainsi que 2,6% de lactose et 2,24% de minéraux (données fournisseur).
- Un sucroester (E473). Il est obtenu via l'estérification du saccharose par un mélange d'acide stéarique (C18) et palmitique (C16) dans les proportions 70/30. Il est faiblement estérifié (70% de monoesters). La valeur de son HLB est de 15.

Concernant la concentration en tensioactifs, nous avons pris soin de nous situer en large excès pour permettre une diffusion rapide aux interfaces. A titre d'exemple, pour une solution à 1% de tensioactifs, foisonnée à un taux d'incorporation de 50% en volume, nous nous situons à des concentrations surfaciques potentielles théoriques allant de 33 $mg.m^{-2}$ à 167 $mg.m^{-2}$ pour des bulles monodisperses allant respectivement de 20 à 100 μm de diamètre. Ces concentrations sont très largement au dessus des niveaux de saturation rencontrés pour des films protéiques ou pour les monocouches d'émulsifiants. En effet, on considère généralement que la saturation est atteinte pour des taux de l'ordre de 2 à 3 $mg.m^{-2}$ pour les protéines et de 1 à 2 $mg.m^{-2}$ pour les émulsifiants de faible poids moléculaire (Bos & van Vliet, 2001).

II.1.1.3 Préparation

La gamme de viscosité est choisie en référence aux essais de Balerin et al. (2007) en retenant les valeurs les plus basses de façon à balayer des vitesses de rotation plus élevées (500 à 1500 $tr.min^{-1}$).

A partir des trois viscosités choisies (0,4, 0,9 et 1,4 $Pa.s$), cinq produits newtoniens différents ont été formulés. Les produits ont été préparés par lot de 20 kg selon le mode opératoire suivant : le tensioactif est dispersé dans l'eau et la solution est agitée doucement (150 $tr.min^{-1}$ avec un agitateur à pales) durant 30 minutes à 45 - 50˚C pour le Prolacta90 (pour permettre la bonne dispersion et ré-hydratation des protéines tout en limitant leur dénaturation) et à 70˚C pour le E473, afin de faciliter leur dissolution. Le sirop et la solution de tensioactif sont ensuite mélangés à 40˚C pendant au moins 20 minutes puis refroidis à 20˚C. Pour tous les fluides modèles préparés, la teneur en tensioactif est la même (1%p/p soit 1 g pour 100 g de produit) (Tab. II.2). Enfin, il a été vérifié que la présence de tensioactif ne modifiait pas le comportement rhéologique et le niveau de viscosité des solutions.

Glucomalt 560 (g pour 100 g)	Prolacta90 (%p/p)	E473 (%p/p)	η ($Pa.s$) à 20 ˚C
63,2	1	-	0,4
68,7	1	-	0,9
71,1	1	-	1,4
63,2	-	1	0,4
68,7	-	1	0,9

TABLE II.2 – Composition et niveaux de viscosité des fluides modèles newtoniens utilisés

II.2 Les fluides non-newtoniens

II.2.1 Les fluides modèles rhéofluidifiants

II.2.1.1 Compositions

Pour obtenir des fluides modèles aux propriétés rhéofluidifiantes nous avons utilisé deux épaississants largement employés dans l'alimentaire : le xanthane (Rhodigel, Rhodia, France) et le guar (Viscogum MP 41230, Cargill, France). Il permettent d'obtenir des fluides au comportement rhéologique simple, dont la courbe d'écoulement est modélisable par une loi en puissance (cf. § III.4.1 et § III.4.2). Les concentrations ont été choisies de façon à rester dans des domaines de viscosité apparente du même ordre que les viscosités newtoniennes pour des vitesses de cisaillement de 100 à 1000 s^{-1} (Fig. II.1).

Les propriétés rhéologiques newtoniennes d'une solution de sirop de glucose à 68,7 % ont été modifiées par l'ajout de xanthane à faible concentration (0,05 %), lui conférant ainsi un caractère fortement rhéofluidifiant en dessous de 10 s^{-1} et la présence d'un plateau newtonien, comparable à la viscosité de la solution newtonienne aux fortes vitesses de cisaillement (Fig. II.1).

La mise en oeuvre du guar dans un milieu riche en sucres étant délicate, du fait de la diminution de la qualité du solvant (apparition de problèmes de solvatation au delà de 40 % de matière sèche), nous avons choisi de travailler avec des dissolutions de guar dans l'eau. Dans ce cas, aucun plateau newtonien n'est mesurable (Fig. II.1).

Le tableau II.3 récapitule la composition des différents fluides modèles rhéofluidifiants utilisés.

Glucomalt 560 (%p/p)	Guar (%p/p)	Xanthane (%p/p)	Prolacta90 (%p/p)
0	1	-	1
0	3	-	1
68,7	-	0,05	1

TABLE II.3 – Composition des fluides modèles rhéofluidifiants utilisés

II.2.1.2 Préparations

La poudre de l'épaississant est mélangée à l'eau de dilution et au Prolacta90 qui joue le rôle de tensioactif. Les produits sont préparés par lot de 60 kg selon le mode opératoire suivant :

– pour le xanthane : le tensioactif est dispersé à l'eau de dilution et agité doucement (150 $tr.min^{-1}$) durant 30 minutes entre 45 et 50°C. La poudre de xanthane est

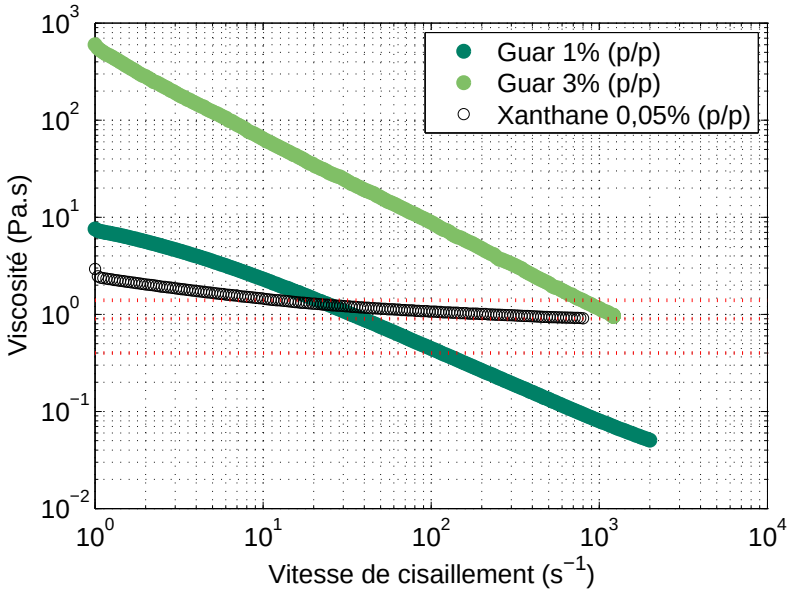

FIGURE II.1 – Courbes d'écoulement des fluides modèles aux propriétés rhéofluidifiantes (les courbes en pointillés rouges correspondent aux niveaux de viscosité des fluides newtoniens) - les conditions de caractérisation sont détaillées au § II.3.1

ensuite incorporée et le mélange est laissé sous agitation 30 minutes supplémentaires. Le sirop et la solution de tensioactif épaissie sont ensuite mélangés à 40˚C pendant au moins 20 minutes puis refroidis à 20˚C.

– pour le guar : la poudre de guar est tamisée, puis incorporé sous agitation douce (120 $tr.min^{-1}$) au voisinage d'un disperseur immergé dans la cuve thermostatée à 50˚C. L'agitation est maintenue dans ces conditions pendant au moins 4 heures. Le mélange est ensuite refroidi à 20˚C. Le mélange est passé au travers d'une pompe à rotor excentré afin de détruire les agglomérats de poudre de guar dissous mais mal mélangés.

Pour les différents produits préparés, il a été vérifié que la viscosité des solutions était stable dans le temps, ce qui signifie que l'on a atteint un état de solvatation équilibré.

II.2.2 La crème cosmétique industrielle

Afin d'appréhender le comportement au foisonnement d'un produit à la composition et à la rhéologie complexes, nous avons réalisé des essais avec un produit industriel. Le produit industriel utilisé est une crème cosmétique présentant un comportement rhéofluidifiant à seuil (cf. § III.4.3) et une formulation complexe (non communiquée ici de façon détaillée pour des raisons de propriété industrielle). C'est une émulsion dont la composition intègre principalement de l'eau, des cires, des espèces tensioactives, des charges et

des polymères (Tab. II.4).

Ingrédients	Quantité (g pour 100 g)
Eau	58
Tensioactifs	6,16
Cires	5,2
Charges	3
Polymères	0,1

TABLE II.4 – Eléments constitutifs de la crème cosmétique utilisée

II.3 Caractérisations des fluides

II.3.1 Rhéologie

Les courbes d'écoulement des bases non foisonnées (fluides newtoniens, rhéofuilidfiants et crème cosmétique) ont été réalisées à l'aide un rhéomètre à contrainte imposée (MCR301, Physica, Allemagne), muni d'un palier à air (limitation des frottements et précision de la mesure) et d'une régulation en température par effet Peltier. Le système est équipé d'un mobile Couette (entrefer : 1,134 mm, longueur : 40,016 mm). Après introduction de l'échantillon dans l'espace annulaire, la courbe d'écoulement est obtenue en rampe logarithmique à 20 ˚C en faisant varier la vitesse de cisaillement de 10 à 1500 s^{-1}.

II.3.2 Tensiométrie

Pour caractériser le pouvoir tensioactif des différentes molécules à l'interface gaz / liquide nous avons utilisé la méthode de la goutte (Tracker, Teclis - IT Concept, France) qui permet la caractérisation des cinétiques d'adsorption des espèces tensioactives par la mesure des tensions superficielles en fonction du temps (Fig.II.2). Une bulle d'air (montante) est formée automatiquement à la pointe d'une aiguille coudée (0,5 mm de diamètre) fixée sur une seringue plongeant dans une cuve optique thermostatée (20˚C) contenant environ 8 mL de solution à étudier. Le volume de la bulle (8 μL) est contrôlé avec précision grâce à une vis micrométrique pilotée par un moteur pas à pas.

La bulle est éclairée par une source lumineuse uniforme, l'image de son profil est projetée par un objectif sur une caméra CCD, puis numérisée et traitée par un logiciel pour déterminer, plusieurs fois par seconde, la variation de l'angle de contact entre la bulle et son support et ainsi remonter à la tension superficielle.

Pour des raisons pratiques liées à la mise en oeuvre de milieux visqueux dans le tensiomètre à goutte (problèmes liés à l'obtention d'une bulle stable dans le temps), les mesures de tension de surface ont été réalisées sur des solutions de tensioactifs (Prolacta90 ou E473) à 1% (v/v) dans de l'eau ultra-pure. Il a été vérifié que le sirop de glucose n'a pas d'effet sensible sur les propriétés des deux tensioactifs étudiés (Balerin, 2005)

Les mesures sont réalisées à 20˚C et à pression atmosphérique sur ces solutions. L'évolution de la valeur de la tension superficielle en fonction du temps écoulé après la formation de la bulle est mesurée pour chacune des solutions préparées.

Sur la figure II.3, on constate que les cinétiques observées sont rapides : dès le début des enregistrements les tensions de surface mesurées sont très inférieures à 72 $mJ.m^{-2}$, valeur de la tension de surface de l'eau pure. On remarque une cinétique d'adsorption beaucoup plus rapide pour le sucroester que pour le prolacta90.

En ce qui concerne la crème cosmétique, l'émulsion a été déstabilisée pendant 24 heures dans une étuve à 60˚C. Le surnageant aqueux a été prélevé et a servi à réaliser les

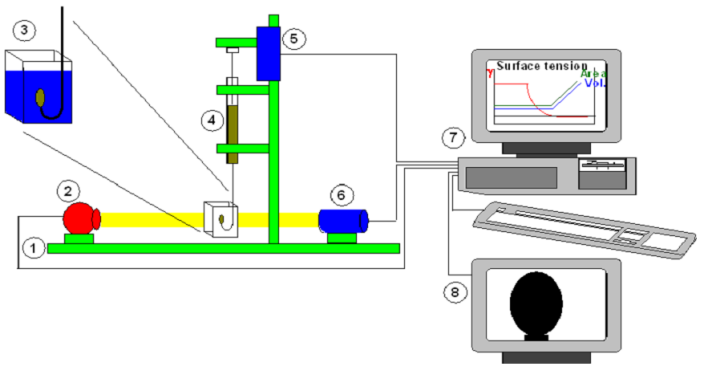

FIGURE II.2 – Représentation schématique d'un tensiomètre à goutte : 1. Banc optique - 2. Source lumineuse - 3. Cellule - 4. Seringue - 5. Moteur - 6. Caméra CCD - 7. Ordinateur - 8. Moniteur

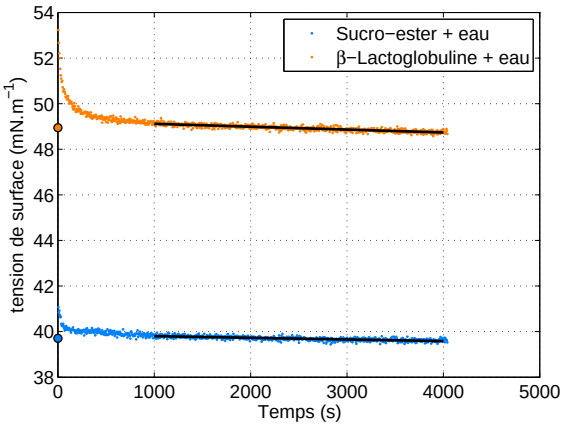

FIGURE II.3 – Evolution de la tension de surface en fonction du temps pour les deux tensioactifs utilisés

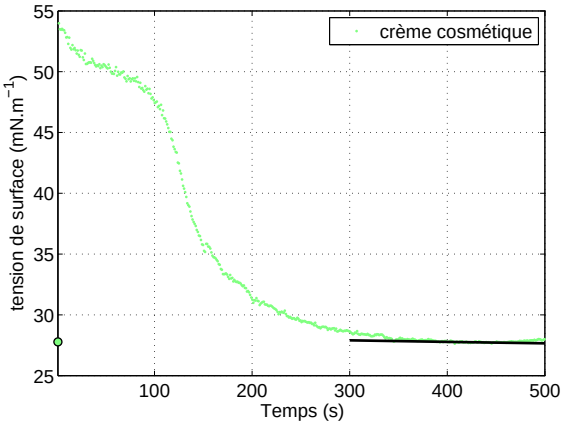

FIGURE II.4 – Evolution de la tension de surface en fonction du temps pour le surnageant de la crème cosmétique

mesures de tension superficielles, sur un temps de mesure plus court que pour les autres essais en raison d'un d'un décrochage de bulle au delà de 500s (Fig.II.4).

La valeur de la tension de surface est calculée en faisant la moyenne entre 1000 et 4000 s, pour le Prolacta et le E473, et en prenant la moyenne sur le plateau entre 400 et 500 s, pour la crème cosmétique (Tab.II.5).

Produit	σ ($mN.m^{-1}$)
Prolacta90	48,9 (± 0,1)
E473	39,7 (± 0,1)
Crème cosmétique	27,8 (± 0,1)

TABLE II.5 – Valeurs des tensions de surface retenues pour les différents produits

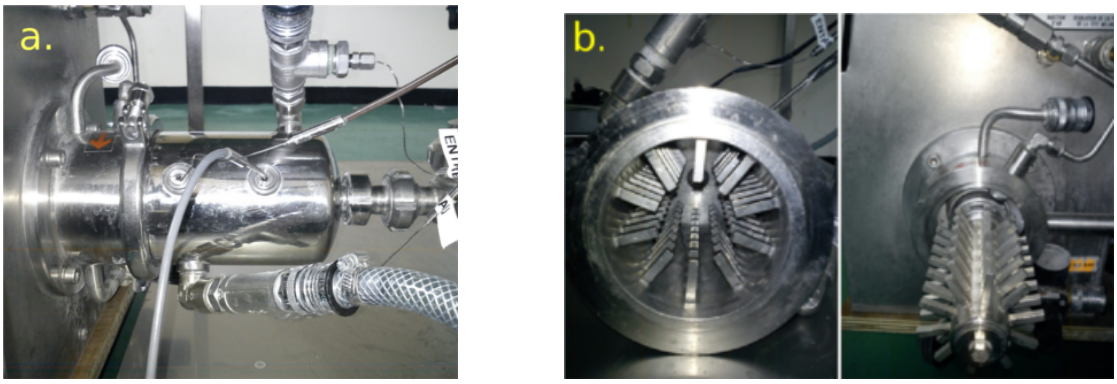

FIGURE II.5 – Photos de la tête de mélange du Mini Mondo : a. Vue globale ; b. Eléments Rotor et Stator démontés

II.4 L'opération de foisonnement

II.4.1 La ligne pilote

Le foisonnement s'effectue en continu à l'aide d'un foisonneur de type Mini Mondo (HAAS-MONDOMIX, Pays-Bas) (Fig.II.5).

La ligne pilote (Fig.II.6) consiste en une trémie de 12,5 litres où le fluide est stocké, une pompe volumétrique à rotor excentrée (PCM, France), un mélangeur rotor-stator comportant en amont une injection de gaz et en aval une vanne de contre pression. Cette tête de mélange, d'un volume utile de 0,3 litres, est équipée d'une double enveloppe et est thermostatée à l'aide d'un ultra-cryostat (FP51-SL, Julabo, Germany). La température de la trémie et celle de la conduite qui alimente la tête de mélange est régulée par un second cryostat (1166D, VWR, USA).

II.4.2 L'instrumentation

Différents capteurs et instruments équipent la ligne pilote, leurs données sont recueillies via une centrale d'acquisition (FieldPoint, National Instruments, USA) et une interface informatique (logiciel Labview, National Instruments, USA) permet la visualisation et l'enregistrement en ligne des paramètres opératoires suivants :

- Le débit de produit. Il est ajusté en faisant varier la vitesse de rotation de la pompe, dont la valeur est mesurée à l'aide d'une balance placée en bout de ligne et peut varier entre 0 et 40 $kg.h^{-1}$
- Le débit massique d'azote. Il est contrôlé via un débit-mètre régulateur d'azote (GFC26, Aalborg, Suède) et permet de maitriser la fraction volumique de gaz incorporé dans la mousse produite
- La vitesse du rotor. Sa valeur peut être fixée entre 100 et 1500 $tr.min^{-1}$, à partir du panneau de contrôle du foisonneur.
- La pression de foisonnement. Elle est régulée par une vanne membrane reliée au réseau d'air comprimé située en aval de la tête de mélange et dont la valeur est

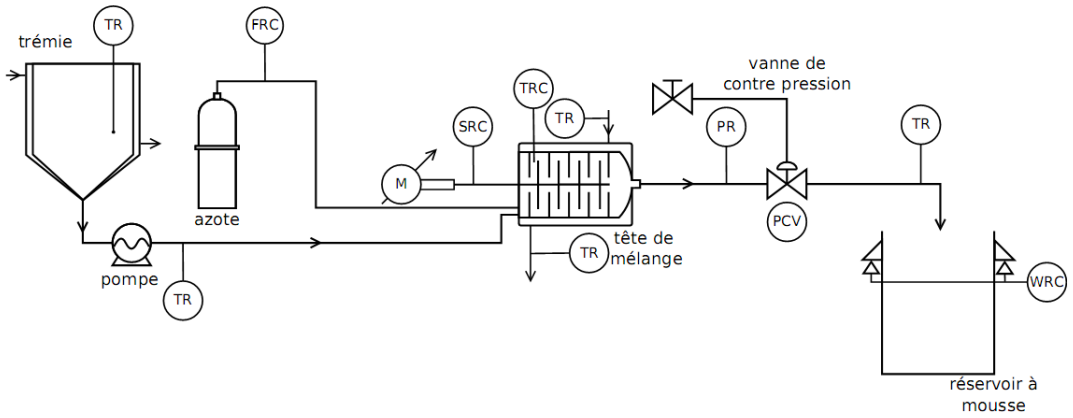

FIGURE II.6 – Représentation schématique de la ligne pilote : (C) contrôle - (F) débit - (M) moteur - (P) pression - (R) enregistrement - (S) vitesse - (T) température - (V) vanne - (W) masse

mesurée par un manomètre (SEN-3276 B065, Kobold, Allemagne) situé entre la la tête de mélange et la vanne

– La puissance électrique consommée par le foisonneur. Elle est récupérée par l'intermédiaire d'une interface électronique qui communique avec le convertisseur de fréquence qui équipe le pilote.
– Les températures le long de la ligne pilote : en entrée et sortie de l'eau de refroidissement de la tête, pour le produit avant et après foisonnement (Fig.II.6). Elles sont mesurées à l'aide de thermocouples (Type T, TC Direct, France).

Au cours des essais de foisonnement, une sonde de température (PT 100, TC Direct, France) placée dans la tête de mélange à la place d'une dent du stator et dont la position radiale est réglable (Fig.II.7), permet l'asservissement de l'ultra-cryostat et donc le maintien des conditions globalement isothermes. La température d'entrée du fluide dans la tête de foisonnement et celle de la mousse en sortie d'équipement sont ainsi maintenues à 20°C.

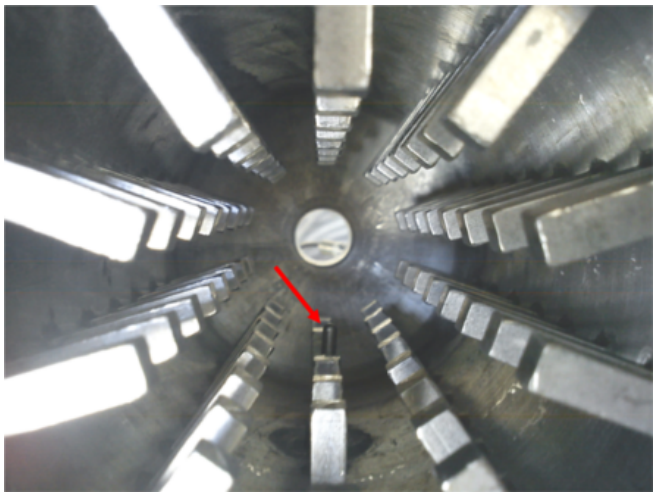

FIGURE II.7 – La sonde de température remplaçant une dent du stator et dont la position radiale est ajustable, permet la mesure de la température du mélange et la commande de l'ultra-cryostat

II.5 Caractérisations des mousses

II.5.1 Taux d'aération

A la fin de la ligne de production une mesure manuelle de la masse volumique de la mousse permet de vérifier que tout le gaz injecté lors du battage a été entièrement dispersé dans la mousse produite afin de s'assurer que l'opération a été conduite hors conditions de pistonnage.

Un pot à prélèvement de volume v égal à 135 mL est rempli, arasé, puis pesé. Sa masse m_{mousse} est comparée à la masse $m_{liquide}$ du même pot rempli du liquide avant foisonnement. La fraction volumique de gaz incorporé est calculée à l'aide de la relation :

$$\Phi = \frac{m_{liquide} - m_{mousse}}{m_{liquide}} = \frac{v\ \rho_{liquide} - v\ \rho_{mousse}}{v\ \rho_{liquide}} = \frac{\frac{m_{liquide}}{V_{liquide}} - \frac{m_{liquide}}{V_{liquide}+V_{gaz}}}{\frac{m_{liquide}}{V_{liquide}}} = \frac{V_{gaz}}{V_{mousse}} \tag{II.1}$$

II.5.2 Taille de bulles

La mesure de taille des bulles est effectuée hors-ligne et à pression atmosphérique. A la fin de la ligne de production un échantillonnage dans des boites de Pétri étanches (50 x 9 mm BD Falcon, USA) est réalisé afin de caractériser les bulles. Une cinquantaine de clichés par échantillon est effectuée à l'aide d'un stéréomicroscope (MZ6, Leica, Allemagne), de façon à avoir au minimum 500 bulles (Fig.II.8). Des essais préalables ont montré que ce nombre permettait d'avoir une mesure statistiquement représentative



FIGURE II.8 – Prise d'image à la l'aide du stéréomicroscope

(Fig.II.9), ce que confirme certaines études sur le sujet (Labbafi et al., 2007). Un programme d'analyse d'images développé au laboratoire avec les logiciels ImageJ (Version 1.42q) et Matlab (Version 7.9.0.529, MathWorks, USA) permet la détection des bulles, une mesure de leur aire et, en considérant les bulles sphériques, détermine le diamètre de Sauter d_{32}, le d_{10} et le d_{90} :

$$d_{32} = \frac{\sum_{i=1}^{m} D_i^3 \Delta n_i}{\sum_{i=1}^{m} D_i^2 \Delta n_i} \tag{II.2}$$

avec m le nombre de classes de diamètres (=30), Δn_i le nombre de bulles contenu dans une classe i et D_i le diamètre de la classe i.

A l'issu de l'analyse, le logiciel superpose les bulles tracées à partir des diamètres calculés et l'image d'origine, permettant ainsi une vérification visuelle du traitement (Fig.II.10).

On considère que lors de sa sortie, la détente de la mousse suit la loi de Mariotte et que le diamètre des bulles à une pression p donnée, peut être recalculé à partir du diamètre mesuré à pression atmosphérique p_{atm} selon le relation :

$$d_{32}^{(p)} = d_{32}^{(p_{atm})} \left(\frac{p_{atm}}{p} \right)^{1/3} \tag{II.3}$$

où $d_{32}^{(p_{atm})}$ est le diamètre moyen des bulles mesuré (donc, à pression atmosphérique) et $d_{32}^{(p)}$, le diamètre moyen calculé à la pression p.

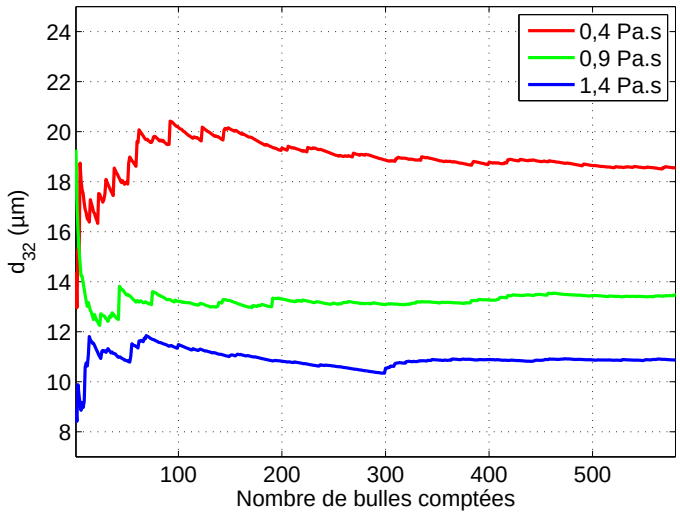

FIGURE II.9 – Détermination du nombre de bulles à comptabiliser pour obtenir une mesure de diamètre fiable - mesures effectuées avec 3 viscosités différentes et foisonnées à une vitesse de 800 $tr.min^{-1}$

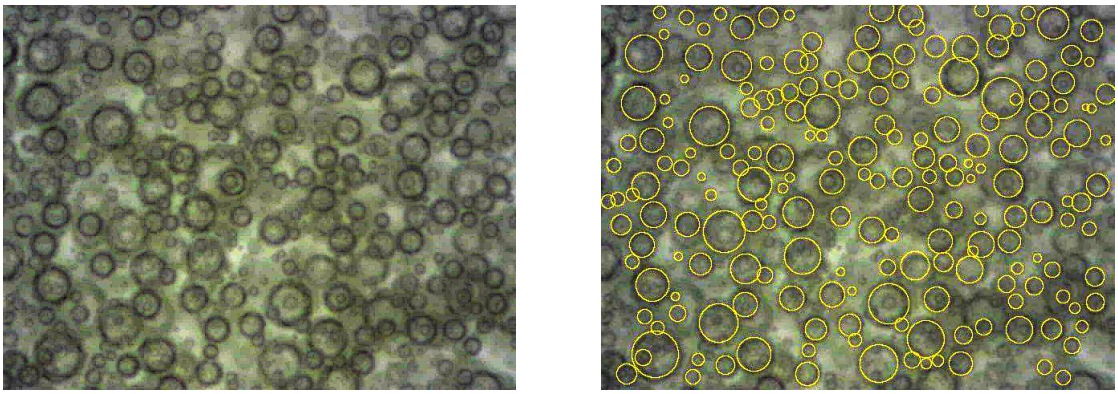

FIGURE II.10 – Reconnaissance du contour des bulles à l'aide du logiciel d'analyse d'image

II.6 Stratégie expérimentale

Dans le cadre de ce travail, nous avons défini un point de fonctionnement de référence par rapport auquel nous avons étudié l'effet de la variation des différents facteurs de procédé accessibles : température, débit de liquide, taux de foisonnement, vitesse d'agitation, ainsi que l'impact des propriétés de la base non foisonnée (viscosité et tension de surface). Le produit utilisé pour ce point de référence est le fluide newtonien dont la viscosité est de 0,4 $Pa.s$ et la tension de surface de $48,9 mN.m^{-1}$ (Prolacta90).

II.6.1 Les paramètres procédés étudiés

La température

Ce paramètre procédé est de fait indirectement un facteur formulation, dans la mesure où il influe sur les propriétés du milieu modèle (principalement rhéologiques). Afin de ne pas compliquer l'interprétation de nos essais, cette variable du procédé n'a pas fait l'objet de variation au cours de notre étude. Les températures du produit à l'entrée et à la sortie du foisonneur ont été choisies constantes pour l'étude : 20°C. Durant les essais de foisonnement les conditions isothermes ont été maintenues en jouant sur la thermostatation des doubles enveloppes de la trémie, de la conduite convoyant le produit à l'entrée du foisonneur et, de la tête de mélange.

Le débit de liquide

Il a été fixé à 15 $kg.h^{-1}$ pour le point de fonctionnement de référence. Pour évaluer la contribution de ce paramètre du procédé, des essais ont été réalisés à 5 $kg.h^{-1}$ et à 30 $kg.h^{-1}$.

Le taux de foisonnement

Comme pour le diamètre des bulles, on considérera le taux de foisonnement dans la tête de mélange, c'est à dire en tenant compte de la pression de fonctionnement.

Selon la pression régnant dans la tête de mélange au cours du foisonnement, le taux de foisonnement T_f se déduit de de la fraction volumique de gaz à pression atmosphérique Φ à l'aide de la relation :

$$T_f = \Phi \frac{p_{atm}}{p_f} \tag{II.4}$$

avec p_f la pression appliquée dans la tête de mélange au cours du foisonnement et P_{atm} la pression atmosphérique.

Par suite, T_f est fonction à la fois du débit de liquide, du débit de gaz et de la pression. Ainsi, des mousses présentant une même fraction volumique de gaz incorporé (Φ) peuvent être produites en ajustant différentes valeurs de taux de foisonnement (T_f) dans la tête de mélange au cours du procédé selon la pression imposée.

Pour notre point de fonctionnement de référence la fraction volumique de gaz incorporée dans la mousse a été fixé à 40% et l'opération de foisonnement a été conduite

sous 5 *bars* absolus (4 *bars* relatifs), ce qui représente un taux de foisonnement de 8% dans la tête de mélange.

La fraction volumique de gaz incorporée dans la mousse, le taux de foisonnement dans la tête de mélange et la pression de foisonnement étant des paramètres qui sont liés les uns aux autres, nous avons avons réalisé des essais à différents points de fonctionnement pour évaluer leur contribution relative, en jouant sur les valeurs du débit de gaz et de la pression de foisonnement, pour un débit de liquide fixé à 15 $kg.h^{-1}$:

- une série d'essais a consisté à faire varier le taux d'incorporation Φ dans la mousse finale (40, 10 et 20 %) en maintenant un taux de foisonnement T_f de 8% dans la tête de mélange
- une série d'essais a consisté à faire varier le taux de foisonnement T_f dans la tête de mélange (16, 32 et 40 %) en maintenant un taux d'incorporation Φ de 40 % dans la mousse finale.

La vitesse d'agitation

Expérimentalement, les phénomènes de pistonnage apparaissent pour des vitesses de rotation faible et des fractions volumiques de gaz dans la tête élevées ; la combinaison de ces deux paramètres semble donc contrôler le foisonnement homogène.

La totalité des essais a été conduite dans des conditions hors pistonnage. Pour cela, des test préliminaires ont été réalisés afin de sélectionner les limites de notre gamme de vitesse. Pour un débit de produit fixé à 15 $kg.h^{-1}$, un taux d'incorporation de 40% (à p_{atm}) et une pression de foisonnement de 5 *bars*, nous avons mesuré, pour deux vitesses différentes (300 et 600 $tr.min^{-1}$), le taux d'incorporation et le diamètre moyen de bulle en fonction du temps (le temps t_0 correspond à l'instant où la consigne de vitesse est changée partant d'une condition stabilisée). Ainsi, sur la figure II.11 on constate que pour une vitesse de rotation de 300 $tr.min^{-1}$ les mesures du diamètre moyen ont une variabilité plus prononcée que pour celles effectuées à une vitesse de 600 $tr.min^{-1}$. De plus, l'examen de la figure II.12, révèle que pour les deux vitesses testées, le taux d'incorporation de gaz ne se stabilise qu'après 10 à 15 minutes de temps de fonctionnement.

Pour la vitesse de rotation, nous décidons donc de fixer la limite basse de notre gamme exploratoire à 500 $tr.min^{-1}$. En outre, un délai minimum de 15 minutes, dès l'instant où la consigne de vitesse est modifiée, sera respecté avant tout prélèvement d'échantillon.

II.6.2 Planification des essais

Les essais de foisonnement ont été conduits à partir des produits décrits précédemment (cf. § II.1 et II.2), 12 essais expérimentaux ont été réalisés avec les fluides modèles newtoniens (Tab.II.6) et 4 avec les fluides non-newtoniens (Tab.II.7). Pour chaque essai, six vitesses d'agitations ont été appliquées (de 500 à 1500 $tr.min^{-1}$), tous les autres paramètres restant fixes, et le diamètre moyen des bulles a été mesuré, puis recalculé en fonction de la pression appliquée dans la tête de mélange (Eq.II.3) afin d'obtenir le

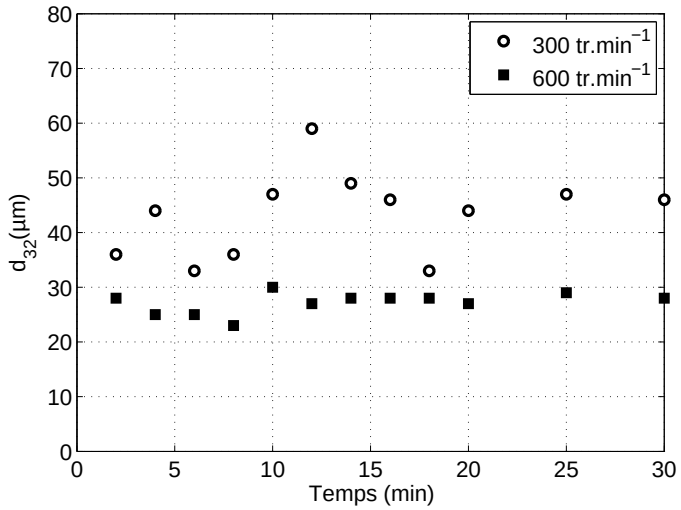

FIGURE II.11 – Evolution du diamètre moyen mesuré en fonction du temps (t=0 correspond au changement de la consigne de vitesse)

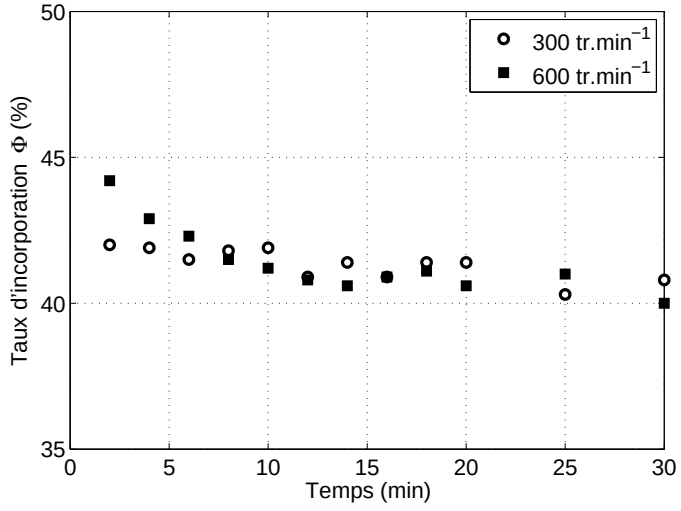

FIGURE II.12 – Evolution du taux d'incorporation mesuré à p_{atm} en fonction du temps (t=0 correspond au changement de la consigne de vitesse)

diamètre moyen des bulles dans la tête, à la pression de fonctionnement.

Les conditions opératoires du premier essai correspondent au point de fonctionnement de référence à partir duquel nous avons modifié les différentes variables. Les essais 2 et 3 visent à évaluer les effets d'une variation de viscosité sur le foisonnement, ils ne diffèrent du point central que par le niveau de viscosité du fluide utilisé (0,9 $Pa.s$ pour l'essai 2 et 1,4 $Pa.s$ pour l'essai 3). Les essais 4 et 5 ont été conçus de manière à évaluer l'effet d'une variation de tension de surface, ils diffèrent respectivement des essais 2 et 3 seulement par la valeur de tension de surface des fluides utilisés (39,7 $mN.m^{-1}$). Les essais 6 et 7 visent à tester l'effet d'une variation du débit de liquide. Enfin, les essais 8 à 12 ont été conduits de manière à évaluer l'effet combiné du débit de gaz et de la pression de fonctionnement : pour les essais 8 et 9 c'est le taux de foisonnement dans la tête de mélange au cours du foisonnement qui a été maintenu identique à celui de l'essai de référence (8%), et pour les essais 10 à 12 c'est la fraction volumique de gaz incorporé dans la mousse qui a été maintenue identique à l'essai 1 (40%). Les conditions opératoires appliquées au cours des différents essais sont résumées dans le tableau II.6.

Numéro d'essai	η ($Pa.s$) à 20 °C	σ ($mN.m^{-1}$)	Débit liquide ($kg.h^{-1}$)	Pression ($bars$)	Φ à p_{atm} (%)	T_f à p (%)
1	**0,4**	**48,9**	**15**	**5**	**40**	**8**
2	0,9	48,9	15	5	40	8
3	1,4	48,9	15	5	40	8
4	0,4	39,7	15	5	40	8
5	0,9	39,7	15	5	40	8
6	0,4	48,9	5	5	40	8
7	0,4	48,9	30	5	40	8
8	0,4	48,9	15	1,25	10	8
9	0,4	48,9	15	2,5	20	8
10	0,4	48,9	15	2,5	40	16
11	0,4	48,9	15	1,25	40	32
12	0,4	48,9	15	1	40	40

TABLE II.6 – Propriétés des différents produits newtoniens testés et paramètres opératoires respectivement appliqués au cours des essais de foisonnement - Pour chacun des essais, six vitesses d'agitation comprises entre 500 et 1500 $tr.min^{-1}$ ont été testées.

Pour ce qui est des essais 13 à 15, ils ont été réalisés avec les produits non-newtoniens et les paramètres de procédé du point de référence (Tab.II.7).

Numéro d'essai	Produit utilisé	σ $(mN.m^{-1})$	Débit liquide $(kg.h^{-1})$	Pression $(bars)$	Φ à p_{atm} (%)
13	Solution de guar à 1%	48,9	15	5	40
14	Solution de guar à 3%	48,9	15	5	40
15	Crème cosmétique	27,8	15	5	40
16	Mélange xanthane à 0,05%	48,9	15	5	40

TABLE II.7 – Propriétés des produits non-newtoniens testés et paramètres opératoires respectivement appliqués au cours des essais de foisonnement - Pour chacun des essais, six vitesses d'agitation comprises entre 500 et 1500 $tr.min^{-1}$ ont été testées.

Chapitre III

Résultats et Discussions

III.1 Premières analyses des résultats

III.1.1 Répétabilité des essais

La figure III.1 représente les différents diamètres moyens obtenus ($d_{32}^{(p)}$, $d_{10}^{(p)}$, $d_{90}^{(p)}$) en fonction de la vitesse d'agitation (N) pour les essais de foisonnement conduits avec la solution de sirop de glucose à 0,4 $Pa.s$ intégrant le Prolacta90 (Fig.III.1 a.), et la solution de sirop glucose à 0,9 $Pa.s$ intégrant le E473 (Fig.III.1 b.). Ces deux séries d'essais visent à estimer la répétabilité de l'ensemble de nos essais expérimentaux.

La préparation des fluides et les essais de foisonnement ont été répétés avec les deux produits :

- pour la solution de glucose-Prolacta à 0,4 $Pa.s$, les répétitions ont porté sur les six vitesses de rotation ;
- pour ce qui est de la solution de glucose-E473 à 0,9 $Pa.s$, les répétitions ont porté sur quatre vitesses de rotation.

Pour des conditions opératoires identiques l'écart maximal de diamètre qui a pu être mesuré est de $3\mu m$. Sur les graphes, les barres d'erreurs représentent les valeurs extrêmes des deux diamètres mesurés pour chacune des conditions opératoires appliquées. Nous constatons une précision de mesure inférieure à $\pm 1{,}5$ μm (soit une erreur relative de maximum 10% pour un diamètre de 15 μm) avec pour certains points deux diamètres identiques mesurés.

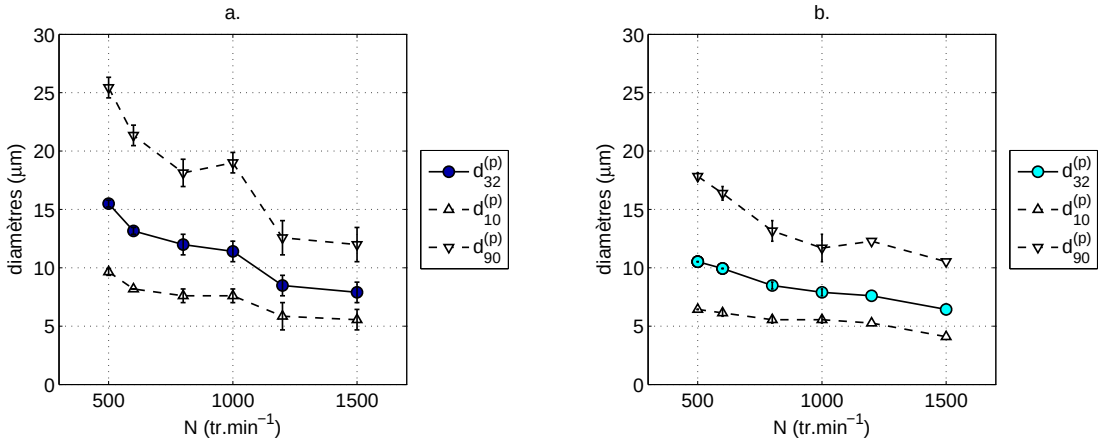

FIGURE III.1 – Diamètres des bulles recalculés à la pression de foisonnement en fonction de la vitesse d'agitation pour les essais 1 (glucose-Prolacta à 0,4 $Pa.s$) et 5 (glucose-E473 à 0,9 $Pa.s$) (Tab.II.6)

En ce qui concerne les répartitions volumiques des tailles de bulles, on observe que l'augmentation de la vitesse d'agitation diminue la dispersion de taille des bulles obtenues. Entre la plus faible vitesse (500 $tr.min^{-1}$) et la plus forte vitesse d'agitation

appliquée (1500 $tr.min^{-1}$), l'écart entre le d_{90} et le d_{10} passe d'une valeur de 15 μm à une valeur de 6,5 μm, dans le cas des essais réalisés avec la solution de glucose-Prolacta à 0,4 $Pa.s$; elle passe d'une valeur de 11,5 μm à une valeur de 6,5 μm, dans le cas des essais réalisés avec la solution de glucose-E473 à 0,9 $Pa.s$. Pour ces deux essais, la largeur de la distribution de taille de bulles est donc réduite d'un facteur 2 entre 500 et 1500 $tr.min^{-1}$. En dehors de la vitesse d'agitation, pour tous les essais réalisés, il n'a pas été observé un quelconque effet significatif des paramètres produit ou procédé sur la largeur ou l'allure des distributions de taille des bulles (Fig.III.1 et III.2).

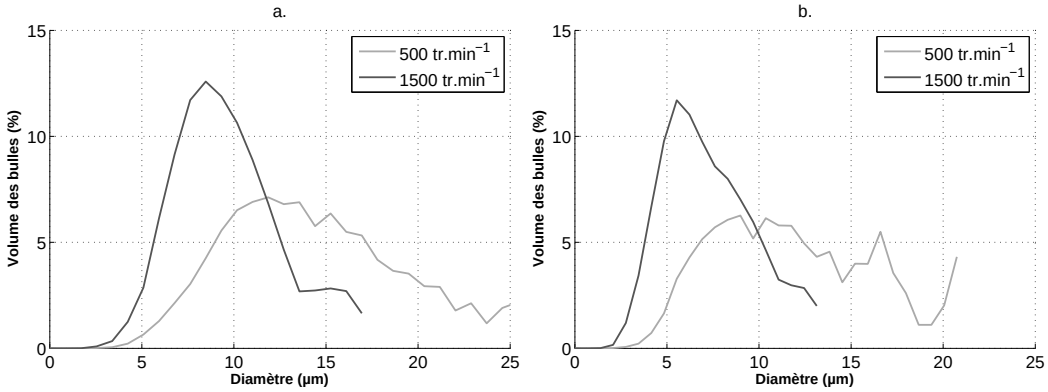

FIGURE III.2 – Distribution en volume des diamètres de bulles (effectuée sur 30 classes) recalculés à la pression de foisonnement : a. pour les essais 1 (glucose-Prolacta à 0,4 $Pa.s$) - b. pour les essais 5 (glucose-E473 à 0,9 $Pa.s$) (Tab.II.6)

III.1.2 Effets des paramètres étudiés sur la taille des bulles

Les essais de foisonnement ont été conduits comme indiqué dans le tableau II.6. Pour chacune des conditions expérimentales les mousses ont été prélevées en sortie de foisonneur (à p_{atm}) et le diamètre moyen des bulles a été mesuré, puis recalculé à l'aide de l'équation II.3 pour accéder aux diamètres des bulles présentes dans la tête de mélange au cours du foisonnement (Fig.III.3).

Sur les figures III.4 et III.5 on visualise l'évolution des diamètres moyens obtenus pour chacun des produits newtoniens testés en fonction de la vitesse de rotation appliquée. Malgré le fait que pour chaque série de points expérimentaux les paramètres opératoires appliqués soient différents, on visualise clairement que la vitesse de rotation a un effet sur la variation de taille des bulles. On constate que la taille des bulles décroit quand la vitesse d'agitation augmente, ce qui est en accord avec ce qui est classiquement décrit dans la littérature (DeLorgeril et al., 2000; Djelveh & Gros, 1995; Hanselmann & Windhab, 1998; Kroezen & Wassink, 1987; Thakur et al., 2003a). De plus, au delà d'une certaine valeur de N (600 $tr.min^{-1}$), on observe que l'effet de diminution de taille s'atténue et que la taille de bulles semble tendre vers une valeur limite, ce qui a aussi

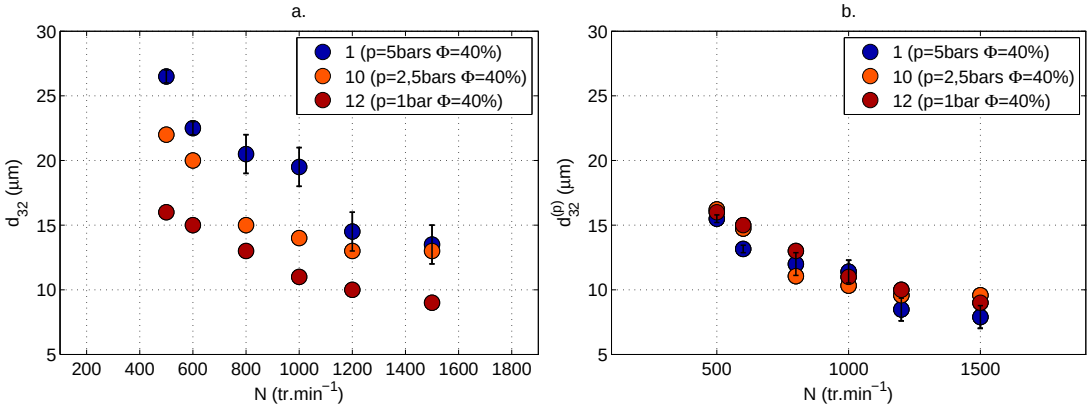

FIGURE III.3 – Visualisation des diamètres des bulles en fonction de la vitesse d'agitation, pour trois essais différents : a. diamètres mesurés en sortie de foisonneur - b. diamètres calculés à pression de fonctionnement à partir de l'équation II.3 (les numéros de la légende font référence au tableau II.6)

été observé par Balerin et al. (2007).

Lorsque l'on compare différents niveaux de viscosité (0,4 $Pa.s$ et 0,9 $Pa.s$), on constate que pour une même vitesse d'agitation, le diamètre moyen des bulles diminue avec l'augmentation de la viscosité du milieu (Fig.III.5 a.). On note que pour le milieu le plus visqueux (0,9$Pa.s$), la pente de variation de la taille des bulles est moins marquée que pour celui à 0,4 $Pa.s$. Là encore ces résultats sont en accord avec ce qui a été décrit précédemment (cf. § I.3.1).

Lorsque l'on compare les deux valeurs de tension de surface testées, on constate que c'est la valeur la plus faible (39,7 $mN.m^{-1}$) qui permet d'accéder aux tailles de bulles les plus petites, en comparaison aux essais de foisonnement réalisés avec la solution dont la valeur de tension de surface est de 48,9 $mN.m^{-1}$ (Fig.III.5 b.). Ce résultat apparait lui aussi en accord avec ce qui a été décrit auparavant (cf. § I.1.3).

Enfin, pour ce qui est de l'effet du débit de matière (Fig.III.5 c.) et de l'effet du taux de foisonnement, lié au débit de gaz, à la pression et à la fraction volumique (Fig.III.5 d.), les variations des diamètres de bulles obtenus sont plus difficiles à décrire. Aucune tendance explicite ne se dégage.

III.1.3 Température et échauffements

L'atténuation, ou l'absence de diminution du diamètre des bulles que nous avons observées (Fig.III.4) ont également été observées par Balerin et al. (2007) pour des vitesses modérées (500 rpm) et des viscosités élevées (6 et 13 $Pa.s$). Ils ont alors été interprétés comme la conséquence d'échauffements visqueux, qui doivent être pris en compte lors de la modélisation de la taille des bulles en fonction des paramètres opératoires. En effet, au cours de l'opération de foisonnement, les traitements mécaniques subis par le produit peuvent induire des phénomènes d'échauffements qui augmentent avec la viscosité

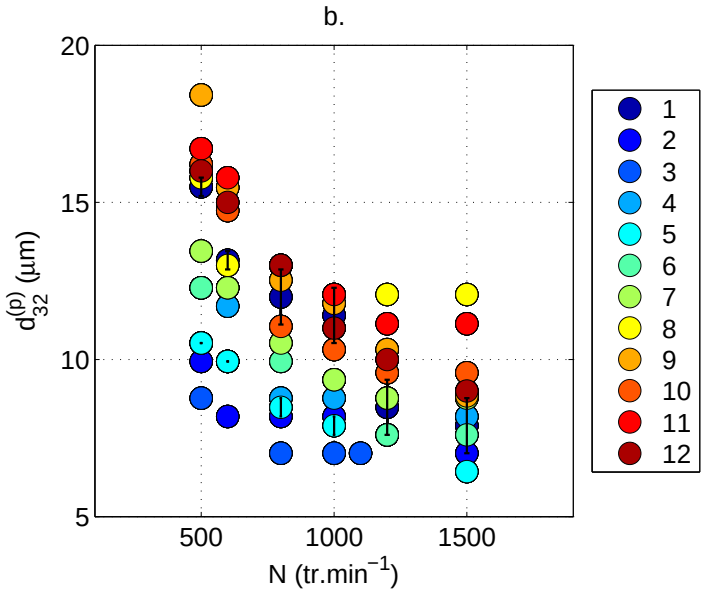

FIGURE III.4 – Diamètres des bulles recalculés à la pression de foisonnement en fonction de la vitesse d'agitation, pour tous les essais concernant les essais newtoniens. Les numéros de la légende font référence au tableau II.6

du mélange et la vitesse de rotation. Les températures atteintes au niveau des zones de déformation intense pourraient conduire à une diminution locale de la viscosité, réduisant ainsi l'influence de la vitesse d'agitation sur la diminution de taille des bulles. Dans le cadre de nos essais de tels échauffements locaux n'ont pu être mesurés par la sonde de température placée à l'intérieur de la tête de mélange, probablement en raison des puissances de refroidissement mises en oeuvre. Quelles que soient la température de refroidissement et la position radiale de la sonde, celle ci enregistrait toujours 20°C, température de consigne.

La figure III.6 représente les variations de température enregistrées au niveau la double enveloppe en fonction de la vitesse d'agitation appliquée. On constate que pour les vitesses et les viscosités les plus élevées, on enregistre des températures de refroidissement très basses. Ainsi, des températures de -15°C sont relevées pour le fluide de 0,9 $Pa.s$ agité à 1500 $tr.min^{-1}$ et pour le fluide de 1,4 $Pa.s$ agité à 1100 $tr.min^{-1}$. Ces températures de refroidissement révèlent indirectement l'existence d'un gradient de température dans la tête de mélange au voisinage de la paroi. Ainsi, les seuls échauffements susceptibles d'avoir lieu se produiraient au très proche voisinage des entrefers situés entre l'extrémité des dents du rotor et la paroi du stator (Fig.III.7). La très faible différence de température de l'eau entre l'entrée et la sortie de la double enveloppe n'a pas permis de réaliser des bilans enthalpiques.

On peut donc envisager que ces phénomènes d'échauffements, localisés au niveau des sites où les bulles sont déformées, réduiraient l'efficacité de fragmentation en conduisant

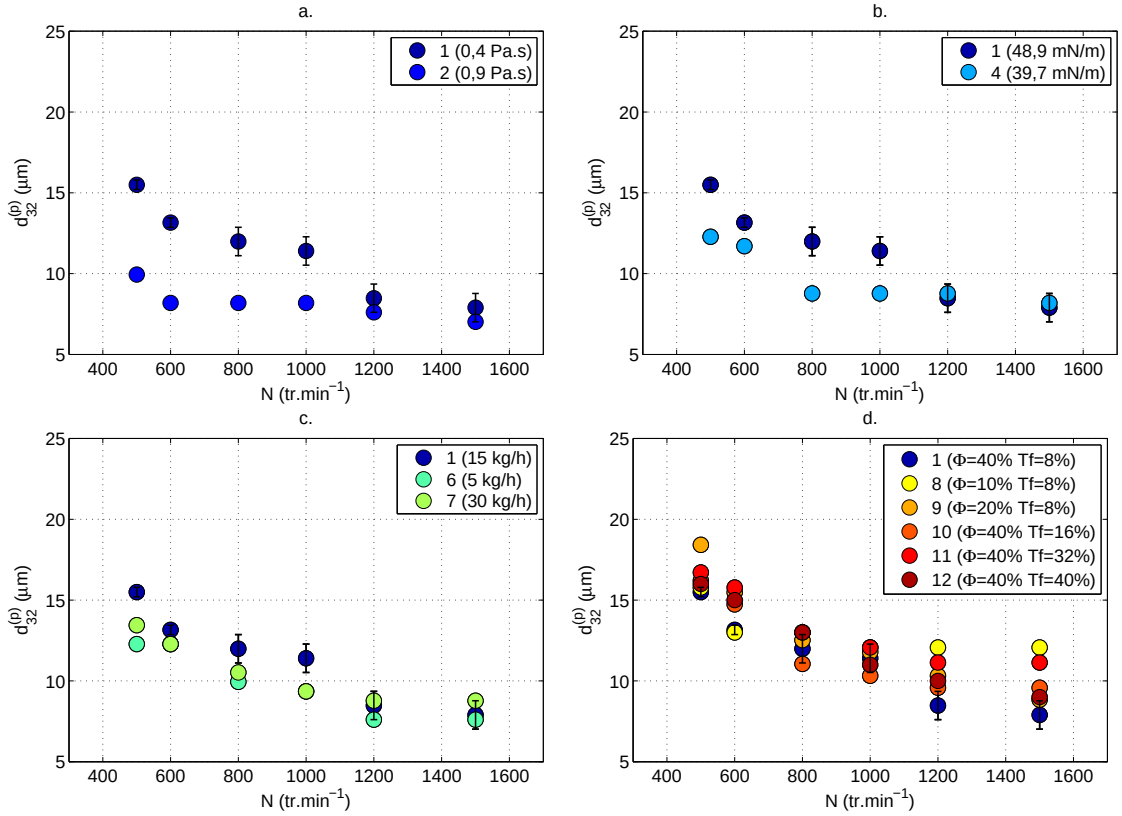

FIGURE III.5 – Diamètres des bulles recalculés à la pression de foisonnement en fonction de la vitesse d'agitation : a. effet de la viscosité - b. effet de la tension de surface - c. effet du débit de matière - d. effet du taux de foisonnement (les numéros de la légende font référence au tableau II.6)

à une taille de bulle limite accessible. La figure III.8.a. représente l'évolution de la température de refroidissement en fonction du diamètres des bulles. On constate que pour l'ensemble des essais, les diamètres de bulles mesurés ne diminuent pas au delà d'une valeur de 6-7 μm. Ainsi, pour la plus forte viscosité testée (1,4 $Pa.s$), la taille des bulles ne diminue pas en dessous de 7 μm à partir du moment où une température de 0°C est enregistrée au niveau de la double enveloppe.

Cette limitation de la diminution de taille des bulles du fait de la présence de gradients de température au niveau des entrefers peut être reliée aux caractéristiques géométriques de notre appareil de foisonnement. En effet, l'existence d'une taille de bulle limite pourrait aussi s'illustrer par l'incapacité de créer de nouvelles surfaces malgré l'augmentation de l'énergie mécanique fournie au système (Fig.III.8.b). Au niveau de la figure III.9 qui représente l'évolution de la puissance d'agitation en fonction de la température de refroidissement, on visualise bien la dépendance linéaire qui existe entre l'énergie mécanique fournie au système et la chaleur dissipée au cours de l'agitation. La conduite

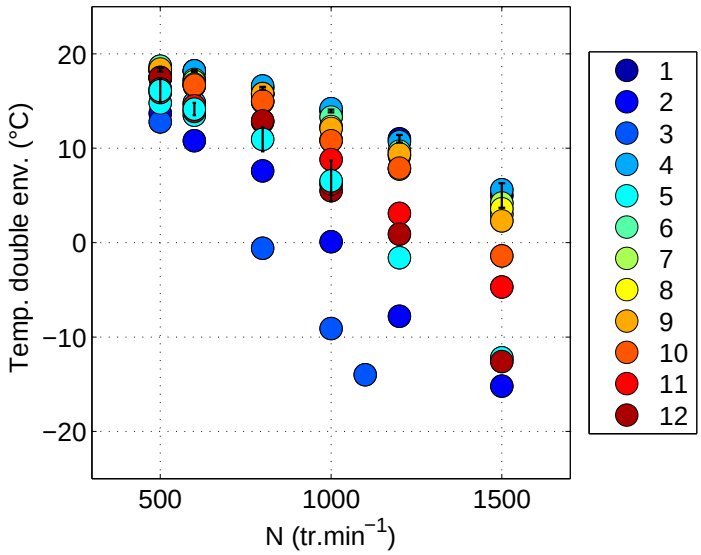

FIGURE III.6 – Températures du liquide de refroidissement de la double enveloppe en fonction de la vitesse d'agitation, pour une température du produit dans le foisonneur maintenue à 20˚C

de l'opération montre que l'installation n'est pas limitée en puissance mécanique, car la consigne de vitesse est toujours respectée quel que soit le produit. Il semblerait donc que la limite de taille observée (7 μm) soit due à une diminution de la viscosité en raison de l'échauffement visqueux.

Dans la suite de l'exposé, nous allons procéder à une analyse dimensionnelle des opérations de foisonnement que nous avons conduites afin de modéliser l'opération, de quantifier la contribution respective de chacun de nos paramètres opératoires appliqués, et ainsi mieux comprendre ce procédé.

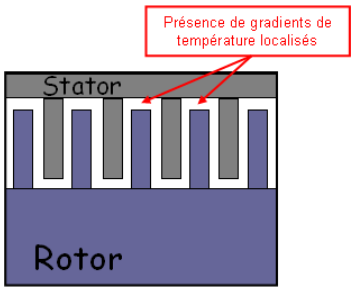

FIGURE III.7 – Schématisation de la tête de foisonnement et visualisation des zones d'échauffement

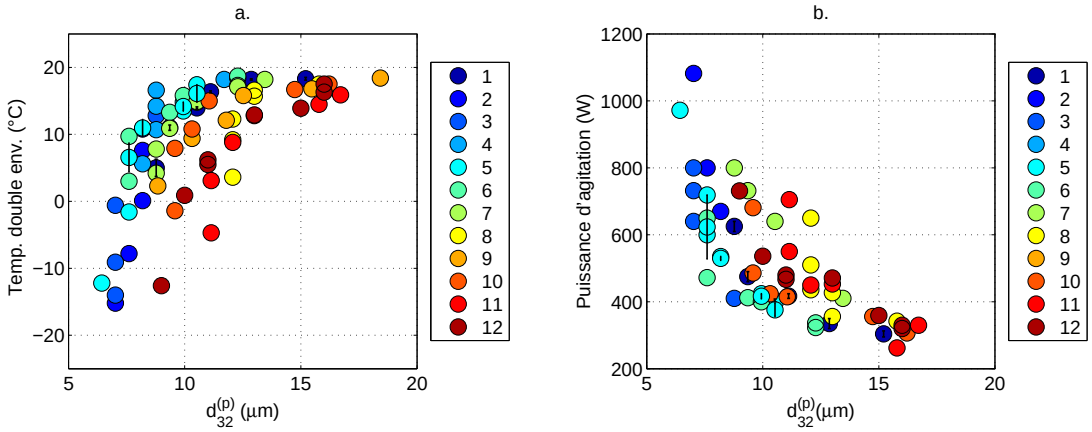

FIGURE III.8 – a. Températures du liquide de refroidissement de la double enveloppe en fonction du diamètre de bulle - b. Puissance d'agitation en fonction du diamètre de bulle

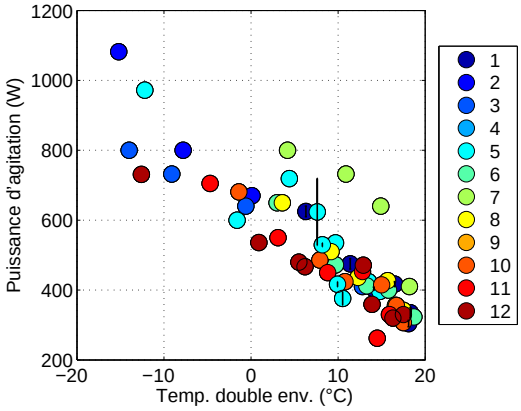

FIGURE III.9 – Puissance d'agitation en fonction de la température de refroidissement enregistrée au niveau de la double enveloppe

III.2 Analyse dimensionnelle : fluides newtoniens

III.2.1 Création de l'espace Π

La première étape de l'analyse dimensionnelle consiste à lister toutes les variables indépendantes que l'on doit considérer pour l'étude de notre problème, à savoir, quelles sont les variables influençant le diamètre moyen des bulles au cours de l'opération de foisonnement. Nous considérons que le foisonnement est réalisé dans des conditions isothermes (les températures d'entrée de liquide et de sortie de mousse ont été régulées à 20°C) et prenons comme variable cible le diamètre des bulles à la pression de fonctionnement $d_{32}^{(p)}$.

Les variations de viscosité dues aux échauffements locaux ne sont pas accessibles à la mesure car très localisées. Par suite, en ce qui concerne l'analyse dimensionnelle, la viscosité à prendre en compte est celle du produit à la température de fonctionnement, celle-ci étant constante du point de vue de la mesure.

Les hypothèses suivantes sont faites :

- La pression n'agit que sur le volume de gaz présent dans la chambre de foisonnement ; nous considèrerons le débit volumique de gaz à la pression de fonctionnement.
- Lors de sa sortie, la détente de la mousse ne déstabilise pas les bulles et le diamètre de ces dernières suit la loi de Mariotte, c'est à dire que le diamètre à pression de fonctionnement peut être recalculé à partir du diamètre mesuré à p_{atm} selon la relation II.3

Ces deux hypothèses se justifient par le fait que l'opération de foisonnement par battage en continu peut être subdivisée en deux sous opérations unitaires liées entre elles : l'opération de foisonnement proprement dite, d'une part, et l'opération de détente subie par la mousse d'autre part. En choisissant comme variable cible le $d_{32}^{(p)}$ et en faisant ces hypothèses, nous axons notre étude sur la compréhension des phénomènes de dispersion gaz-liquide s'opérant dans la tête de mélange.

Dans notre cas de figure, étant donné que nous étudions un système diphasique gaz/liquide pour lequel nous avons une importante différence de densités $\Delta\rho$, l'accélération de la pesanteur g doit être prise en compte.

On assimile le foisonneur à un mélangeur (Fig.III.10), soumis à un champ de pesanteur g, une pression p, et dans lequel se trouve un mobile de diamètre D tournant une vitesse de N révolutions par seconde. En plus des paramètres précédemment listés, on identifie les variables suivantes comme étant susceptibles de gouverner le diamètre des bulles :

- la viscosité η et la masse volumique ρ du fluide subissant l'aération ainsi que le débit Q_L avec lequel il est injecté dans la chambre de foisonnement
- la viscosité η_G et la masse volumique ρ_G du gaz d'aération ainsi que son débit à pression de fonctionnement Q_G

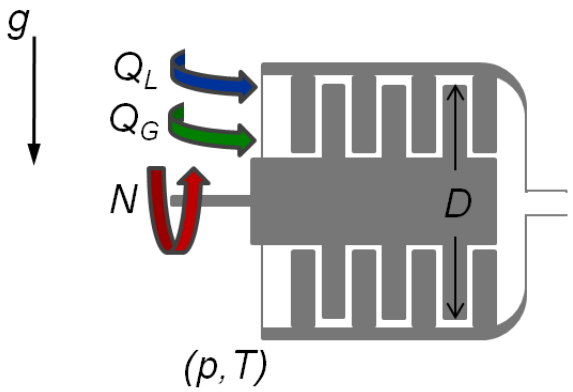

FIGURE III.10 – Représentation schématique d'un foisonneur

- la tension de surface σ entre le gaz et le liquide présents dans la chambre de foisonnement
- les autres paramètres dimensionnant la géométrie du rotor-stator.

La taille des bulles, à pression de foisonnement, est alors considérée comme une fonction f_1 de toutes ces variables opératoires listées précédemment :

$$d_{32}^{(p)} = f_1\left(N, p, Q_L, Q_G, \rho, \eta, \rho_G, \eta_G, \sigma, g, D, \textit{paramètres géométriques}\right) \tag{III.1}$$

Dans le cadre de notre étude, la géométrie du foisonneur et la nature du gaz n'ont pas fait l'objet de variations. Par conséquent, à une constante près, l'expression devient :

$$d_{32}^{(p)} = f_2\left(\rho, N, \sigma, \eta, Q_L, Q_G, p, D, g\right) \tag{III.2}$$

La seconde étape de l'analyse dimensionnelle consiste en une réduction de variables (cf. § I.4). On exprime les dimensions de chaque paramètre en utilisant les dimensions fondamentales [M], [L], [T] (masse, longueur, temps) (Tableau III.1) et on choisit trois variables de référence (dites répétées) qui serviront de base à notre espace II. Le choix des trois variables de référence doit être effectué de telle sorte qu'aucune de leurs combinaisons mutuelles ne puissent former un nombre sans dimension.

Pour notre étude, nous souhaitons quantifier la contribution de chaque paramètre du procédé et du produit. Par conséquent, afin de ne pas générer des ratios Π individualisant les variables d'intérêt, le choix des variables de référence a été le suivant : ρ pour la masse [M], D pour les longueur [L] et g pour le temps [T].

Les variables opératoires restantes forment un ratio Π sans dimension avec au numérateur la variable d'intérêt et au dénominateur les variables de référence élevées à la puissance indiquée dans la matrice ayant subit le changement de base (Tableau III.2).

	Base			Cible	Variables opératoires					
	ρ	D	g	$d_{32}^{(p,T)}$	p	N	Q_G	Q_L	η	σ
M	1	0	0	0	1	0	0	0	1	1
L	-3	1	1	1	-1	0	3	3	-1	0
T	0	0	-2	0	-2	-1	-1	-1	-1	-2

TABLE III.1 – matrice aux dimensions des différentes variables opératoires

	Base			Cible	Variables opératoires					
	ρ	D	g	$d_{32}^{(p,T)}$	p	N	Q_G	Q_L	η	σ
M	1	0	0	0	1	0	0	0	1	1
L	0	1	0	1	1	-0,5	2,5	2,5	1,5	2
T	0	0	1	0	1	0,5	0,5	0,5	0,5	1

TABLE III.2 – matrice aux dimensions après changement de base

La combinaison des ratios Π ainsi trouvés peut alors s'écrire de cette façon :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} = f_3\left(\frac{D^{0,5}N}{g^{0,5}}, \frac{\eta}{\rho D^{1,5}g^{0,5}}, \frac{\sigma}{\rho D^2 g}, \frac{Q_L}{D^{2,5}g^{0,5}}, \frac{Q_G}{D^{2,5}g^{0,5}}, \frac{p}{\rho D g}\right) \tag{III.3}$$

Nous avons vu au chapitre I.4 que la fonction f_3 a la forme d'une somme de produits de monômes, représenté ici par nos six nombres Π. Ainsi, suivant le nombre de termes n que nous fixerons pour la forme de f_3, nous aurons à identifier 7n coefficients (6+1 constante pour chacun des termes). Vu la complexité de la tâche nous faisons l'hypothèse qu'une relation à un seul monôme permet de décrire le phénomène (Lallemand, 2000; Szirtes, 2007; Zlokarnik, 2006), la validation de cette hypothèse étant laissée à l'expérimentation. Le diamètre moyen des bulles, à pression et à température de fonctionnement est alors relié aux différents paramètres opératoires listés par la relation suivante :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} = a_0 \cdot \left(\frac{D^{0,5}N}{g^{0,5}}\right)^{a_1} \cdot \left(\frac{\eta}{\rho D^{1,5}g^{0,5}}\right)^{a_2} \cdot \left(\frac{\sigma}{\rho D^2 g}\right)^{a_3} \cdot \left(\frac{Q_L}{D^{2,5}g^{0,5}}\right)^{a_4} \cdot \left(\frac{Q_G}{D^{2,5}g^{0,5}}\right)^{a_5} \cdot \left(\frac{p}{\rho D g}\right)^{a_6} \tag{III.4}$$

où a_0, a_1, a_2, a_3, a_4, a_5 et a_6 sont des constantes à déterminer.

III.2.2 Traitement des données expérimentales

III.2.2.1 Détermination des paramètres du modèle

La détermination des paramètres du modèle à partir des données expérimentales a été réalisée par régression multiple en utilisant le procédé de décomposition en valeurs singulières (Matlab Version 7.9.0.529, MathWorks, USA). Le caractère significatif des

paramètres est testé par le test du Student ; l'analyse de la variance suit le test F. Pour chaque modélisation, on s'assure que le coefficient de corrélation est suffisamment élevé et que l'analyse de la variance est concluante. On ne détaillera pas ici la théorie statistique de ces différents tests.

L'identification des paramètres $a_0, a_1, a_2, a_3, a_4, a_5$ et a_6 (Eq.III.4) par régression multiple à partir des résultats expérimentaux a aboutit aux valeurs suivantes (Tab.III.3) : $a_0 = 109,52.10^{-6}$; $a_1 = -0,45$; $a_2 = -0,29$; $a_3 = 0,16$; $a_4 = 0,09$; $a_5 = -0,04$ et $a_6 = -0,07$ ($R^2 = 0,89$) (Fig. III.11).

Coefficients	a_0	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6
Valeur	$e^{-9,1194}$	$-0,4544$	$-0,2901$	$0,1582$	$0,0909$	$-0,0408$	$-0,0716$
Variabilité	$1,2097$	$0,0007$	$0,0008$	$0,0177$	$0,0012$	$0,0004$	$0,0011$
Statistiques		$R^2 = 0,89$		$F = 99,35$		$p = 0$	

TABLE III.3 – Statistiques de la régression multiple : valeur des coefficients du modèle III.4, variabilité des coefficients, (R^2) coefficient de corrélation, (F) test d'adéquation à la loi de Fisher, (p) probabilité de commettre une erreur de première espèce

Au regard du tableau III.3, on constate que les coefficients des exposants du modèle adimensionnel identifiés à partir de nos valeurs expérimentales par régression multiple sont fiables. De plus, on constate que l'hypothèse de la forme monômiale pour l'équation III.4 est suffisante. De même, la figure III.11 montre que le modèle adimensionnel III.4 permet de représenter la plupart des points expérimentaux avec une erreur inférieure à 10%.

Ces données révèlent que la vitesse du rotor, la viscosité et la tension de surface sont les paramètres qui ont le plus d'influence sur le diamètre des bulles (coefficients respectivement égaux à -0,45 -0,29 et 0,16) tandis que la valeur des débits et de la pression de fonctionnement semblent n'avoir qu'un effet secondaire sur la taille des bulles (coefficients inférieurs à 0,1 en valeur absolue), ce qui peut s'interpréter comme un faible impact de la fraction volumique de gaz dans la tête de mélange et confirme des résultats précédents (Balerin et al., 2007). De plus, ceci semble valider l'hypothèse faite sur la détente de la mousse au cours de sa sortie du foisonneur. Les valeurs numériques des coefficients montrent que, pour des conditions données, les petits diamètres de bulles sont atteints pour des vitesses de rotation élevées, des viscosités élevées et des tensions de surface faibles. Là encore, ceci semble cohérent avec les travaux de la littérature réalisés sur des produits newtoniens (Balerin et al., 2007). Enfin, on notera que la relation de procédé établie avec une viscosité à 20 °C suffit à modéliser l'opération.

Ainsi, au vu des valeurs des coefficients de notre modèle, une simplification du modèle peut être proposée, en négligeant l'effet des débits et de la pression devant celui de la vitesse, de la viscosité et de la tension de surface. L'espace II se voit alors simplifié

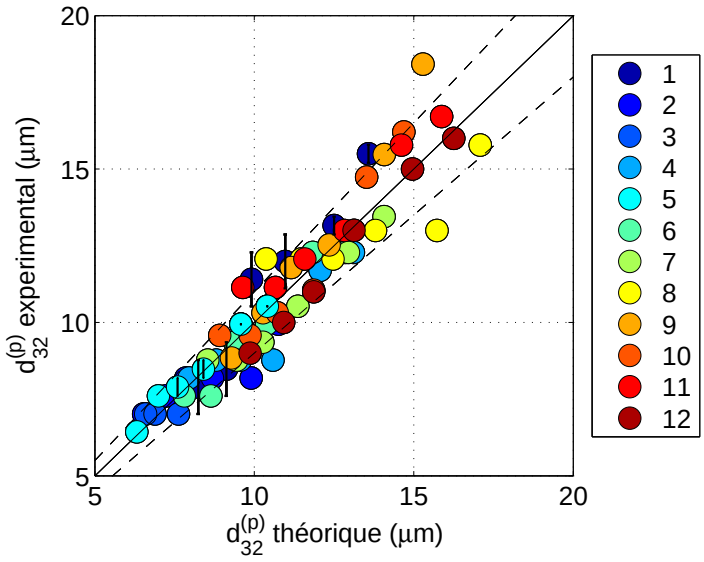

FIGURE III.11 – Diamètres de bulles expérimentaux obtenus par rapport aux diamètres de bulles prédit en utilisant l'équation III.4 (la ligne continue se réfère à y = x ; les pointillés se réfèrent à ± 10 % d'erreurs relatives) - Les numéros de la légende font référence au Tab.II.6

comme suit :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} = b_0 \cdot \left(\frac{D^{0,5}N}{g^{0,5}}\right)^{b_1} \cdot \left(\frac{\eta}{\rho D^{1,5} g^{0,5}}\right)^{b_2} \cdot \left(\frac{\sigma}{\rho D^2 g}\right)^{b_3} \tag{III.5}$$

Une identification des paramètres b_0, b_1, b_2 et b_3 (Eq.III.5) à partir des résultats expérimentaux aboutit aux valeurs suivantes (cf.Tab.III.4) : $b_0 = 503,33.10^{-6}$; $b_1 = -0,46$; $b_2 = -0,35$ et $b_3 = 0,40$ ($R^2 = 0,80$) (Fig.III.12).

Coefficients	b_0	b_1	b_2	b_3
Valeur	$e^{-7,5943}$	$-0,4594$	$-0,3520$	$0,4063$
Variabilité	$1,7461$	$0,0012$	$0,0013$	$0,0284$
Statistiques		$R^2 = 0,80$	$F = 102,62$	$p = 0$

TABLE III.4 – Statistiques de la régression multiple : valeur des coefficients du modèle III.5, variabilité des coefficients, (R^2) coefficient de corrélation, (F) test d'adéquation à la loi de Fisher, (p) probabilité de commettre une erreur de première espèce

Cette approximation de notre modèle initial affecte raisonnablement la valeur du coefficient de régression qui passe d'une valeur de 0,89 à une valeur de 0,80. De même, la figure III.12 montre que ce modèle simplifié est moins performant que le modèle global III.4, mais qu'il permet néanmoins de représenter correctement les résultats expérimentaux, confirmant donc l'influence majeur de la vitesse, de la viscosité et de la valeur de

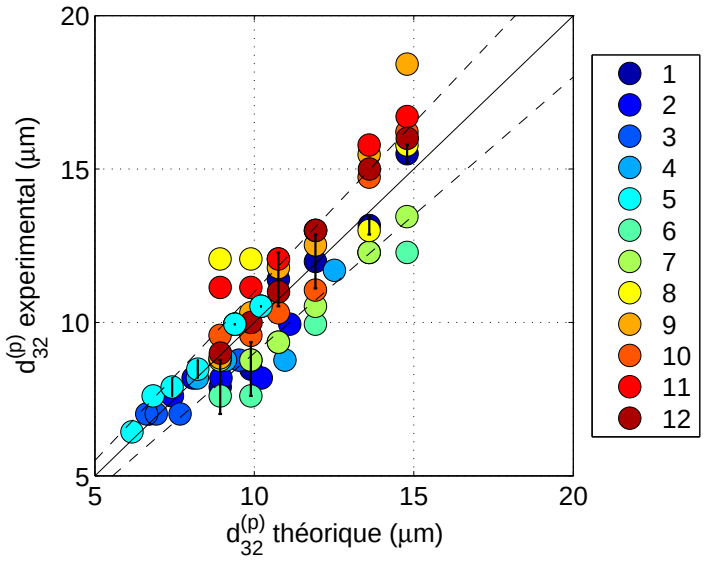

FIGURE III.12 – Diamètres de bulles expérimentaux obtenus par rapport aux diamètres de bulles prédit en utilisant l'équation III.5 (la ligne continue se réfère à y = x ; les pointillés se réfèrent à ± 10 % d'erreurs relatives) - Les numéros de la légende font référence au Tab.II.6

la tension de surface.

En procédant à la recombinaison des trois ratios Π relatifs à la vitesse du rotor, la viscosité et la tension de surface, il est possible de faire apparaitre un nombre capillaire afin de rendre compte du rapport entre les forces visqueuses et les forces de tension superficielles (cf. § I.1.4) :

$$\left(\frac{D^{0,5}N}{g^{0,5}}\right)\cdot\left(\frac{\eta}{\rho D^{1,5}g^{0,5}}\right)\cdot\left(\frac{\sigma}{\rho D^2 g}\right)^{-1}=\frac{\eta N D}{\sigma} \tag{III.6}$$

En tenant compte de la recombinaison précédente, la relation III.5 peut alors se réécrire :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D}=c_0\cdot\left(\frac{\eta N D}{\sigma}\right)^{c_1}\cdot\left(\frac{\eta}{\rho D^{1,5}g^{0,5}}\right)^{c_2}\cdot\left(\frac{\sigma}{\rho D^2 g}\right)^{c_3} \tag{III.7}$$

Une identification des paramètres c_0, c_1, c_2 et c_3 (Eq.III.7) à partir des résultats expérimentaux aboutit aux valeurs suivantes (cf. Tab.III.5) : $c_0 = 503,33.10^{-6}$; $c_1 = -0,46$; $c_2 = 0,11$ et $c_3 = -0,05$ ($R^2 = 0,80$) (Fig.III.13).

A la vu des valeurs identifiées pour les coefficients c_1, c_2 et c_3, le nombre capillaire définit précédemment (Eq.III.6) peut suffire à décrire la relation de procédé (valeurs de c_2 et c_3 inférieures à 0,1 en valeur absolue) ; il simplifie la représentation des résultats

Coefficients	c_0	c_1	c_2	c_3
Valeur	$e^{-7,5943}$	$-0,4594$	$0,1074$	$-0,0531$
Variabilité	$1,7461$	0.0012	$0,0023$	$0,0292$
Statistiques		$R^2 = 0,80$	$F = 102,62$	$p = 0$

TABLE III.5 – Statistiques de la régression multiple : valeur des coefficients du modèle III.7, variabilité des coefficients, (R^2) coefficient de corrélation, (F) test d'adéquation à la loi de Fisher, (p) probabilité de commettre une erreur de première espèce

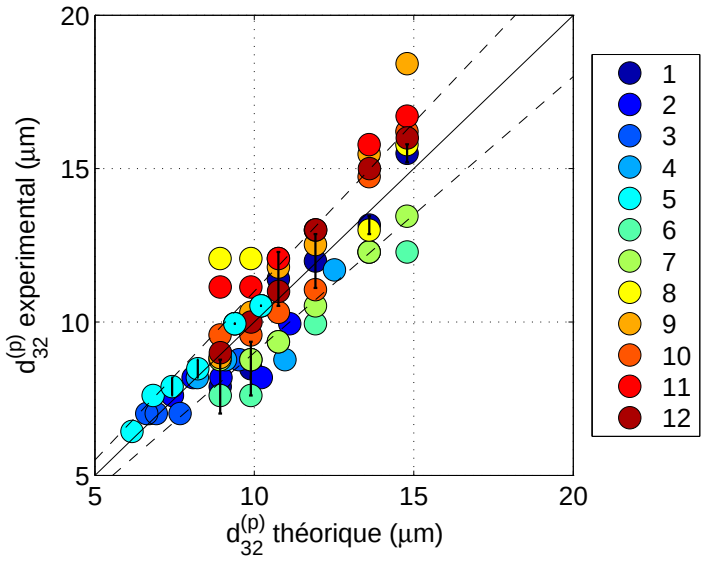

FIGURE III.13 – Diamètres de bulles expérimentaux obtenus par rapport aux diamètres de bulles prédit par l'équation III.7 (la ligne continue se réfère à y = x ; les pointillés se réfèrent à ± 10 % d'erreurs relatives) - Les numéros de la légende font référence au Tab.II.6

expérimentaux en apportant de la compréhension. Ce ratio utilisant le diamètre du rotor comme longueur caractéristique, il s'agit d'un nombre capillaire (Ca) défini à l'échelle du procédé. Sur la Figure III.14, on constate que la loi d'évolution du diamètre des bulles est gouvernée principalement par ce ratio. Elle donne une valeur prédictive tout à fait acceptable ($R^2 = 0,78$), mais toutefois moins bonne que le modèle d'origine (Fig.III.11) ; elle peut s'écrire :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} = 371,63.10^{-6} \left(\frac{\eta N D}{\sigma}\right)^{-0,4} \tag{III.8}$$

Par ailleurs, il est remarquable de noter que la relation de modélisation de l'opération de foisonnement (Eq.III.7) obtenue par analyse dimensionnelle est très proche de celle

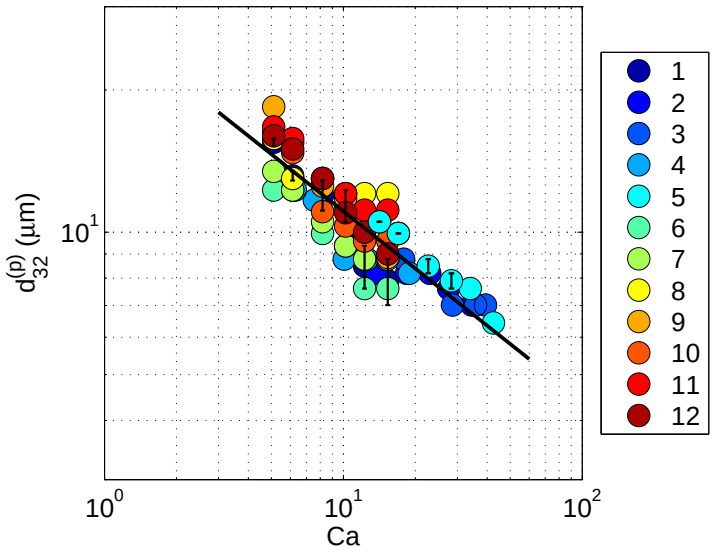

FIGURE III.14 – Diamètre des bulles en fonction du nombre capillaire (Ca) de procédé (III.6). Droite de régression $y = -0,4\ x + 3,33$ ($R^2 = 0,78$)

proposée par Thakur et al. (2005) bien que leur démarche soit différente :

$$\frac{d_{32}}{D} = 0,0125 \cdot \left(\frac{\eta_{app} N D}{\sigma}\right)^{-0,5} \tag{III.9}$$

Ces travaux ont été réalisés sur des produits (émulsions laitières) et un équipement (colonne de foisonnement de 40 mm de long et de 35 mm de diamètre) très différents de ceux utilisés dans la présente étude. Ceci semble illustrer la pertinence de cet espace adimensionné dans son aptitude à décrire le comportement de différents systèmes expérimentaux et semble renforcer la robustesse de la modélisation de l'opération de foisonnement à laquelle nous avons abouti.

III.2.2.2 Utilisation du modèle

Utilisons à présent ce modèle pour analyser des données expérimentales antérieures, obtenues par Balerin et al. (2007) à partir du même pilote et sur des produits newtoniens similaires (mélange de sirop de glucose et d'un isolat de protéines laitières). Lors de ces essais, la viscosité du sirop de glucose a varié de 0,4 à 12 $Pa.s$, la pression de 5 à 7 bars, les débits de produit liquide de 20 à 40 $kg.h^{-1}$ et la vitesse d'agitation de 50 à 500 $tr.min^{-1}$; le taux d'incorporation de gaz a été fixé à 50% en volume (à pression atmosphérique) et la valeur de la tension de surface était 45 $mN.m^{-1}$.

En traçant dans notre espace II réduit, les données brutes recueillies (Fig.III.15), on constate que les évolutions de tailles de bulles mesurées présentent des droites de régression quasi identiques : pente de -0,36 pour les données de Balerin et al. (2007), et pente

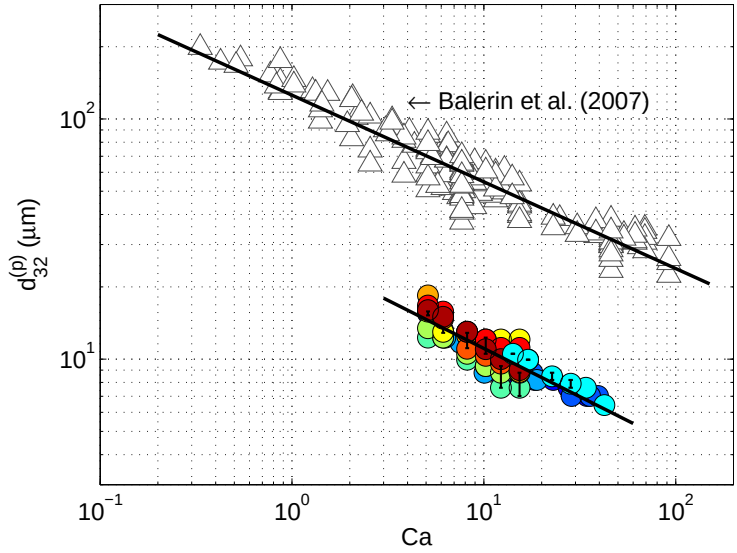

FIGURE III.15 – Diamètres de bulles expérimentaux obtenus en fonction du nombre Ca (Eq.III.6) - Comparaison avec les résultats de Balerin et al. (2007) -Les droites représentent les droites de régression obtenues pour chaque série de données expérimentales

de -0,40 dans le cas de nos essais. Lors des essais de Balerin et al. (2007), la détermination du diamètre a été effectuée selon une méthodologie différente de la nôtre, ce qui explique que les valeurs des diamètres obtenus soient supérieurs aux nôtres. Celle-ci a en effet été réalisée via une mesure optique en ligne qui surestime la valeur des diamètres et qui se trouve être moins précise, mais plus rapide que la méthode microscopique que nous employons ici (Balerin, 2005). L'écart de taille de bulles constaté est lié à la technique de mesure en ligne. Il ne s'agit pas d'une différence liée au taux d'incorporation utilisé (40% lors de nos essais contre 50% lors des essais de Balerin et al. (2007)) : nous avons en effet montré précédemment que ce dernier semble avoir un impact modéré sur l'opération de foisonnement.

Ainsi le modèle auquel nous avons abouti permet de décrire l'évolution de la taille des bulles obtenues en fonction des paramètres procédés que l'on applique à un produit newtonien, en proposant une représentation simplifiée et en apportant une compréhension des phénomènes en présence. A présent, si l'on souhaite décrire le comportement de produits non newtoniens, il se pose la question de savoir quel critère rhéologique doit remplacer le terme de viscosité qui apparait dans notre modèle. Dans la littérature, il est commun d'avoir recours à une méthode expérimentale qui définit une viscosité de procédé à partir d'une mesure de la puissance d'agitation du produit considéré au sein de l'équipement utilisé. Cependant cette méthode, dite de Metzner & Otto (1957), implique un certain nombre d'hypothèses qui sont rarement évoquées. Pour faire la lumière sur les modalités d'utilisation de cette démarche, il convient de revenir sur les fondements théoriques de cette méthode basée sur une analogie de Couette.

III.3 Analyse critique de la méthode de Metzner et Otto

III.3.1 Le rhéomètre de Couette

Toute méthode rhéologique implique la mesure simultanée de trois grandeurs physiques : une force, une vitesse et une température. La dernière quantité sert essentiellement à s'assurer que le matériau reste dans les conditions isothermes pendant la mesure. De la première, on dérive la contrainte associée à l'écoulement et, de la seconde, on dérive la vitesse de déformation. C'est le rapport entre la contrainte et la vitesse de déformation qui fournit une propriété rhéologique, par exemple une valeur de viscosité. Le calcul de la contrainte et de la vitesse de déformation nécessitent la validité d'un certain nombre d'hypothèses :

- le fluide est isotherme, incompressible et ses propriétés sont indépendantes du temps
- il n'y a pas de glissements aux parois
- il n'y a pas d'effets de bords (la taille de l'entrefer est négligeable devant la hauteur des cylindres dans le cas du rhéomètre de Couette)
- l'écoulement est laminaire, stationnaire et bi-dimensionnel
- la vitesse locale d'écoulement est uniquement fonction du rayon, elle n'a ni composante radiale, ni composante axiale et les lignes de flux sont donc parfaitement circulaires

Le rhéomètre à cylindres coaxiaux, appelée communément rhéomètre de Couette (Fig. III.16), permet d'établir un écoulement de cisaillement simple, par entraînement du fluide dû à la rotation de l'un des deux cylindres. Dans la plupart des cas, le cylindre central est le rotor et la mesure consiste à enregistrer le couple de torsion C résistif sur l'axe du rotor (en $N.m$) à vitesse de rotation Ω stabilisée (en $rad.s^{-1}$). Afin d'obtenir un écoulement de cisaillement stationnaire simple, il convient que l'entrefer défini comme la différence entre le rayon du cylindre extérieur R_e et le rayon du cylindre intérieur R_i soit très petit (c'est-à-dire $(R_e - R_i)/R_e << 1$), de sorte que la vitesse de déformation puisse être considérée comme uniforme.

La contrainte de cisaillement τ à la surface du rotor de rayon R_i se calcule à partir du couple de torsion C :

$$\tau_i = \frac{C}{2\pi {R_i}^2 h} \tag{III.10}$$

où h est la hauteur du cylindre et $\dot{\gamma}_i$ la vitesse de cisaillement à la surface du rotor qui se calcule à partir de la vitesse de rotation Ω :

$$\dot{\gamma}_i = \frac{\Omega}{\ln \frac{R_e}{R_i}} \left[1 - ln \frac{R_e}{R_i} \frac{\mathrm{d} \ln \Omega}{\mathrm{d} \ln \tau_i} \right] \tag{III.11}$$

Pour un fluide newtonien, cette relation devient :

$$\dot{\gamma}_i = \frac{2\Omega {R_e}^2}{{R_e}^2 - {R_i}^2} \tag{III.12}$$

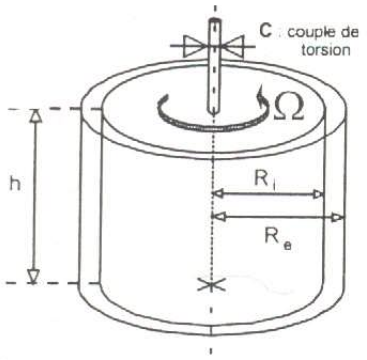

FIGURE III.16 – Représentation schématique d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux

et pour un fluide rhéofluidifiant en loi de puissance la relation III.11 s'écrit

$$\dot{\gamma}_i = \frac{2\Omega}{n\left[1-\left(\frac{R_e}{R_i}\right)^{\frac{-2}{n}}\right]} \tag{III.13}$$

où n est l'indice d'écoulement de la loi d'Ostwald.

III.3.2 Mesures systémiques

Dans l'opération de mélange en cuve, la méthode dite de Metzner & Otto (1957) postule que le rapport de la contrainte à la vitesse de déformation, et par conséquent la viscosité du fluide mélangé, peut être directement obtenue à partir de la mesure du couple et de la vitesse de rotation du mobile, comme dans un rhéomètre de Couette. La cuve de mélange est ainsi assimilée à un rhéomètre de Couette pour lequel les relations III.10 et III.11 sont applicables (Ait-Kadi et al., 2002; Choplin, 2007). Le rayon extérieur et la hauteur du Couette virtuel sont ceux de la cuve, quant au rayon intérieur de la cuve, il doit être déterminé pour identifier l'entrefer du Couette équivalent.

Pour un fluide d'Ostwald, dans cette géométrie virtuelle, la résolution des équations de conservation conduit à :

$$R_i = \frac{R_e}{\left(1+\frac{4\pi N}{n}\left(\frac{2\pi k h {R_e}^2}{C}\right)^{1/n}\right)^{n/2}} \tag{III.14}$$

où n et k sont respectivement les indices d'écoulement et de consistance de la loi d'Ostwald. Selon l'indice d'écoulement n du fluide considéré, la vitesse de déformation en cisaillement ne sera pas la même suivant la position radiale r dans l'entrefer. En effet, selon la vitesse N (en $tr.s^{-1}$) on a :

$$\tau(r) = \frac{C}{2\pi h r^2} \quad et \quad \dot{\gamma}(r) = \frac{N\frac{4\pi}{n}\left(\frac{R_i}{r}\right)^{2/n}}{\left(1-\left(\frac{R_i}{R_e}\right)^{2/n}\right)} \tag{III.15}$$

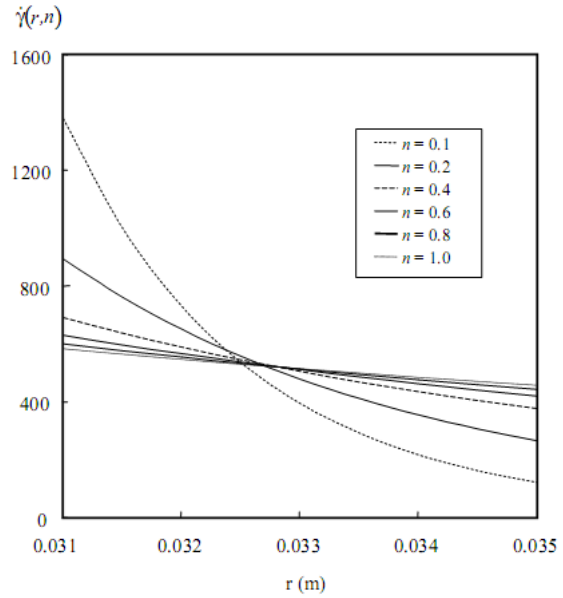

FIGURE III.17 – Exemple d'évolution radiale de la vitesse de déformation en cisaillement dans un entrefer de Couette en fonction de l'indice d'écoulement n (Thakur et al., 2004)

L'analyse de cette dernière équation montre qu'il existe une position radiale r^* ($R_i < r^* < R_e$) particulière pour laquelle la vitesse de cisaillement est indépendante de n (Choplin, 2007) (Fig.III.17) ; cette valeur r^* peut donc être calculée pour le cas particulier où $n = 1$.

Dans la méthode décrite par Metzner & Otto (1957), le rayon intérieur de l'analogue Couette se détermine via des mesures de couple et de vitesse de rotation effectuées sur des produits newtoniens de viscosité connue. Pour un équipement donné, une valeur de vitesse de déformation en cisaillement $\dot{\gamma}_{\text{MO}}$ est alors simplement définie en fonction de la vitesse de rotation N de l'agitateur :

$$\dot{\gamma}_{\text{MO}} = \dot{\gamma}(r^*) = K_{\text{MO}} N \tag{III.16}$$

où K_{MO} est supposée être une constante caractéristique d'une géométrie et indépendante du produit considéré. Ainsi, par la mesure du couple et de la vitesse de rotation on accède à un terme de viscosité équivalente à partir de cette vitesse de déformation caractéristique :

$$\eta_{\text{MO}} = \frac{\tau(r^*)}{\dot{\gamma}(r^*)} = \frac{C}{2\pi h r^{*2} K_{\text{MO}} N} \tag{III.17}$$

Cependant on notera que le rayon intérieur du Couette équivalent utilisé dans la méthode de Metzner & Otto (1957) est défini à partir de produits newtoniens pour une

vitesse d'agitation considérée. L'expression du rayon intérieur du Couette équivalent dépend de la vitesse d'agitation considérée (Eq.III.14), ce qui implique que la constante K_{MO} est une fonction de la vitesse d'agitation N. Par conséquent, pour les produits et la géométrie considérée, il y existe une corrélation $\dot{\gamma}_{\text{MO}} = K_{\text{MO}}N$ différente pour chaque vitesse d'agitation. Ces multiples corrélations pouvant varier de manière plus ou moins importante selon la nature des produits testés.

III.3.3 Opération de mélange en cuve

Dans le domaine de l'agitation-mélange les courbes $C = f(N)$ d'un équipement donné sont classiquement visualisées dans un espace sans dimension afin d'établir une expression qui, quelle que soit l'échelle considérée, relie la puissance d'agitation au régime d'écoulement. Cette représentation permet de définir un terme de viscosité et un terme de vitesse de déformation par référence à un fluide newtonien, en s'affranchissant des relations précédentes (Eq.III.15, III.16, III.17).

Lorsque l'on considère une cuve de mélange de diamètre L, dans lequel un fluide newtonien de viscosité η et de masse volumique ρ est agité par un mobile de diamètre d tournant une vitesse de N révolutions par seconde et soumis à un champ de pesanteur g, on définit la relation suivante :

$$P = f(\eta, \rho, d, L, N, g, dimensions\ géométriques) \tag{III.18}$$

où P est la puissance d'agitation, c'est-à-dire l'énergie mécanique fournie au liquide par unité de temps. En opérant une analyse dimensionnelle, cette expression est alors réduite comme suit :

$$\begin{aligned} \frac{P}{\rho N^3 d^5} &= f(\frac{\rho N d^2}{\eta}, \frac{N^2 d}{g}, géométrie) \\ Ne &= f(Re, Fr, ratios\ géométrie) \end{aligned} \tag{III.19}$$

avec Ne, nombre de Newton, rapport entre la puissance apportée au système et les effets d'inertie, Re, nombre de Reynolds, rapport entre les effets d'inertie et les effets de la viscosité, et Fr, nombre de Froude, rapport entre les effets d'inertie et ceux de la pesanteur ; la géométrie de l'équipement est prise en compte par des rapports de grandeurs géométriques caractéristiques. Dans la pratique, le nombre de Froude n'intervient pas lors de l'utilisation de fluides monophasiques et de chicanes empêchant la formation de vortex. Par conséquent, pour une cuve standard c'est à dire dont les ratio géométriques sont préalablement définis, des mesures de puissance mécanique (couple sur l'axe du rotor ou consommation électrique du moteur) selon les différentes vitesses d'agitation permettent de tracer une courbe caractéristique de la forme (Fig.III.18) :

$$Ne = ARe^x \tag{III.20}$$

où A est une constante et où l'on identifie, pour une géométrie et un produit donnés, trois régions :

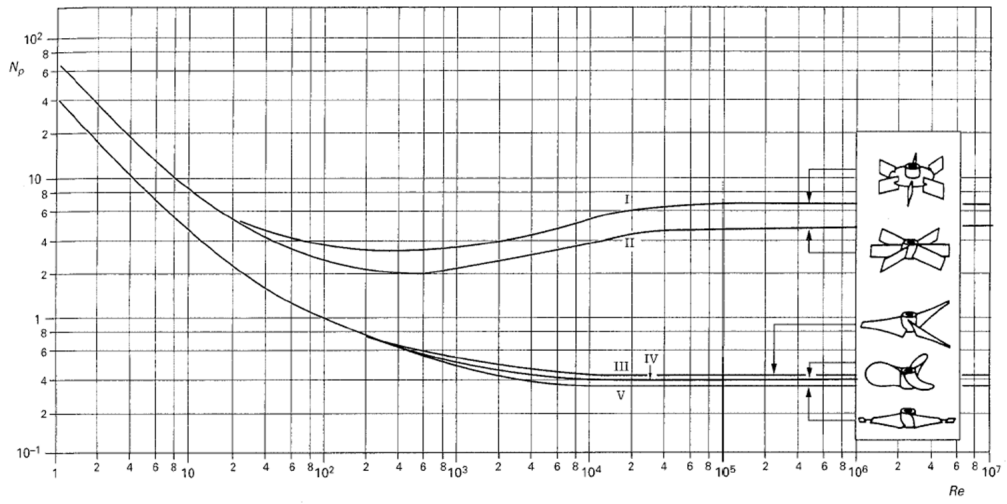

FIGURE III.18 – illustration de courbes de puissance d'agitation pour des cuves de différentes dimensions (I, II, III, IV, V) et pour différents mobiles

- Une région pour laquelle on a $Ne = ARe$ où le régime est laminaire
- Une région de transition pour laquelle $Ne = ARe^x$
- Une région où $Ne = cte$ correspondant au domaine turbulent

Dans cet espace sans dimension, les différente étapes de la démarche Metzner-Otto s'énumèrent de la manière suivante :

1. Mesure de C et de N sur des produits newtoniens monophasiques de viscosité connue
2. Réalisation de la courbe $Ne = f(Re)$ caractéristique de l'équipement
3. Mesure de C et de N sur le produit d'intérêt non newtonien
4. Lecture du couple C pour une valeur particulière de N située dans la région laminaire et calcul du Ne correspondant
5. Obtention du Re correspondant à partir de la courbe $Ne = f(Re)$ réalisée à l'étape 2
6. Extraction de la valeur de la viscosité apparente de procédé η_{MO} à partir de la valeur du Re obtenue à l'étape précédente
7. Déduction de la valeur du $\dot{\gamma}_{\text{MO}}$ caractéristique à partir de la courbe d'écoulement du produit d'intérêt par assimilation de η_{MO} à une viscosité apparente.

Ainsi, pour un équipement donné, en régime permanent et laminaire, la méthode de Metzner-Otto permet, après calibration avec des fluides newtoniens, de déterminer une viscosité apparente caractéristique d'un procédé η_{MO} et une vitesse de déformation caractéristique du procédé $\dot{\gamma}_{\text{MO}}$. Cependant il faut garder à l'esprit que la viscosité n'est pas homogène dans l'équipement, en raison du champ de vitesse de déformation non

uniforme dans le réacteur et que par conséquent, cette viscosité $\eta_{\text{MO}}(N)$ représente celle qu'aurait un fluide newtonien qui, agité à la même vitesse, demanderait la même puissance.

On remarque que la méthode de Metzner et Otto a été appliquée depuis des décennies, bien que la vitesse de déformation effective $\dot{\gamma}_{\text{MO}}$ ainsi définie dépende de la géométrie de l'agitateur et du comportement rhéologique du fluide considéré. Bien que l'utilité de ce concept ait été mise en doute par certaines études expérimentales (Böhme & Stenger, 1988), le fait que la remise en cause de cette méthode n'ait pas forcément été prise en considération s'explique peut-être par le fait que dans de nombreuses études elle suffit à établir des corrélations satisfaisantes entre les caractéristiques de puissance effectuées sur des fluides newtoniens et celles effectuées sur des fluides non-newtoniens. Toutefois, il est clair que de telles corrélations ne sont pas fondées sur des relations analytiques ou des études théoriques. Ce concept postule l'existence d'une corrélation entre la relation $Ne = f(Re)$ d'un fluide newtonien et celle d'un fluide non-newtonien, ce qui n'a a priori aucune raison d'être. En effet, pour un produit non-newtonien, la constante K_{MO} est elle même dépendante de la vitesse d'agitation considérée (cf. Eq.III.14, III.15). Par suite, la relation est entièrement liée à une cuve précise, donc les changements de géométrie, d'échelle ou de de produit ne sont pas prédictibles : il faut refaire les mesures pour chaque installation, et chaque produit.

L'analyse dimensionnelle apparait donc ici beaucoup plus puissante. Mais son développement aux cas des fluides non newtoniens, ou plus généralement aux fluides dont les propriétés ne sont pas constantes au cours de l'opération, est restée très confidentielle. Ceci a motivé notre volonté d'utiliser une méthode compatible avec l'analyse dimensionnelle, qui permette de quantifier les propriétés rhéologiques des produits au cours du procédé sans pour autant avoir recours aux considérations de la démarche de Metzner et Otto.

III.4 Analyse dimensionnelle : fluides non-newtoniens

Dans le cas de fluides non-newtoniens, il y a variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ considérée. Pour ce genre de fluides, au sein du foisonneur, la viscosité sera fonction de la vitesse d'agitation N appliquée au cours du procédé. De plus, l'hétérogénéité des champs de déformations en cisaillement régnant dans la tête de mélange fait que pour une vitesse d'agitation donnée, la viscosité apparente ne sera pas la même selon la région considérée dans la tête de mélange.

Or l'établissement de relations de similitudes nécessite la prise en compte de propriétés physiques restant constantes quelles que soient les conditions de procédé considérées, ce qui n'est pas le cas des fluides non-newtoniens. La question se pose alors de savoir comment décrire l'évolution des propriétés rhéologiques d'un produit au cours du procédé de foisonnement.

Nous avons vu que la méthode de Metzner & Otto (1957) comportait des limites dans le sens où elle postule une relation de procédé identique quel que soit le comportement rhéologique (newtonien ou non-newtonien) du produit utilisé. Or, les propriétés non newtoniennes d'un produit n'appartiennent pas au même espace Π que celui établi par Metzner & Otto (1957) avec des fluides newtoniens (Pawlowski, 2005). Par conséquent, pour pouvoir rendre compte du comportement de produits non-newtoniens nous devons élargir l'espace Π, validé précédemment avec des fluides newtoniens, pour qu'il intègre de nouvelles variables susceptibles de décrire l'évolution des propriétés des produits au cours du procédé.

III.4.1 Essais réalisés avec le xanthane

Nous avons réalisé des essais de foisonnement en prenant l'un de nos fluides modèles (mélange de sirop de glucose à 0,9 $Pa.s$ et de prolacta à 1%) que nous avons épaissi en y intégrant 0,05 % de gomme de xanthane. Sur la figure III.19, en modélisant la rhéologie du mélange par une loi de Cross-Ellis de la forme :

$$\eta = \eta_\infty \cdot \left(1 + k\dot{\gamma}^{(1-n)}\right) \tag{III.21}$$

où $k = 1,97$, $n = 1,41$ et $\eta_\infty = 0,82$, on constate qu'à partir d'une certaine valeur de vitesse de cisaillement (aux alentours de 1000 s^{-1}), on voit apparaitre un plateau newtonien situé à une valeur approximative de 0,9 $Pa.s$. Les solutions de xanthane, du fait de la rigidité du polymère et de sa capacité à s'orienter dans le champ de cisaillement avec de longs temps de relaxation, ont la particularité de présenter un comportement montrant un régime newtonien expérimentalement atteignable à haute vitesse de cisaillement.

Sur la figure III.20 lorsque que l'on compare, toutes choses égales par ailleurs, les essais de foisonnement avec et sans gomme de xanthane, on constate que les tailles de bulles obtenues sont quasi identique. Les deux fluides, malgré leurs propriétés rhéologiques différentes ont des comportements similaires au cours du foisonnement. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que malgré les champs de déformations complexes pouvant régner dans la tête de mélange au cours de l'opération de foisonnement, seules les

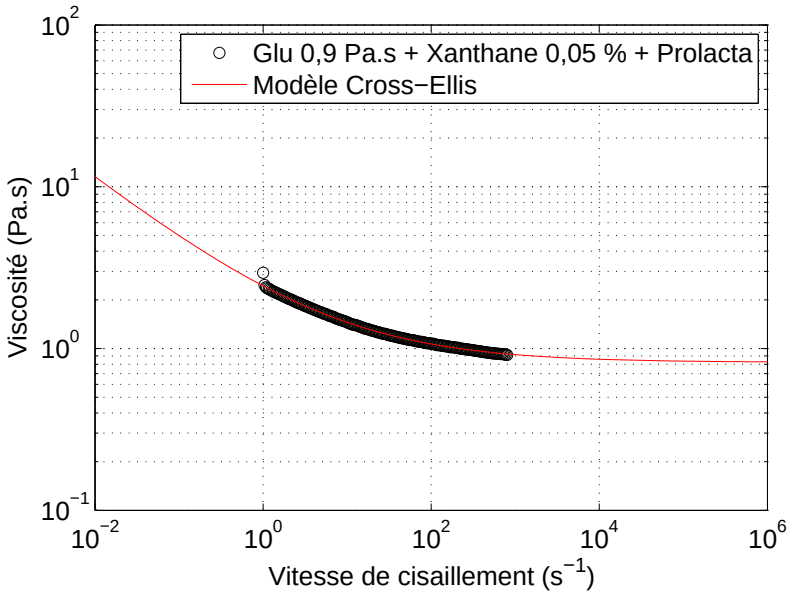

FIGURE III.19 – Courbe d'écoulement d'un mélange sirop de glucose à 0,9 $Pa.s$, prolacta 1% et gomme de xanthane à 0,05 %

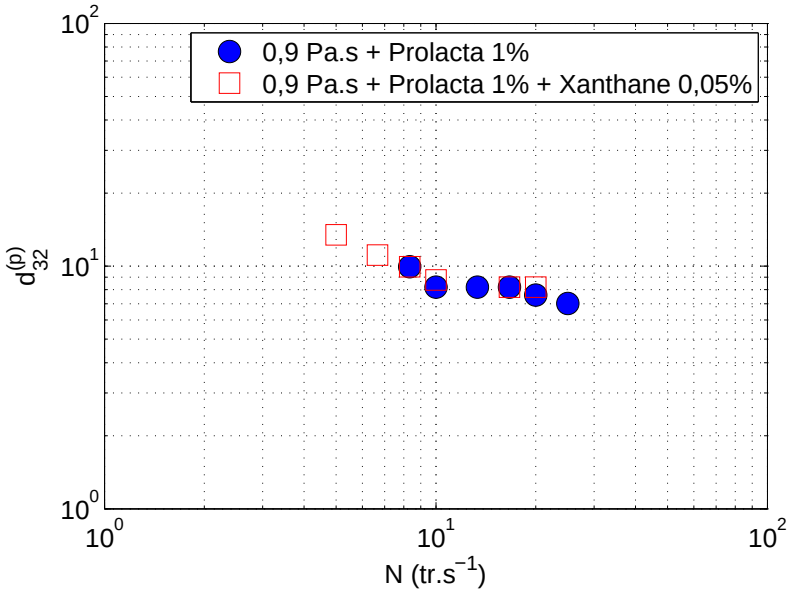

FIGURE III.20 – Diamètres de bulles expérimentaux en fonction de la vitesse d'agitation obtenus pour le fluide modèle de 0,9 $Pa.s$ et pour son homologue épaissit avec 0,05 % de xanthane

zones où le gradient de vitesse de déformation en cisaillements est élevé ($> 1000\ s^{-1}$) ont un effet sur la taille des bulles. Ainsi, en dépit du caractère rhéofluidifiant de notre fluide testé il apparait que l'espace Π que nous avons établi au chapitre précédent à l'aide de nos produits modèles newtoniens puisse être utilisé avec la viscosité η_∞ de la solution intégrant de la gomme de xanthane. On peut penser que ce qui est observé ici est généralisable au cas de tous les produits rhéofluidifiants pour lesquels le plateau newtonien η_∞ est atteint dans un domaine de vitesse de cisaillement correspondant aux conditions de cisaillement dans la zone efficace du foisonneur.

III.4.2 Essais réalisés avec le guar

Des essais de foisonnement ont été conduit avec les solutions de guar à 1% et 3% comme indiqué dans le tableau II.7. Les répétitions ont portées sur la plupart des vitesses d'agitation mais ont été réalisées sur les produits issus du même lot.

Le comportement rhéologique des solutions de guar est modélisé à partir des courbes d'écoulement (Fig.III.21) par une loi d'Ostwald pour les vitesses de cisaillement supérieures à $100\ s^{-1}$:

$$\eta_{app} = k \cdot \dot{\gamma}^{n-1} \tag{III.22}$$

Les paramètres de consistance k (en $Pa.s^n$) et les indices d'écoulement n obtenus pour les différentes concentrations de guar figurent dans le tableau III.6. Dans le cas des solutions de guar, aucune tendance vers le comportement newtonien η_∞ n'est observée dans le domaine de vitesse de cisaillement étudié. Les chaînes de galactomannes comme le guar sont très flexibles (conformation en pelote statistique) avec des temps de relaxation beaucoup plus courts que ceux du xanthane.

Concentration en guar (%p/p)	k ($Pa.s^n$)	n
1	13,7	0,25
3	528,1	0,11

TABLE III.6 – Consistance et indice d'écoulement des solutions de guar testées

La figure III.22 représente l'évolution des diamètres moyens obtenus pour chacun des produits newtoniens et chacune des solutions de guar testées, en fonction de la vitesse de rotation appliquée. On constate que la taille des bulles décroit quand la vitesse d'agitation augmente et que les diamètre de bulles obtenus avec les solutions de guar sont largement supérieurs à ceux obtenus avec les produits newtoniens. Ceci est probablement dû au fort caractère rhéofluidifiant de nos solutions de guar et à l'importante contribution du critère de viscosité sur la taille des bulles au cours de l'opération de foisonnement (cf. § III.2.2.1).

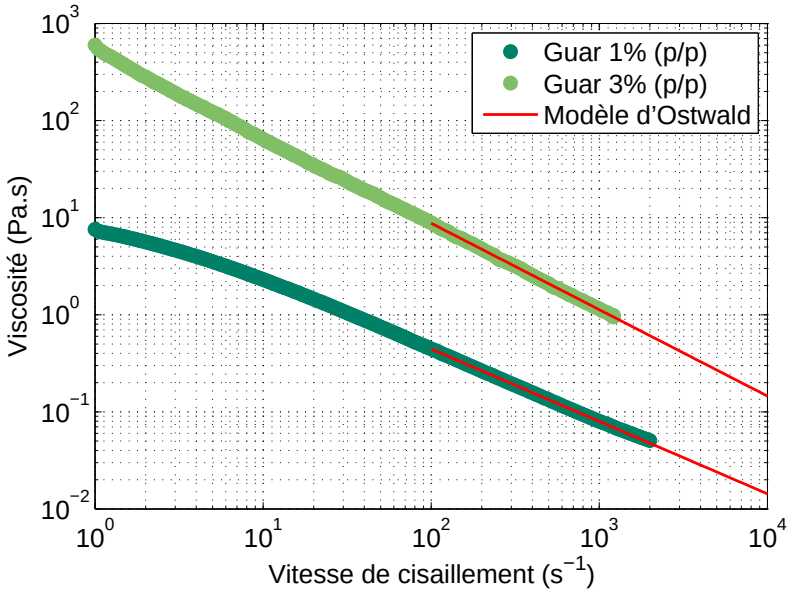

FIGURE III.21 – Viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement pour les différentes solutions de guar. Le comportement se modélise selon une loi d'Ostwald

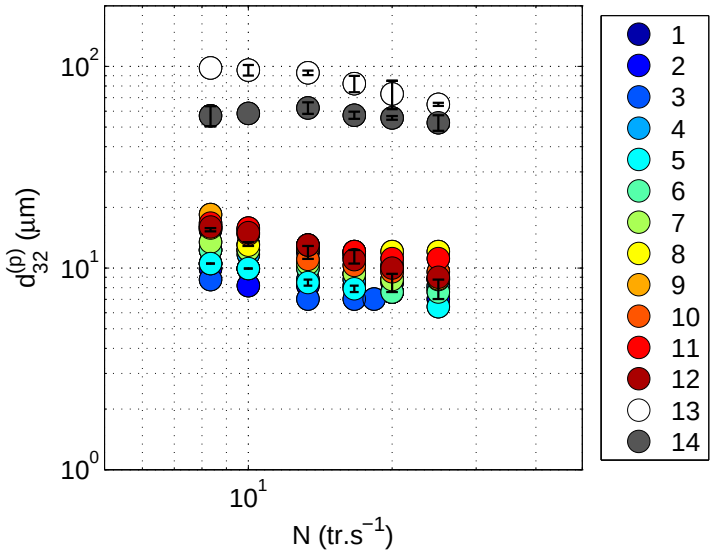

FIGURE III.22 – Diamètres de bulles mesurés en fonction de la vitesse d'agitation. Les numéros de la légende se réfère aux tableaux II.6 et II.7

III.4.2.1 La fonction matériau

Lorsque l'on veut établir des relations de procédé qui tiennent compte du comportement de produits dont les propriétés ne sont pas constantes au cours du procédé on doit introduire, dans la liste des paramètres physiques, des variables supplémentaires décrivant l'évolution des propriétés du produit au cours du procédé. Ceci permet alors d'élargir un espace Π initialement bâti à partir de produits aux propriétés constantes.

Pour ce faire, on définit ce que l'on appellera une fonction matériau adimensionnée U qui décrit l'évolution de la propriété produit considérée et qui se normalise en fixant une valeur de référence pour la propriété considérée. L'établissement de cette fonction nous indique alors les variables supplémentaires qu'il convient d'ajouter à la liste de départ pour élargir l'espace Π (Pawlowski, 2005; Zlokarnik, 2006).

Dans notre cas de figure nous souhaitons décrire le comportement de produits rhéofluidifiants au cours de l'opération de foisonnement. Notre fonction matériau adimensionnée U s'écrira donc :

$$U = \left(\frac{1}{\eta}\frac{\partial \eta}{\partial \dot{\gamma}}\right)_{\dot{\gamma}=\dot{\gamma}_0} \tag{III.23}$$

avec $\dot{\gamma}_0$ la vitesse de cisaillement de référence servant à la normalisation de notre fonction matériau. En considérant que le comportement de nos fluides rhéofluidifiants se modélise par une loi d'Ostwald s'écrivant :

$$\eta = k\dot{\gamma}^{(n-1)} \tag{III.24}$$

avec k la consistance et n l'indice d'écoulement, on aura

$$U = \left(\frac{(n-1)\, k\dot{\gamma}^{(n-2)}}{k\dot{\gamma}^{(n-1)}}\right)_{\dot{\gamma}=\dot{\gamma}_0} \tag{III.25}$$

$$= \frac{n-1}{\dot{\gamma}_0} \tag{III.26}$$

On constate que la fonction U ainsi établie ne dépend que de n et de $\dot{\gamma}_0$. Ainsi, afin d'étendre notre espace Π nous devons ajouter ces deux variables dans la liste des variables physiques à considérer. La variable viscosité η qui intervenait auparavant est remplacée par une viscosité de référence η_0 calculée à la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}_0$ prise pour référence.

III.4.2.2 Intégration des nouvelles variables dans le modèle adimensionnel

Comme nous l'avons présenté plus clairement dans la partie III.2.2.1, dans la limite des contions opératoires explorées et en faisant l'hypothèse que l'on se situe au même point de fonctionnement pour les deux types de produits, nous pouvons négliger l'effet des débits (liquide et gaz) et de la pression devant l'effet de la vitesse, de la viscosité et de la tension de surface. Ainsi, la relation de procédé qui s'écrivait pour des fluides newtoniens :

$$d_{32}^{(p)} = f_4\left(N, \eta, \sigma\right) \tag{III.27}$$

s'écrit ici :

$$d_{32}^{(p)} = f_5\left(N, \eta_0, \sigma, n, \dot{\gamma}_0\right) \tag{III.28}$$

n étant sans dimension et $\dot{\gamma}_0$ étant homogène à l'inverse d'un temps, l'adimensionalisation de ces nouvelles variables conduit à la relation suivante :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} = F\left(\frac{D^{0,5}N}{g^{0,5}}, \frac{\eta_0}{\rho D^{1,5} g^{0,5}}, \frac{\sigma}{\rho D^2 g}, \frac{D^{0,5}\dot{\gamma}_0}{g^{0,5}}, n\right) \tag{III.29}$$

Le nombre sans dimension relatif à la valeur de $\dot{\gamma}_0$ est une constante dont la valeur dépend de la vitesse de cisaillement que l'on prend pour référence.

La description des propriétés rhéologiques des produits par la fonction U est dépendante du choix du point de référence $\dot{\gamma}_0$. Cependant, il est montré que pour certaines formes analytiques décrivant l'évolution d'une propriété donné, la fonction U, dans une région proche du point de référence, est indépendante du point de référence choisit (Pawlowski, 1991; Zlokarnik, 2006). Ces formes analytiques particulières sont les suivantes :

$$s\left(p\right) = \left(A + Bp\right)^c \tag{III.30}$$

$$s\left(p\right) = \exp\left(A + Bp\right) \tag{III.31}$$

où s est la propriété matériau d'intérêt qui est fonction de la variable p ; A, B et c étant des constantes. Ainsi, une description de la viscosité par une loi d'Ostwald rentre dans ce cas de figure, une loi d'Ostwald étant de la forme :

$$\eta\left(\dot{\gamma}\right) = \left(A + B\dot{\gamma}\right)^c \tag{III.32}$$

Nous décidons de choisir un $\dot{\gamma}_0$ de telle sorte que les viscosités de références η_0 des solutions de guar soient du même ordre de grandeur que les viscosités newtoniennes testées. Sur la figure III.21 on constate que des viscosités apparentes comprises entre 0,4 $Pa.s$ et 1,4 $Pa.s$ sont obtenues avec les solutions de guar pour des vitesses de cisaillement comprises entre 100 s^{-1} et 1000 s^{-1}. Nous décidons donc de fixer la vitesse de cisaillement de référence dans cet intervalle en prenant $\dot{\gamma}_0$=500 s^{-1}.

La figure III.23 représente l'évolution de la viscosité normalisée $\frac{\eta_{ap}}{\eta_0}$ en fonction de la variation de la fonction matériau par rapport au point de référence choisit $U\left(\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_0\right)$.

Cette représentation confirme le fait que lorsque l'on choisit $\dot{\gamma}_0$ dans un intervalle centré autour de la valeur de référence, la fonction U est la même quelle que soit la solution de guar considérée (Zlokarnik, 2006).

Comme nous avons pu le voir dans la partie III.2.2.1 l'opération de foisonnement, dans la limite des conditions exploratoires étudiées, peut être représentée dans un espace II réduit où apparait un nombre capillaire Ca défini à l'échelle du procédé (Eq.III.7). A présent, dans le but de simplifier la représentation, nous proposons de partir du modèle

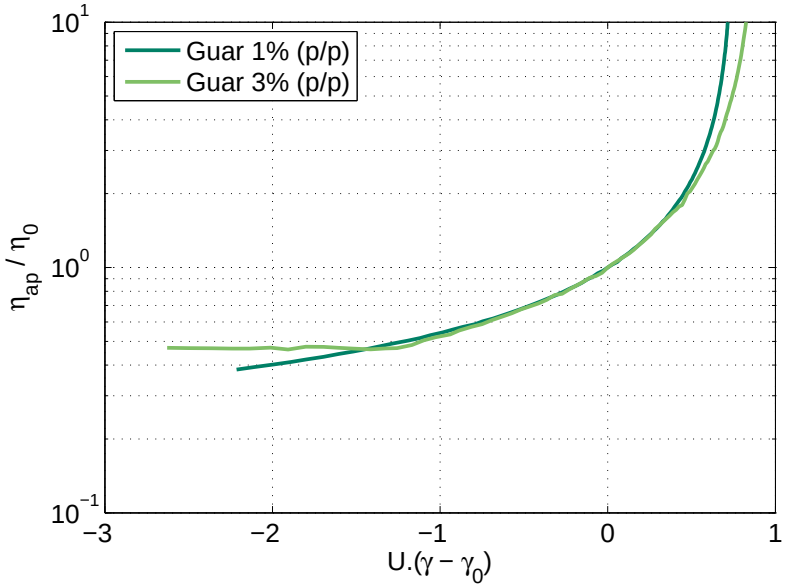

FIGURE III.23 – Représentation de l'invariance de la fonction matériau adimensionnée normalisée (à partir des données des courbes d'écoulement III.21) - vitesse de cisaillement de référence $\dot{\gamma}_0$=500 s^{-1}

le plus simple obtenu avec les fluides newtoniens. Si nous procédons à une extension de cet espace pour qu'il puisse prendre en considération le comportement rhéofluidifiant de nos solutions de guar, nous obtenons une relation s'écrivant :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} = d_0 \cdot \left(\frac{\eta_0 N D}{\sigma}\right)^{d_1} \cdot \left(\frac{\eta_0}{\rho D^{1,5} g^{0,5}}\right)^{d_2} \cdot \left(\frac{\sigma}{\rho D^2 g}\right)^{d_3} \cdot (n)^{d_4} \qquad \text{(III.33)}$$

où η_0 est la viscosité apparente de la solution de guar à $\dot{\gamma}_0$=500 s^{-1}.

Une identification des paramètres d_0, d_1, d_2, d_3 et d_4 (Eq.III.33) à partir des résultats expérimentaux aboutit aux valeurs suivantes (cf.Tab.III.7) : $d_0 = 203,50.10^{-6}$; $d_1 = -0,41$; $d_2 = -0,01$; $d_3 = -0,08$ et $d_4 = -1,07$ ($R^2 = 0,99$).

Coefficients	d_0	d_1	d_2	d_3	d_4
Valeur	$e^{-8,4998}$	$-0,4146$	$-0,0133$	$-0,0775$	$-1,0674$
variabilité	$1,7411$	$0,0010$	$0,0014$	$0,0302$	$0,0012$
Statistiques		$R^2 = 0,99$	$F = 114,56$	$p = 0$	

TABLE III.7 – Statistiques de la régression multiple : valeur des coefficients du modèle III.33, variabilité des coefficients, (R^2) coefficient de corrélation, (F) test d'adéquation à la loi de Fisher, (p) probabilité de commettre une erreur de première espèce

La prédiction du diamètre des bulles à l'aide de l'équation III.33 est en accord avec

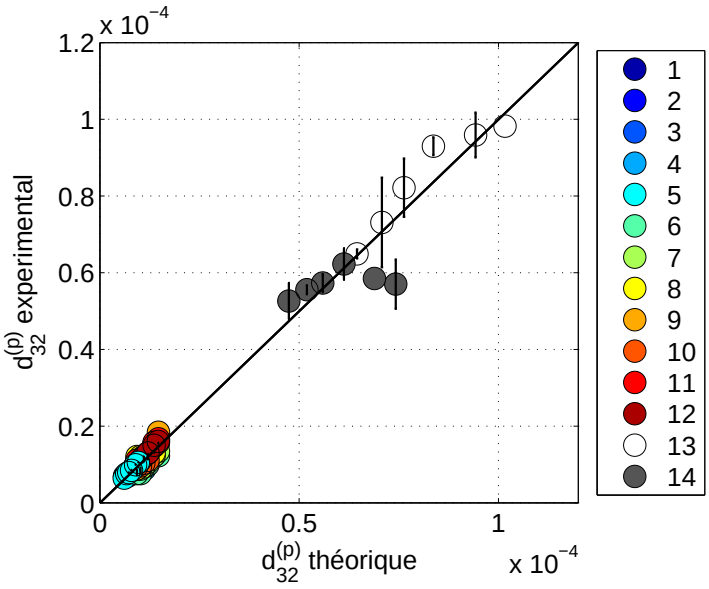

FIGURE III.24 – Diamètres de bulles expérimentaux obtenus en fonction des diamètres de bulles prédits à l'aide de l'équation III.33

les mesures expérimentales obtenues à partir des différents produits et des différentes conditions opératoires (Fig.III.24).

A l'instar des résultats obtenus à partir des fluides newtoniens, les coefficients d_2 et d_3 ont une valeur inférieure à 0,1 en valeur absolue et semblent avoir peu de poids. Ainsi la relation de procédé III.8 établie auparavant et décrivant l'évolution la taille des bulles au cours de l'opération de foisonnement, pour des fluides newtoniens, peut être étendue selon l'expression :

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} = 378,80.10^{-6}\left(\frac{\eta_0 N D}{\sigma}\right)^{-0,4} \cdot n^{-1} \quad \text{(III.34)}$$

$$= 378,80.10^{-6} {Ca_0}^{-0,4} \cdot n^{-1} \quad \text{(III.35)}$$

et prendre ainsi en compte les propriétés rhéofluidifiantes des solutions de guar par l'intermédiaire de leur indice d'écoulement n.

En rapprochant cette dernière relation de celle identifiée par Thakur et al. (2005) (cf. § III.2.2.1) à partir de différents produits rhéofluidifiants, nous pouvons envisager que l'évolution de la taille des bulles au cours de l'opération de foisonnement serait principalement pilotée par une loi générique du type :

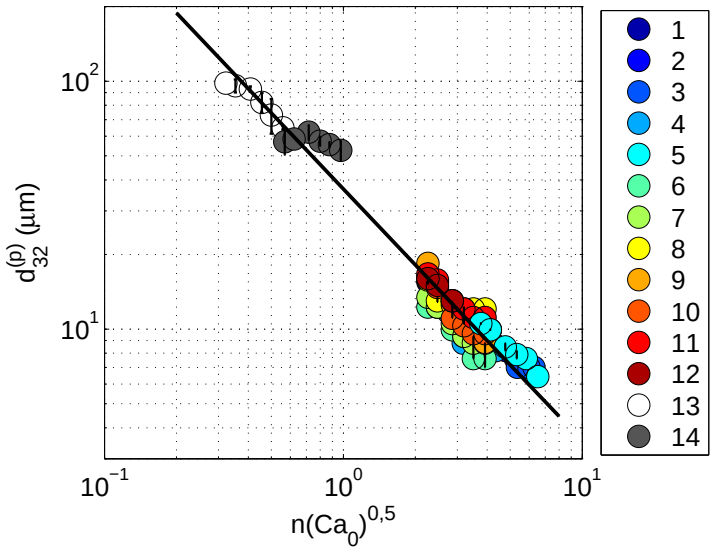

FIGURE III.25 – Diamètre des bulles en fonction du nombre du ratio $\sqrt{Ca_0} \cdot n$. Droite de régression $y = -1,01\ x + 3,50$ ($R^2 = 0,97$)

$$\frac{d_{32}^{(p)}}{D} \propto \left(\sqrt{\frac{\eta_0 N D}{\sigma}} \cdot n \right)^{-1} \tag{III.36}$$

$$\propto \frac{1}{\sqrt{Ca_0} \cdot n} \tag{III.37}$$

Cette dernière relation dégrade très peu la prédiction par rapport à l'expression III.35 identifiée initialement ; le coefficient de régression R^2 passant d'une valeur égale à 0,99 à une valeur de 0,97 (Fig.III.25).

III.4.3 Produit Industriel

Des essais de foisonnement ont été conduit avec une crème cosmétique comme indiqué dans le tableau II.7 afin de valider la relation de procédé avec un produit industriel à la composition complexe.

Le comportement rhéologique de la crème cosmétique est de type rhéofluidifiant à seuil. Nous avons vu que le comportement rhéologique à prendre en compte correspond aux vitesses de cisaillement élevées (cf. § III.4.1). Par conséquent nous décidons de caractériser le comportement de la crème, à partir d'une courbe d'écoulement (Fig.III.26), par une loi d'Ostwald pour les vitesses de cisaillement supérieures à 100 s^{-1} : les paramètres k ($Pa.s^n$) et n obtenus figurent dans le tableau III.8.

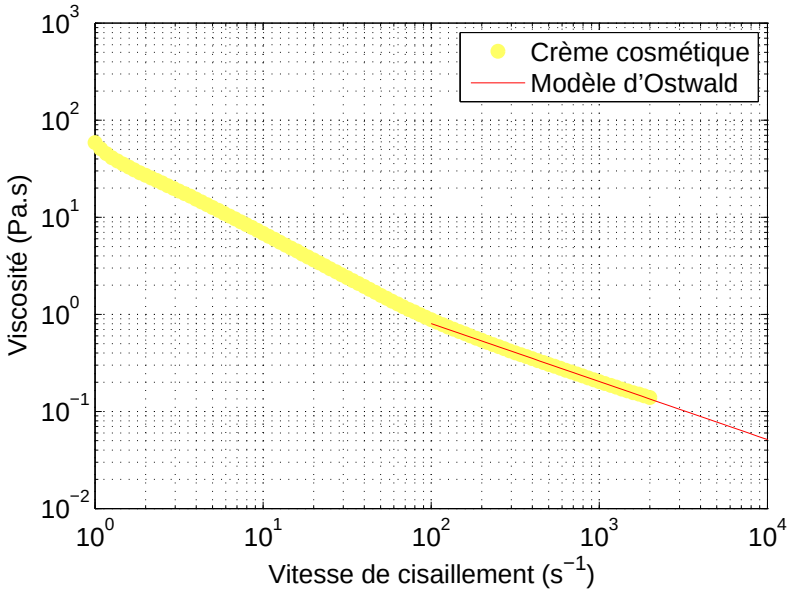

FIGURE III.26 – Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour la crème cosmétique. Le comportement se modélise selon une loi d'Ostwald

k ($Pa.s^n$)	n
12,63	0,40

TABLE III.8 – Consistance et indice d'écoulement de la crème cosmétique

La fonction matériau décrite précédemment (cf. § III.4.2) reste applicable pour décrire le comportement de la crème cosmétique (Fig.III.27).

La figure III.28 qui représente l'évolution des diamètres moyens obtenus pour chacun des différents essais de foisonnement en fonction du produit $\sqrt{Ca_0} \cdot n$ (Eq.III.37). On constate que l'évolution de la taille des bulles obtenue avec la crème cosmétique n'est pas trop éloignée (en échelle *log*) de la loi que nous avons définie précédemment. Le décalage par rapport à la courbe maitresse est délicat à interpréter et nécessiterait la réalisation d'autres expérimentations et éventuellement d'autres modélisation considérant des lois rhéologiques plus complexes (loi Herschel-Bulkley, comportement thixotrope). De plus, la composition complexe de notre produit cosmétique implique la présence de nombreuses espèces tensioactives de différentes nature (surfactants, polymères, charges) et la valeur de la tension de surface telle que nous l'avons définie atteint peut être ses limites pour ce qui est de la caractérisation des propriétés interfaciales. Néanmoins, ce résultat est encourageant et illustre la robustesse et le caractère générique de notre modèle.

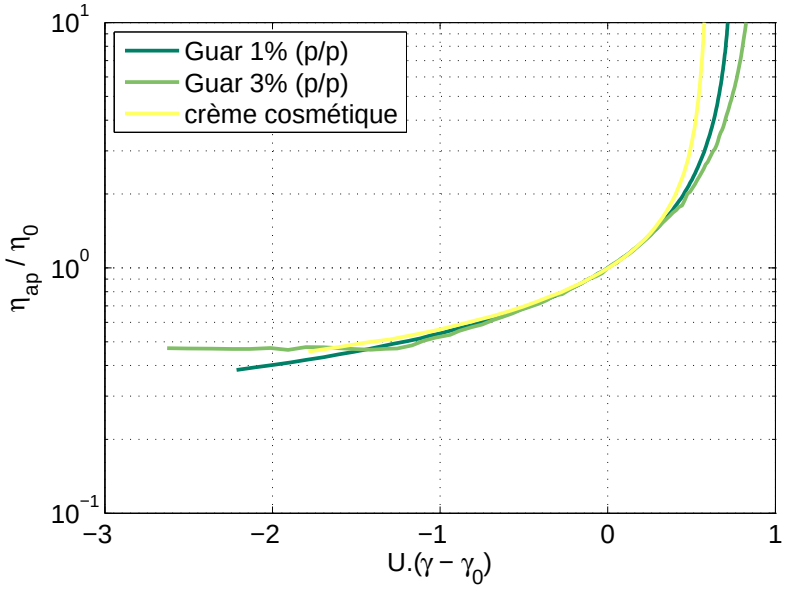

FIGURE III.27 – Représentation de l'invariance de la fonction matériau normalisée - vitesse de cisaillement de référence $\dot{\gamma}_0$=500 s^{-1}

.

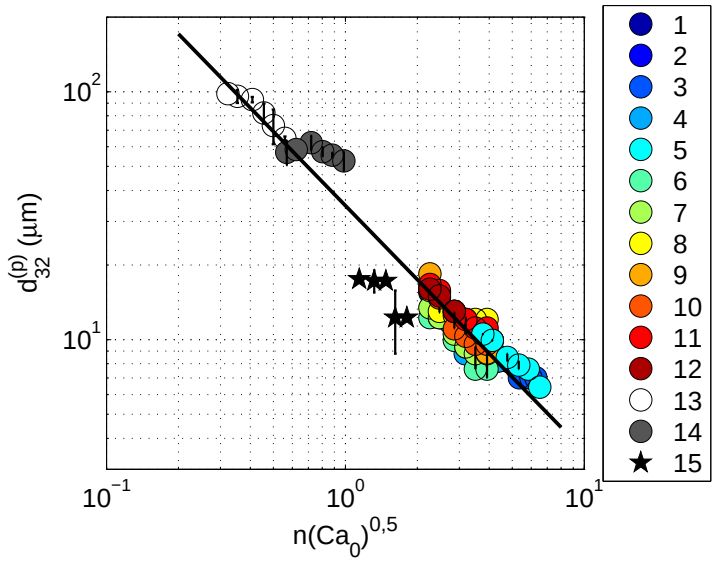

FIGURE III.28 – Diamètre des bulles en fonction du nombre du ratio $\sqrt{Ca_0} \cdot n$. Droite de régression $y = -1,01\ x + 3,50$ ($R^2 = 0,97$)

Conclusion

Pour prédire quantitativement la taille des bulles résultant d'une opération de foisonnement, les outils de la littérature font référence à des études portant sur la rupture d'une goutte d'émulsion isolée dans un écoulement laminaire. Les quelques travaux menés sur le foisonnement par battage en continu, comportent toutes des approches similaires mais ne permettent pas de compréhension claire des phénomènes, en raison notamment de la diversité des produits et des équipements utilisés, et de la difficulté de modéliser l'opération à partir d'un nombre défini à l'échelle de la bulle.

L'approche choisie dans le cadre de ce travail propose de mettre en place une analyse dimensionnelle à l'échelle du procédé, afin de modéliser l'opération avec un modèle physique, et donc avoir une compréhension des phénomènes en présence ; elle permet d'intégrer les paramètres du produit et du procédé et de simplifier la représentation des résultats expérimentaux. Pour cela, la stratégie mise en place consiste en un choix raisonné de la formulation de produits modèles, et en l'utilisation d'un équipement pilote, représentatif des outils industriels, qui a été instrumenté.

La première étape a consisté à foisonner des bases newtoniennes. Les nombreux essais expérimentaux ont permis l'identification des paramètres du modèle adimensionnel, et ainsi mettre en évidence l'impact prépondérant de la vitesse de rotation, de la viscosité et de la tension de surface. La simplification du modèle a permis de mettre en évidence l'influence des variables au travers d'un nombre capillaire, permettant ainsi de mieux comprendre l'effet des variables du produit et du procédé, et de proposer une représentation des résultats plus accessible. La description de l'analyse dimensionnelle intégrant des propriétés variables du produit, puis son application aux cas de fluides rhéofluidifiants via la construction d'une fonction matériau, a permis l'extension du modèle adimensionnel aux produits non newtoniens. Là encore, l'obtention d'un modèle très simple renforce l'intérêt de la démarche en donnant accès à la fois à une meilleure compréhension des mécanismes en jeux et à une représentation clairifiée. Enfin, la cohérence de ce modèle avec d'autres issus de la littérature, ainsi qu'une première approche de validation avec un produit réel, semble justifier son caractère générique.

Perspectives

La méthodologie dimensionnelle que nous avons appliquée à l'opération de foisonnement par battage en continu ouvre la voie à de nombreuses pistes de réflexion qu'il serait intéressant d'approfondir :

- La problématique de l'influence des propriétés tensioactives reste toujours complexe. En effet, même si le critère que nous avons retenu pour caractériser l'effet des propriétés interfaciales semble suffisant à notre échelle d'étude, l'incidence de la cinétique de formation des films interfaciaux aux temps courts (lors de la rupture des bulles) reste toujours une question. Il serait intéressant de réaliser des essais de foisonnement avec différentes espèces tensioactives aux propriétés dynamiques variables. Par exemple, le foisonnement de deux produits ayant des tensions de surfaces à l'équilibre identiques, mais présentant des cinétiques très différentes aux temps courts, pourrait nous fournir des indications sur la pertinence du paramètre σ qui apparait dans le Ca. De là, nous pourrions être amené à considérer la rhéologie interfaciale dans l'étude du procédé de foisonnement afin de préciser la participation éventuelle des propriétés mécaniques de surface dans le processus de rupture des bulles et la détermination de leur taille.
  Un travail avec des concentrations plus limitantes en espèces tensioactives serait lui aussi intéressant, tant pour l'étude du foisonnement homogène que pour les approches des phénomènes de dysfonctionnement.

- La méthodologie que nous avons employée et les conclusions auxquelles nous avons abouti avec des produits rhéofluidifiants en loi puissance (solutions de guar et produit industriel cosmétique) méritent d'être éprouvés sur d'autres produits dont le comportement rhéologique serait décrit par d'autres lois (Cross-Ellis, Carreau-Yasuda, Herschel-Bulkley...). De plus, il pourrait être intéressant d'étudier la manière dont le comportement de produits thixotropes puisse être modélisé pour être introduit dans une analyse dimensionnelle.

- La réalisation de diagrammes de fonctionnement, fournirait des outils précieux pour la conduite du procédé de foisonnement et permettrait d'approfondir la compréhension de cette opération unitaire, notamment en ce qui concerne les problématiques de pistonnage qui n'ont jamais fait l'objet d'études approfondies à notre

connaissance. Ainsi, une analyse dimensionnelle ayant pour variable cible un critère d'incorporation du gaz dans le produit (*e.g.* rapport entre la fraction volumique de gaz maximale calculée à partir des débits de liquide et gaz fixés et le taux d'incorporation mesuré effectivement en sortie de ligne) permettrait de cartographier les différents domaines de fonctionnement, et d'enrichir les hypothèses quant à la dispersion ou non-dispersion du gaz dans la tête de mélange du foisonneur.

– Afin d'obtenir un modèle réellement générique, il serait nécessaire d'introduire des paramètre géométriques. Ceci peut être obtenu en réalisant des essais avec une autre géométrie de foisonneur pour évaluer le rôle de certaines caractéristiques géométriques .
De même, il serait intéressant de tester l'effet d'un changement d'échelle. A priori, pour un équipement du même type (rotor stator à dents), on peut penser que les modèles proposés seront applicables à des équipement de plus grande taille. Il conviendrait alors de valider notre modèle sur un foisonneur MONDOMIX de taille supérieure, c'est à dire ayant la même géométrie mais une autre échelle.

– En identifiant les impacts de la viscosité de la phase continue et de la vitesse de cisaillement, des phénomènes d'échauffements ont été mis en évidence par l'intermédiaire du relevé des températures de refroidissement de la double enveloppe de la tête de mélange, mais n'ont pas pu être mesurés par la sonde de température placée dans la tête de mélange. Ainsi, selon les conditions opératoires, notamment lorsque les vitesses d'agitation et/ou les viscosités sont élevées, d'importants gradients de températures sont probablement présents au niveau des entrefers proches de la paroi de la double enveloppe. Des calculs de simulation numérique pourraient être intéressant à réaliser pour évaluer l'allure du gradient des vitesses de déformation dans ce type d'entrefer. En effet, estimer le profil des vitesses de déformation en cisaillement dans de telles conditions permettrait d'établir des hypothèses, plus pertinentes que les traditionnelles analogies de Couette, quant à l'ordre de grandeur du $\dot{\gamma}$ appliqué au cours de l'opération de foisonnement.

– Lors de notre étude, la caractérisation des bulles a été réalisée hors ligne après échantillonnage. La réalisation d'une cellule d'observation de la mousse directement à la sortie de la tête de mélange, placée en amont de la vanne de contre pression, donnerait accès à une prise d'image des bulles sous pression et permettrait ensuite de mieux comprendre les transformations subies par la mousse lors de son écoulement en conduite, et lors du retour à pression atmosphérique. Ainsi, on pourrait décorréler les deux opérations unitaires (dispersion et détente) qui composent l'opération de foisonnement par battage en continu.

Bibliographie

Ait-Kadi, A., Marchal, P., Choplin, L., Chrissemant, A., & Bousmina, M. (2002). Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the Couette analogy. *Canadian Journal of Chemical Engineering* , *80*, 1166–1174.

van Aken, G. A. (2001). Aeration of emulsions by whipping. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, *190*, 333 – 354.

Balerin, C. (2005). *Influence des facteurs formulation et procédé sur la formation de mousses alimentaires de type liquide*. Ph.D. thesis Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires.

Balerin, C., Aymard, P., Ducept, F., Vaslin, S., & Cuvelier, G. (2007). Effect of formulation and processing factors on the properties of liquid food foams. *Journal of Food Engineering*, *78*, 802 – 809.

Böhme, G., & Stenger, M. (1988). Consistent scale-up procedure for the power consumption in agitated non-newtonian fluids. *Chemical Engineering & Technology*, *11*, 1999 – 205.

Bos, M. A., & van Vliet, T. (2001). Interfacial rheological properties of adsorbed protein layers and surfactants : a review. *Advances in Colloid and Interface Science*, *91*, 437 – 471.

Buckingham, E. (1914). On physically similar systems : Illustrations of the use of dimensional equations. *Phys. Rev.*, *4*, 345–376.

Campbell, G. M., & Mougeot, E. (1999). Creation and characterisation of aerated food products. *Trends in Food Science & Technology*, *10*, 283 – 296.

Chen, J., & Dickinson, E. (1995). Protein/surfactant interfacial interactions .3. competitive adsorption of protein plus surfactant in emulsions. *Colloids and surfaces a-physicochemical and engineering aspects*, *101*, 77–85.

Choplin, L., & Salager, J.-L. (2008). *Mousses - Formation, formulation et propriétés*. Techniques de l'ingénieur.

Choplin, P., L et Marchal (2007). La rhéologie systémique ou une rhéologie au service d'un génie des procédés et des produits. In *Rhéologie, Vol. 12, 9-18*.

Cullen, P. (2009). *Food Mixing : Principles and Applications*. Wiley-Blackwell.

Davis, J., Doucet, D., & Foegeding, E. (2005). Foaming and interfacial properties of hydrolyzed [beta]-lactoglobulin. *Journal of Colloid and Interface Science*, *288*, 412 – 422.

De Gennes, P.-G., Brochard-Wyart, F., & Quéré, D. (2005). *Gouttes, bulles, perles et ondes*. Belin.

Delaplace, G., Coppenolle, P., Cheio, J., & Ducept, F. (2011). Influence of whip speed ratios on air inclusion into a bakery foam performed with a planetary mixer device. *Journal of Food Engineering*, *accepté pour publication*.

Delaplace, G., Guerin, R., & Leuliet, J. (2005). Dimensional analysis for planetary mixer : Modified power and Reynolds numbers. *AIChE Journal*, *51*, 3094–3100.

Delaplace, G., Thakur, R. K., Bouvier, L., André, C., & Torrez, C. (2007). Dimensional analysis for planetary mixer : Mixing time and reynolds numbers. *Chemical Engineering Science*, *62*, 1442 – 1447.

DeLorgeril, C., Cuvelier, G., Vaslin, S., & Launay, B. (2000). Etude rheologique d'un produit alimentaire foisonne : Influence du procede et suivi du vieillissement. *Les Cahiers de rhéologie*, *17*, 131–146.

Dickinson, E. (1992). *An introduction to food colloids*. Oxford University Press.

Djelveh, G., Bacati, O., & Gros, J. B. (1994). Mechanical aspects of gas dispersion in continuous foaming food processes using scraped surface heat exchangers. *Journal of Food Engineering*, *23*, 213 – 223.

Djelveh, G., & Gros, J. B. (1995). Estimation of physical properties of foamed foods using energy dissipation in scraped-surface heat exchangers. *Journal of Food Engineering*, *26*, 45 – 56.

Djelveh, G., Gros, J. B., & Cornet, J. F. (1998). Foaming process analysis for a stirred column with a narrow annular region. *Chemical Engineering Science*, *53*, 3157 – 3160.

Dumont, E., Fayolle, F., & Legrand, J. (2000). Flow regimes and wall shear rates determination within a scraped surface heat exchanger. *Journal of Food Engineering*, *45*, 195 – 207.

Exerowa, D., & Kruglyakov, P. (1998). *Foam and Foam Films, Volume 5 : Theory, Experiment, Application (Studies in Interface Science)*. Elsevier.

Grace, H. (1982). Dispersion phenomena in high-viscosity immiscible fluid systems and application of static mixers as dispersion devices in such systems. *Chemical Engineering Communications*, *14*, 225–277.

Hanselmann, W., & Windhab, E. (1998). Flow characteristics and modelling of foam generation in a continuous rotor/stator mixer. *Journal of Food Engineering*, *38*, 393 – 405.

Harnby, N., Edwards, M., & Nienow, A. (1992). *Mixing in the process industries*. Butterworth-Heinemann.

Herzhaft, B., Kakadjian, S., & Moan, M. (2005). Measurement and modeling of the flow behavior of aqueous foams using a recirculating pipe rheometer. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, *263*, 153 – 164. A collection of papers presented at the 5th European Conference on Foams, Emulsions, and Applications, EUFOAM 2004, University of Marne-la-Vallee, Champs sur Marne (France), 5-8 July, 2004.

Hinze, J. O. (1955). Fundamentals of the hydrodynamic mechanism of splitting in dispersion processes. *AIChE Journal*, *1*, 289 – 295.

Håkansson, A., Fuchs, L., Innings, F., Revstedt, J., Trägårdh, C., & Bergenståhl, B. (2011). High resolution experimental measurement of turbulent flow field in a high pressure homogenizer model and its implications on turbulent drop fragmentation. *Chemical Engineering Science*, *66*, 1790 – 1801.

Härröd, M. (1986). Scraped surface heat exchangers a literature survey of flow patterns, mixing effects, residence time distribution, heat transfer and power requirements. *Journal of Food Process Engineering*, *9*, 1 – 62.

Hunter, T. N., Pugh, R. J., Franks, G. V., & Jameson, G. J. (2008). The role of particles in stabilising foams and emulsions. *Advances in Colloid and Interface Science*, *137*, 57 – 81.

Janssen, J., Boon, A., & Agterof, W. (1994). Droplet break-up in simple shear-flow in the presence of emulsifiers. *Colloids and surfaces a-physicochemical and engineering aspects*, *91*, 141–148.

Jones, D., & Middelberg, A. (2003). Interfacial protein networks and their impact on droplet breakup. *AIChE Journal*, *49*, 1533–1541.

Kitabatake, D.-E., N (1988). Surface-tension and foamability of protein and surfactant solutions. *Journal of Food Science*, *53*, 1542–1545.

Kroezen, A. B. J., & Wassink, J. G. (1986). Foam generation in rotor-stator mixers. *Journal of the Society of Dyers and Colourists*, *102*, 397–402.

Kroezen, A. B. J., & Wassink, J. G. (1987). Bubble size distribution and energy dissipation in foam mixers. *Journal of the Society of Dyers and Colourists*, *103*, 386–394.

Kroezen, A. B. J., Wassink, J. G., & Bertlein, E. (1988). Foam generation in a rotor–stator mixer : schaumerzeugung in einem rotor–stator mischer. *Chemical Engineering and Processing*, *24*, 145 – 156.

Labbafi, M., Thakur, R. K., Vial, C., & Djelveh, G. (2007). Development of an on-line optical method for assessment of the bubble size and morphology in aerated food products. *Food Chemistry*, *102*, 454–465.

Lallemand, A. (2000). *Ecoulement des fluides - Analyse dimensionnelle. Similitude*. Les techniques de l'ingénieur.

Liao, Y., & Lucas, D. (2009). A literature review of theoretical models for drop and bubble breakup in turbulent dispersions. *Chemical Engineering Science*, *64*, 3389 – 3406.

Massey, A., Khare, A., & Niranjan, K. (2001). Air inclusion into a model cake batter using a pressure whisk : Development of gas hold-up and bubble size distribution. *Journal of Food Science*, *66*, 1152–1157.

Metzner, A. B., & Otto, R. E. (1957). Agitation of non-newtonian fluids. *AIChE Journal*, *3*, 3–10.

Mezdour, S., Balerin, C., Aymard, P., Cuvelier, G., & Ducept, F. (2008). Effect of the rheology of the continuous phase on foaming processes : viscosity-temperature impact. In D. L. P. Grant M. Campbell, Martin G. Scanlon (Ed.), *Bubbles in food 2* chapter 18. (pp. 175 – 183). eagan press.

Mighri, F., Carreau, P., & Ajji, A. (1998). Influence of elastic properties on drop deformation and breakup in shear flow. *Journal of Rheology*, *42*, 1477–1490.

Müller-Fischer, N., Bleuler, H., & Windhab, E. J. (2007a). Dynamically enhanced membrane foaming. *Chemical Engineering Science*, *62*, 4409–4419.

Müller-Fischer, N., Suppiger, D., & Windhab, E. J. (2007b). Impact of static pressure and volumetric energy input on the microstructure of food foam whipped in a rotor-stator device. *Journal of Food Engineering*, *80*, 306–316.

Müller-Fischer, N., & Windhab, E. J. (2005). Influence of process parameters on microstructure of food foam whipped in a rotor-stator device within a wide static pressure range. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, *263*, 353–362.

Murray, B. S. (2007). Stabilization of bubbles and foams. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, *12*, 232 – 241.

Pawlowski, J. (1991). *Veränderliche Stoffgrössen in der Ähnlichkeitstheorie*. Salle und Sauerländer.

Pawlowski, J. (2005). Process relationships for non-Newtonian fluids - Criticism of the Metzner-Otto concept. *Chemical Engineering & Technology*, *28*, 37+.

Prins, A. (1988). Principles of foam stability. *Advances in food emulsions and foams*, (pp. 91–122).

Prins, A. (1999). Stagnant surface behaviour and its effect on foam and film stability. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, *149*, 467 – 473.

Rouimi, S., Schorsch, C., Valentini, C., & Vaslin, S. (2005). Foam stability and interfacial properties of milk protein-surfactant systems. *Food Hydrocolloids*, *19*, 467 – 478. Food Colloids 2004 (Harrogate).

Roustan, M., Line, A., & Pharamond, J.-C. (1999). *Agitation. Mélange - Concepts théoriques de base.*

Rumscheidt, F. D., & Mason, S. G. (1961). Particle motions in sheared suspensions xii. deformation and burst of fluid drops in shear and hyperbolic flow. *Journal of Colloid Science*, *16*, 238 – 261.

Sagis, L. M. C., de Groot-Mostert, A. E. A., Prins, A., & van der Linden, E. (2001). Effect of copper ions on the drainage stability of foams prepared from egg white. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, *180*, 163 – 172.

Schorsch, C. (2007). *Formulation des mousses laitières.* Les techniques de l'ingénieur.

Skrylev, L. D., & Streltsova, E. A. (1985). Adsorption-micellar energy ratio of surfactants as a criterion of their foaming capacity. *Khim. Khim. Tek.*, *28*, 62–66.

Szirtes, T. (2007). *Applied dimensional analysis and modeling.* Butterworth-Heinemann.

Talansier, E. (2009). *Etude du foisonnement par mélangeur statique appliqué à la structuration des mousses de blanc d'oeuf dénaturé par traitement thermique.* Ph.D. thesis Ecole Nationale d'Ingénieurs des Techniques des Industries Agricoles et Alimentaires.

Taylor, G. I. (1932). The viscosity of a fluid containing small drops of another fluid. *Proceedings of the Royal Society of London*, *138*, 41–48.

Taylor, G. I. (1934). The formation of emulsions in definable fields of flow. *Proceedings of the Royal Society of London*, *146*, 501–523.

Thakur, R., Vial, C., & Djelveh, G. (2003a). Foaming of commercial grade food products in a continuous stirred column. *Chemical Engineering Research and Design*, *81*, 1083–1089.

Thakur, R. K., Vial, C., & Djelveh, G. (2003b). Influence of operating conditions and impeller design on the continuous manufacturing of food foams. *Journal of Food Engineering*, *60*, 9–20.

Thakur, R. K., Vial, C., & Djelveh, G. (2005). Combined effects of process parameters and composition on foaming of dairy emulsions at low temperature in an agitated column. *Journal of Food Engineering*, *68*, 335–347.

Thakur, R. K., Vial, C., Djelveh, G., & Labbafi, M. (2004). Mixing of complex fluids with flat-bladed impellers : effect of impeller geometry and highly shear-thinning behavior. *Chemical Engineering and Processing*, *43*, 1211–1222.

Vignes-Adler, M., Weaire, D., & Miller, R. (2005). Foreword. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, *263*, 3 – 3. A collection of papers presented at the 5th European Conference on Foams, Emulsions, and Applications, EUFOAM 2004, University of Marne-la-Vallee, Champs sur Marne (France), 5-8 July, 2004.

Wilde, P. (2000). Interfaces : their role in foam and emulsion behaviour. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, *5*, 176 – 181.

Williams, A., Janssen, J. J. M., & Prins, A. (1997). Behaviour of droplets in simple shear flow in the presence of a protein emulsifier. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, *125*, 189 – 200.

Windhab, E., Dressler, M., Feigl, K., Fischer, P., & Megias-Alguacil, D. (2005). Emulsion processing–from single-drop deformation to design of complex processes and products. *Chemical Engineering Science*, *60*, 2101 – 2113. 5th International Symposium on Mixing in Industrial Processes (ISMIP5).

Zlokarnik, M. (2006). *Scale-up in chemical engineering*. Wiley-vch.