



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (INSA Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Génie des Procédés et de l'Environnement

Présentée et soutenue par :

GABELLE Jean-Christophe

le : 05/09/2012

Titre :

Analyse locale et globale de l'hydrodynamique et du transfert de matière dans des fluides à rhéologie complexe caractéristiques des milieux de fermentation

JURY

Dominique TOYE Prof. (LGC-ULg Liège Belgique) Renaud ESCUDIE C.R. (INRA Narbonne)
Alain LINE Prof. (LISBP Toulouse) Jérôme MORCHAIN M.C. (LISBP Toulouse)
Frédéric AUGIER I.R. (IFPEN Solaize) Pascal DHULSTER Prof. (ProBioGEM Lille)
Eric OLMOS M.C. (LRGP Nancy) Michel ROUSTAN Prof. (LISBP Toulouse)

Ecole doctorale :

Mécanique, Energétique, Génie civil et Procédés (MEGeP)

Unité de recherche :

Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés

Directeur(s) de Thèse :

Alain LINE et Jérôme MORCHAIN

Rapporteurs :

Dominique TOYE et Renaud ESCUDIE

UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

ÉCOLE DOCTORALE MEGEP

THÈSE

pour obtenir le titre de

Docteur en Sciences

de l'Insa de Toulouse

Mention : GÉNIE DES PROCÉDÉS ET DE L'ENVIRONNEMENT

Présentée et soutenue par

Jean-Christophe GABELLE

Analyse locale et globale de l'hydrodynamique et du transfert de matière dans des fluides à rhéologie complexe caractéristiques des milieux de fermentation

préparée à l'IFP Energies nouvelles et au LISBP

soutenue le 05 Septembre 2012

Jury :

Rapporteurs :

Renaud ESCUDIÉ	-	Chargé de recherche (INRA Narbonne)
Dominique TOYE	-	Professeur (LGC-ULg Liège Belgique)

Directeurs :

Alain LINÉ	-	Professeur (LISBP Toulouse)
Jérôme MORCHAIN	-	Maître de conférence (LISBP Toulouse)

Président :

Michel ROUSTAN	-	Professeur (LISBP Toulouse)
----------------	---	-----------------------------

Examineurs :

Frédéric AUGIER	-	Ingénieur de recherche (IFPEN Solaize)
Pascal DHULSTER	-	Professeur (ProBioGEM Lille)
Eric OLMOS	-	Maître de conférence (LRGP Nancy)

Invités :

Dominique ANNE-ARCHARD	-	Chargée de recherche (IMF Toulouse)
Fadhel BEN-CHAABANE	-	Ingénieur de recherche (IFPEN Rueil M.)
Romain ROUSSET	-	Ingénieur (IFPEN Solaize)

À Louise Sedita (1925-2011),
à ceux qui me sont chers.

« La théorie, c'est quand on sait tout et que rien ne fonctionne. La pratique, c'est quand tout fonctionne et que personne ne sait pourquoi. Si la pratique et la théorie sont réunies, rien ne fonctionne et on ne sait pas pourquoi ».

Albert Einstein

« Je sais calculer le mouvement des corps pesants,
mais pas la folie des foules ».

Isaac Newton

Remerciements

Cette thèse de doctorat a été préparée à l'IFP Energies nouvelles de Solaize (6 mois) et au LISBP de Toulouse (30 mois). Une fois la soutenance passée, voici le temps de remercier ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la concrétisation de ce travail. Tout d'abord, je tiens à remercier vivement la direction Génie Chimique et Technologie de l'IFP Energies nouvelles, Jean-Christophe Vigié et Cécile Barrere-Tricca pour avoir financé et suivi avec intérêt mes travaux de recherche. J'adresse également mes remerciements sincères à Alba Departe et à l'ADEME. Les moyens humains et financiers qui ont été mis à disposition durant les trois ans ont été conséquents. Ils m'ont permis d'aller au bout de mes idées, ce qui est crucial pour un travail de recherche.

Je remercie très sincèrement Dominique Toye et Renaud Escudié pour avoir accepté de rapporter ma thèse. Je les remercie également pour les compliments formulés dans les rapports et lors de la soutenance. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Michel Roustan, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse de doctorat. Je suis également très honoré que Pascal Dhulster et Eric Olmos aient accepté de faire parti de mon jury. J'ai particulièrement apprécié leurs remarques et leurs questions sur mon travail.

Je tiens à adresser mes remerciements à mon directeur de thèse, Alain Liné. Même s'il n'était pas présent pendant le début de la thèse, il a su s'investir au bon moment et a largement rattrapé le retard. J'ai essayé du mieux possible de mettre en œuvre les idées qu'il me griffonnait sur un bout de papier. Je tiens à souligner son sens de l'écoute et de la pédagogie que je trouve remarquable.

Mon co directeur de thèse Jérôme Morchain a aussi été d'un très grand soutien. C'est même lui qui m'a initié aux joies des bioprocédés. C'est grâce à lui que j'ai décidé de poursuivre dans cette voie et choisi ce sujet de thèse. Durant ces trois années passées avec lui j'ai particulièrement été impressionné par sa faculté à communiquer autour de ses travaux. Il arrive à rendre passionnant et accessible à tout le monde des choses complexes en prenant toujours des comparaisons de la vie de tous les jours. J'espère un jour pouvoir en faire de même.

La fin de la thèse marque la fin d'un travail main dans la main avec mon promoteur de thèse Frédéric Augier. Il m'a quasiment donné toutes les meilleures idées de mon travail. Je le considère comme mon mentor, mon modèle au niveau de la recherche. Il a été présent du début à la fin, me comprenant, me motivant et me félicitant lorsque c'était nécessaire. Quand je regarde les trois années écoulées, j'ai du mal à me souvenir des moments difficiles et je pense que c'est grâce à lui. Désormais je vais poursuivre ma carrière seul de mon côté, avec pleins de doutes en tête. Vais-je réussir ? Avoir de bonnes idées ? Savoir faire les bons choix ? En tout cas je souhaite à tout le monde de travailler dans une si bonne ambiance et de bénéficier d'une telle confiance.

Romain Rousset m'a également suivi lors de mon passage à l'IFPEN. Il n'a

pas eu forcément beaucoup de temps à me consacrer sur le plan scientifique, mais il a largement compensé sur le plan humain. Sa gentillesse et son tempérament fait que l'on accroche tout de suite avec lui. Je me rappelle de toutes les fois où nous mangions ensemble à midi ou lors des missions passées ensemble. J'en garde de très bons souvenirs. J'espère qu'il me sera donné la chance de collaborer à nouveau avec lui.

Fadhel Ben-Chaabane a été le biologiste de la bande. Sans lui mon travail n'aurait pas eu la même saveur. Il a tout de suite senti que le développement du procédé était important. C'est grâce à lui que de nombreuses collaborations ont vues le jour. Sans elles nous n'aurions jamais pu voir si ce que l'on étudiait pouvait se rapprocher de la réalité. Sur le plan humain, c'est quelqu'un à connaître. Il m'a mis tout de suite à l'aise à l'aide de ses nombreuses blagues qui font mouche à tous les coups. Il est également très à l'écoute et ne prend jamais personne de haut. C'est une très grande qualité.

Etienne Jourdié a aussi été très présent tout au long des 3 ans. Il a su me donner de son temps pour que l'on fasse des campagnes de cultures dédiées à une approche GC. J'ai beaucoup apprécié discuter avec lui. Comme Fadhel, il fait preuve d'une très grande ouverture d'esprit. J'espère le recroiser au cours de ma future carrière.

J'aimerais également remercier Dominique Anne-Archard, Isabelle Hénaut et Maxime Moreaud qui ont su m'aider sur les thématiques que je ne métrissais pas du tout. Un travail de recherche est fait d'échanges et ceux-ci m'ont été très profitables.

Dans une thèse expérimentale, il y a aussi beaucoup de contacts avec des techniciens. Pendant les six premiers mois à l'IFP EN j'ai eu la chance de travailler avec Denis Darmanier. Moi je commençais ma carrière et lui la finissait. Il y a eu tout de suite une bonne entente. Il m'a appris beaucoup de choses. J'en garde un très bon souvenir. Bien sûr, d'autres techniciens étaient là aussi pour m'aider lorsque j'avais besoin d'un coup de main : Robert Beaumont, Michael Mejean, Daniel Svezia, Raphael Gonnot, Stéphane Poncet.

J'ai aussi eu la chance de travailler avec plusieurs stagiaires qui m'ont permis d'avoir beaucoup plus de données expérimentales que j'aurais pu obtenir seul. Je remercie Sofia Da Silva, Aurélien Carvalho, Daniela Florez, Siham Oubouhou et Sofien Cavagnol.

Arnaud Cockx a également été présent tout au long de la thèse. Nous avons eues de nombreuses discussions scientifiques et autres. Arnaud m'a également fait confiance pendant les trois années pour assurer les cours de travaux dirigés en mécanique des fluides numérique. Je dois à Christelle Guigui de nombreuses discussions à la machine à café et son idée de paëlla pour ma soutenance de thèse.

Trois ans de thèse de doctorat ce n'est pas seulement que des échanges sur le plan scientifique. C'est aussi des rencontres et du temps passé avec ceux qui me sont chers. Ma compagne, Aurélie, a été présente tout au long de ces trois

ans. Cette présence a été essentielle pour ma réussite. Elle a également su être là dans les moments un peu plus difficiles et à l'écoute de mon travail. Elle a toujours eu confiance en moi et dans le fait que je réussisse à concrétiser ça jusqu'à la soutenance.

Ma famille a aussi beaucoup compté, notamment mes parents et ma sœur. Ils m'ont donné les moyens et le courage de continuer mes études jusqu'à la thèse. Leur présence et leur aide le jour de la soutenance montre à quel point ils voulaient que cette journée soit réussie. La thèse c'est également des rencontres avec de nombreux thésards et stagiaires. Lorsque l'on débute une thèse, on est à peu près sûr que les gens qu'on rencontre partiront avant nous et que ceux que l'on voit arriver seront là pour nous voir partir. J'ai commencé à l'IFP EN dans un bureau de 4 avec Marie Chauve, Ana Lopez Cabrero, Farah Diab. Très vite nous a rejoint le grand Guillaume Montarnal ou celui qui fait le record du jeu où il faut situer des villes sur la carte. L'ambiance était au rendez vous dans ce bureau et il était parfois difficile de se concentrer. Non seulement on était en face au coin café mais l'on recevait la visite des autres thésards disséminés dans d'autres bureaux du bâtiment Malachite. Grâce à ces rencontres multiculturelles, les voyages étaient rapides : Marc Elia le libanais, Mahdi Yazdanpanah l'iranien, Luis Perreira De Olivera et Nuno les portugais et Alberto Servia l'espagnol. Le moment que je garderais le plus en mémoire c'est le fameux karaoké sur PS3 (Singstar) chez Marc. Je n'ai jamais trop su comment le jeu fonctionnait mais ce que je sais c'est que depuis ce jour là je connais sur le bout des doigts les paroles de " Loosing my religion " de R.E.M.. Je me rappellerais aussi beaucoup le 5-0 (désolé Alberto) infligé au Real Madrid par le FC Barcelone fin 2010. Je n'oublierais pas non plus la bonne ambiance de l'équipe de foot à 7 de l'Alsip avec Bertrand, Manu et les autres.

Pour mon retour au département GPE de l'INSA de Toulouse, je retrouve le bureau que j'occupais durant mon stage de master recherche. Une place de choix dans ce bureau qu'on appelle " la ferme des geeks ". Bien sûr dans ce bureau de 7-8 personnes nous ne travaillons pas tous sur de la simulation numérique, en tout cas, le calme ne régnait pas tout le temps et souvent par ma faute. Dans ce bureau j'ai vu Charlotte Bessière, Maelle Douaire, Sébastien Muller, Yanping Liu et Mint finir leur thèse. J'y ai rencontré aussi Benjamin Boulbène avec qui j'ai passé de très bons moments. Petit à petit des nouveaux ont pris la place des anciens : Alexandre Besson, Melody Vlieghe et Mélanie Jimenez. Heureusement pour moi je ne les verrai pas soutenir leur thèse. Nul doute qu'ils iront jusqu'au bout. De l'équipe TIM j'étais le seul thésard à commencer en 2009. J'ai donc dû faire alliance avec nos colocataires de l'équipe SOPHYE avec Patrick Louergue, Aurélien Triger, Yohan Mery et plus tard Damien Arbault. Ce que je me rappellerais toujours c'était la fameuse et indéboulonnable pause canette de 16h. Peu importe le rush au niveau du boulot, on se faisait un point d'honneur de la respecter. Pendant cette petite demi heure, parfois plus, nous refaisions nos thèses, nous nous plainions respectivement de ce qui n'al-

lait pas. Les repas du RU vont aussi me manquer. Pas tellement pour ce que l'on y mangeait mais pour les discussions endiablées que nous avions. On débriéfait sur les résultats de Ligue 1 et de ligue des champions. C'était parfois aussi l'occasion de voir nos cousins de l'équipe Symbiose, Yohan Péchaud et Mathieu Peyre Lavigne. Merci également Hugo et Nico mes potes de classes préparatoires que j'ai souvent vu pendant les trois ans. Merci aussi à tous les crollois que je n'ai pas eu l'occasion de beaucoup voir. Un grand merci à Dany Skeys qui m'a beaucoup fait rire lors de la troisième année. Je n'oublierais pas non plus les 6 mois passés avec Laurent Chatillon qui m'a beaucoup aidé pour la réalisation de mon pilote et avec qui j'ai beaucoup rigolé (moins quand il me battait au tennis). Aussi j'ai eu la chance de me faire aider par José Moreau, Bernard Reboul et Christophe Ellero du service technique. A Toulouse, pendant 2 ans j'ai aussi joué dans une équipe de foot appelée " Joga mochito. Je remercie tous mes partenaires du petit rectangle vert pour avoir partagé ces moments : Seb, GSeb, Vince, Troopa, Guitou, Engue, Bruno, Dany, Toinou, Tonio, Francis.

Résumé

La production d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique est reconnue comme une des voies possibles de réduction des émissions de gaz à effet de serre et de remplacement partiel des énergies fossiles. Pour être compétitif, la production d'enzymes à bas coûts est nécessaire. Ces enzymes sont produites par le champignon filamenteux *Trichoderma reesei*, qui présente, à forte concentration, un comportement fortement rhéofluidifiant pouvant entraîner des limitations de mélange et de transfert de matière lors du changement d'échelle. Dans ce travail, il est proposé de compléter les données de la littérature concernant le temps de mélange, la puissance dissipée et le transfert de matière gaz-liquide (global et local) par des mesures à plusieurs échelles dans des fluides modèles de rhéologie similaire aux milieux biologiques visés. Les modèles et corrélations développés qui en résultent sont directement exploitables pour le design des fermenteurs industriels. Afin d'étudier plus en détail le mélange, le taux de cisaillement et la turbulence, une étude par PIV a été menée sur des milieux transparents. La caractérisation fine de l'hydrodynamique repose sur la dissociation des différentes composantes du mouvement à l'aide de la POD. L'évolution des grandeurs mesurées avec les conditions opératoires permet de fournir des indications précieuses pour l'extrapolation des fermenteurs mettant en œuvre des micro-organismes potentiellement sensibles au cisaillement.

Mots clés : Agitation, mélange, transfert de matière, fermenteur, bioréacteur, aérobie, puissance dissipée, rhéologie, viscosité, non-Newtonien, rhéofluidifiant, bioéthanol, biomasse, *Trichoderma reesei*, champignon filamenteux, taux de cisaillement, dissipation, PIV, POD.

Abstract

Ethanol made from cellulosic biomass is recognized as a promising substitute for fossil fuel and thus as a way to reduce greenhouse gas emissions. To be competitive, low cost cellulosic enzymes produced by the filamentous fungus *Trichoderma reesei* are required. At high biomass concentration, the culture broth becomes so highly shear-thinning that mixing and mass transfer limitations may be encountered when the process is scaled up. In this study, we propose to complete data available in the literature for mixing times, power draw, and mass transfer (local and global) with measurements at several scales in model fluids that mimic the rheology of biological media. Models and correlations that derive from this work can be used directly for industrial fermentor design. In order to study mixing, local shear rate and turbulence in detail, PIV is performed in transparent model fluids. The refined hydrodynamic characterisation relies on the dissociation of instantaneous velocity by means of the POD method. The change of key parameters with operating conditions gives relevant information for the scale-up of shear-sensitive micro-organisms.

Keywords : Stirring, mixing, mass transfer, fermentor, bioreactor, aerobic, power draw, rheology, viscosity, non-Newtonian, shear-thinning, bio ethanol, biomass, *Trichoderma reesei*, filamentous fungi, shear rate, dissipation, PIV, POD.

Introduction

La récente flambée des prix du pétrole (2004 à 2008) a relancé l'intérêt des biocarburants, déjà justifié pour des raisons de diversification des approvisionnements énergétiques, mais aussi pour leur contribution à une réduction des émissions de gaz à effet de serre.

La question du développement de technologies et de systèmes énergétiquement plus durables est en train de s'imposer. En particulier pour le domaine du transport, les biocarburants (biodiesel ou bioéthanol) offrent de réelles potentialités à moyen terme. Pour le cas de l'éthanol, sa production à partir de matières premières lignocellulosiques se heurte encore à des verrous technico-économiques.

Les efforts en recherche et développement, en particulier à l'IFPEN et à l'ADEME, sont conséquents et visent à améliorer l'ensemble du procédé, notamment sur les étapes d'hydrolyse de la cellulose, de la conversion des pentoses et de la production de cellulases en réacteur. Cette dernière permet de produire les enzymes qui vont être utilisées pour hydrolyser la cellulose en sucres fermentescibles en éthanol. La production de ces enzymes représente une part importante du prix de revient de l'éthanol. Le bon déroulement de cette étape est indispensable pour rendre le procédé économiquement viable.

Les enzymes, appelées communément cellulases sont sécrétées dans le milieu de culture par le champignon filamentueux *Trichoderma reesei* dans des fermenteurs (cuves agitées aérées) de grands volumes. L'étape de production d'enzymes peut être améliorée en explorant deux voies complémentaires :

- la biologie, qui a pour objectif d'optimiser la souche du champignon responsable de la synthèse de la cellulase ainsi que les conditions opératoires du point de vue de la cinétique pour maximiser la productivité (thèse E. Jourdiier 2012) ;
- le génie chimique, qui a pour but de réaliser l'extrapolation des réacteurs de la taille laboratoire à une unité comprenant des fermenteurs de 100 m³ ou plus, tout en garantissant les rendements obtenus à l'échelle du laboratoire.

Dans un premier temps, ces deux approches peuvent être menées en parallèle. Pour la partie biologique, les phénomènes de transport et de transfert ne doivent pas intervenir lorsqu'il s'agit de caractériser la cinétique biologique (croissance des micro-organismes, consommation des substrats et production de protéines). Les expérimentations sont menées en régime biologique non limité par les phénomènes physiques (transfert de matière, mélange). De la même façon, pour l'étude du transfert et du mélange dans les fermenteurs, le milieu de culture ne peut être utilisé pour des raisons de coût, de temps de préparation, de respect des conditions de stérilité et de non stabilité au cours du temps. C'est pourquoi la caractérisation des performances est réalisée en

maquette froide (en l'absence de réaction biologique). Pour rendre compte des aspects rhéologiques complexes et évolutifs du milieu de culture, différents milieux « modèles » ont été élaborés et permettent de représenter le milieu biologique tout au long de la croissance des micro-organismes.

Dans le cas des procédés biologiques, le lien entre les choix technologiques et la performance visée n'est pas aussi bien établi qu'en génie chimique classique pour deux raisons. D'une part, les cultures industrielles de très grande taille (200 – 500 m³) ne sont pas aussi répandues qu'en chimie. Il y a donc moins de retour d'expérience. D'autre part les systèmes biologiques évoluent et s'adaptent aux non-idéalités de toutes sortes qui apparaissent à grande échelle du fait des compétitions entre mélange, transferts et réactions. Ainsi les retours d'expériences sont très complexes à analyser et à comparer entre eux. Or, ce sont ces phénomènes de transport qui assurent l'approvisionnement en substrat vers les micro-organismes auxquels est lié le rendement de l'opération. Il est donc important d'étudier les grandeurs clés nécessaires au bon déroulement de la réaction dans des réacteurs de tailles différentes de l'échelle du laboratoire. Ces connaissances pourront permettre à terme de :

- construire des expériences de réduction d'échelle (« scale down ») qui retranscrivent les conditions de production industrielle ;
- créer des outils de prédiction dans lesquels il sera possible de coupler biologie et phénomènes de transport.

La thèse a pour objectif l'acquisition de données expérimentales spécifiques à la production de cellulase par une approche conventionnelle du Génie Chimique. Ce manuscrit synthétise les travaux de recherche effectués les 30 derniers mois sur l'étude du transfert de matière et du mélange dans les milieux à rhéologie complexe. Cette étude s'est déroulée, pour ma part, à l'IFP Energies nouvelles de Lyon (IFPEN) pendant les 6 premiers mois et s'est poursuivie au LISBP de Toulouse. Tout au long du travail, de nombreuses missions ont été effectuées à Lyon pour faire des points d'avancement ou former les stagiaires sur les maquettes froides. Aurélien Carvalho a travaillé sur la détermination du temps de mélange en milieux complexes. Sofia Da Silva a effectué un stage sur le transfert de matière en configurations de forte agitation et de colonnes à bulles. Enfin, Siham Oubbouhou a travaillé sur la détermination expérimentale des aires interfaciales et des vitesses de transfert en milieux non Newtoniens. Plusieurs campagnes de cultures biologiques ont aussi été suivies à l'IFPEN de Rueil-Malmaison. Sofien Cavagnol y a réalisé son stage de master sur le suivi rhéologique en cours de croissance et la détermination d'un milieu modèle hétérogène. Le manuscrit, qui synthétise tous ces travaux, est composé de cinq chapitres. Dans la première partie le problème est analysé en faisant référence à la littérature. Dans la deuxième partie sont présentées les installations ainsi que les techniques de mesures utilisées. Le chapitre 3 est consacré à la caractérisation du milieu de culture biologique et des milieux modèles utilisés pour les mesures de transfert de matière et de mélange. Dans le chapitre 4, sont présen-

tées les mesures à trois échelles, de puissance dissipée, de rétention gazeuse, de temps de mélange et de transfert de matière global et local. Enfin le dernier chapitre traite de la détermination expérimentale (par PIV) du taux de cisaillement dans un réacteur agité qui fait intervenir un milieu non Newtonien.

Nomenclature

Lettres latines

$a_k^{(I)}$	Coefficient associé au mode I et à la réalisation k	$m \cdot s^{-1}$
b	Largeur de la contre pale	m
Δb	Espacement entre la contre pale et la cuve	m
Δc	Espacement entre les mobiles	m
C_m	Couple mécanique	N·m
C_l	Concentration en oxygène dans le liquide	$mol \cdot m^{-3}$
C_g	Concentration en oxygène dans le gaz	$mol \cdot m^{-3}$
d	Diamètre du distributeur de gaz	m
D	Diamètre du mobile d'agitation	m
D_c	Diamètre de la caverne	m
D_L	Coefficient de diffusion	$m^2 \cdot s^{-1}$
D_t	Taux de dilution	h^{-1}
e	Épaisseur cisailée	m
Fl	Nombre de pompage ($Fl = Qg_l / ND^3$)	(-)
Fl_G	Nombre d'aération ($Fl_G = Qg / ND^3$)	(-)
Fl_G^*	Nombre d'aération calculé à N_{opt}	(-)
Fr	Nombre de Froude ($Fr = N^2 D / g$)	(-)
Qg	Débit de gaz volumique	$m^3 \cdot s^{-1}$
Qg,l	Débit de pompage	$m^3 \cdot s^{-1}$
h	Hauteur de l'entrefer	m
H	Hauteur du liquide	m
H_c	Hauteur de la caverne	m
k'	Energie cinétique turbulente	$m^2 \cdot s^{-2}$
k	Energie cinétique totale	$m^2 \cdot s^{-2}$
K	Facteur de consistance	$(N \cdot m^{-2} s)^{1/2}$
K_c	Viscosité de Casson	$Pa \cdot s^n$
K_S	Constante de demi saturation du substrat considéré	$g \cdot L^{-1}$
k_S	Constante de l'équation de Metzner & Otto (1957)	(-)
k_f	Facteur dans l'équation (1.1)	(-)

Lettres latines (suite)

k_{la}	Coefficient de transfert de matière (volume global)	s^{-1} / h^{-1}
m	Coefficient de partage	(-)
n	Indice du fluide	(-)
N	Vitesse de rotation du(des) mobile(s)	s^{-1}
N_{opt}	Vitesse de rotation correspondant à $5000 W \cdot m^{-3}$	s^{-1}
N_{CD}	Vitesse minimale de rotation pour atteindre la dispersion complète	s^{-1}
Np_0	Nombre de puissance monophasique	(-)
Np_{ts}	Nombre de puissance du mobile de fond de cuve	(-)
Np_g	Nombre de puissance sous aération	(-)
P	Puissance	W
P_0	Puissance dissipée sans aération	W
p_0	Pression atmosphérique	Pa
P_g	Puissance sous aération	W
R_1	Diamètre du cylindre fixe du rhéomètre de Couette	m
R_2	Diamètre du cylindre mobile du rhéomètre de Couette	m
Re	Nombre de Reynolds de l'écoulement	(-)
Re_m	Nombre de Reynolds modifié pour le calcul en milieu non Newtonien	(-)
S	Concentration en substrat	$g \cdot L^{-1}$
S_F	Concentration en substrat à l'entrée du réacteur	$g \cdot L^{-1}$
s	Hauteur du distributeur de gaz	m
S	Section du réacteur	m^2
T	Diamètre du réacteur	m
T_p	Température	K
t_c	Temps de circulation	s
$t_{mix,95\%}$	Temps de mélange à 95% de l'homogénéité	s
U_i	Vitesse instantanée	$m \cdot s^{-1}$
U^*	Vitesse moyenne normalisée par U_{tip}	(-)
U_{tip}	Vitesse en bout de pale	$m \cdot s^{-1}$
\bar{U}_i	Vitesse moyenne	$m \cdot s^{-1}$
$u_{i,fluc}$	Vitesse fluctuante	$m \cdot s^{-1}$

Lettres latines (suite)

\tilde{u}	Vitesse du mouvement organisé	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
u'	Vitesse du mouvement turbulent	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
u_{rms}	Racine carrée de la moyenne des carrés des vitesses fluctuantes	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
v_x	Vitesse de cisaillement	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
V_s	Vitesse superficielle du gaz ($V_s = Qg/S$)	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
V	Volume du réacteur	m^3
V_t	Vitesse terminale d'ascension, $V_t = 0.265 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
w	Hauteur de la pale de l'agitateur	m
X	Concentration en biomasse	$\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
$Y_{X/S}$	Rendement de croissance	$\text{gX}\cdot\text{gS}^{-1}$
z^*	Hauteur adimensionnalisée	(-)

Lettres grecques

α	Exposant de P/V dans la corrélation pour le calcul du $k_l a$	(-)
β	Exposant de V_s dans la corrélation pour le calcul du $k_l a$	(-)
χ	Exposant sur la viscosité apparente dans la corrélation pour le $k_l a$	(-)
ϵ_G	Taux de gaz	(-)/%
ϵ	Dissipation visqueuse de l'énergie cinétique turbulente	$\text{W}\cdot\text{kg}^{-1}$
ϕ_I	Champ propre associé au mode I	(-)
γ	Déformation	(-)
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement	s^{-1}
$\dot{\gamma}_{moy}$	Taux de cisaillement moyen	s^{-1}
$\eta_{Kolmogorov}$	Echelle de Kolmogorov	m
λ_I	Valeur propre associée au mode I	$\text{m}^2\cdot\text{s}^{-2}$
λ_{Taylor}	Micro échelle de Taylor	m
μ	Viscosité dynamique	$\text{Pa}\cdot\text{s}$
μ_a	Viscosité apparente	$\text{Pa}\cdot\text{s}$
μ_X	Vitesse spécifique de croissance	s^{-1}
μ_{Xmax}	Vitesse spécifique de croissance maximale	s^{-1}
ρ	Masse volumique	$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
ρ_l	Masse volumique du liquide	$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
σ	Tension superficielle	$\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$
τ	Contrainte de cisaillement	Pa
τ_r	Temps de réponse de la sonde à oxygène	s
τ_0	Contrainte critique dans le modèle de Bingham	Pa

Table des matières

Remerciements	v
Résumé	ix
Abstract	xi
Introduction	xiii
Nomenclature	xvii
1 Contexte, analyse et objectifs	1
I Contexte	1
I.A Les enjeux et les ressources	1
I.B La production d'éthanol	5
II Analyse du problème	10
II.A Le milieu de culture	10
II.B Le mélange	19
II.C Le transfert de matière	29
III Objectifs	40
III.A Extrapolation des fermenteurs	40
III.B Objectifs de l'étude et de la thèse	42
III.C Architecture du manuscrit	44
2 Dispositifs expérimentaux et méthodes de mesures utilisées	45
I Les réacteurs agités	45
I.A Les maquettes froides de Solaize T30 et T60	45
I.B La maquette froide de Toulouse T45	47
I.C Le fermenteur de 20L (Rueil-Malmaison)	49
II Instruments et techniques de mesure	50
II.A Les rhéomètres	50
II.B Mesure de la puissance dissipée	50
II.C Mesure du temps de mélange	51
II.D Mesure du transfert de matière global	53
II.E Mesure de la taille des bulles	55
II.F Système d'acquisition du suivi de particules (PIV)	56
III Les milieux modèles	57
III.A Les milieux modèles homogènes	57
III.B Le milieu modèle hétérogène	58

3	Analyse de la rhéologie durant la croissance de <i>Trichoderma reesei</i> et caractérisation des milieux modèles	59
I	Culture	59
I.A	Conditions opératoires et analyse de la culture	59
I.B	Morphologie de la culture	61
II	Rhéologie au cours de la croissance	62
II.A	Pré-cisaillement du milieu	62
II.B	Choix du type de mobile pour les mesures sur le milieu biologique	62
II.C	Evolution de la viscosité au cours de la culture	63
III	Choix et caractérisation des milieux modèles	67
III.A	Les milieux modèles homogènes pour le transfert et le mélange global	67
III.B	Les milieux modèles homogènes pour le suivi de particules	68
III.C	Les milieux modèles hétérogènes pour le transfert global	73
IV	Conclusion sur le chapitre 3	75
4	Caractérisation du transfert de matière et de l'hydrodynamique dans les cuves agitées en présence de milieux de différentes rhéologies	77
I	Puissance dissipée	78
I.A	Puissance dissipée sans aération	79
I.B	Puissance dissipée avec aération	80
II	Mélange	90
II.A	Temps de mélange	90
II.B	Cavernes dans un fluide à seuil	93
III	Rétention gazeuse globale	97
III.A	Rétention gazeuse en eau	97
III.B	Rétention gazeuse en milieux modèles	99
IV	Transfert de matière en milieux modèles	104
IV.A	Transfert de matière global en eau	105
IV.B	Transfert de matière global en milieux modèles	107
IV.C	Estimation indépendante de la vitesse de transfert de matière et de l'aire interfaciale	118
V	Transfert de matière en condition de culture	125
V.A	Validation de la mesure de puissance par mesure du transfert en eau	125
V.B	Transfert de matière global en cours de culture	126
VI	Conclusion sur le chapitre 4	128
5	Analyse de l'hydrodynamique locale en milieux complexes	133
I	Hydrodynamique locale en cuves agitées	133
II	Principe de la vélocimétrie par image de particules	137
III	Validation de la mesure	139
III.A	Analyse de sensibilité	140

III.B	Vitesses moyennes	142
III.C	Vitesses fluctuantes	147
IV	Analyse des champs moyens	149
V	Application de la POD à un fluide non Newtonien dans le but de décomposer le champ de vitesse.	153
V.A	Principe de la POD	154
V.B	Analyse des valeurs propres et des champs	155
V.C	Décomposition des différents taux de cisaillement	166
V.D	Hétérogénéité de viscosité apparente au sein de la cuve	171
VI	Influence du mobile sur le taux de cisaillement	173
VII	Conclusion sur le chapitre 5	174
Conclusion		177
Annexe A		201
I	Mesures des propriétés rhéologiques	201
I.A	Rhéomètre plan	201
I.B	Rhéomètre de Couette	202
I.C	Rhéomètre cône-plan	202
I.D	Rhéomètre à pales	204
II	Les méthodes de caractérisation du mélange	206
II.A	Les méthodes visuelles	207
II.B	Les méthodes quantitatives	207
II.C	Traitement des données de temps de mélange	208
III	Les méthodes de caractérisation du transfert de matière	209
III.A	Méthodes de mesure en absence de consommation	210
III.B	Méthodes de mesure avec consommation	212
IV	Données PIV complémentaires	213

Table des figures

1.1	Schéma du procédé de production d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique	7
1.2	Schéma du procédé de production de cellulase	8
1.3	Morphologies des champignons filamenteux : dispersée (gauche et milieu), pelote (droite). (Amanullah et al., 2000).	10
1.4	Bioréacteur batch (Delafosse, 2008) d'après Bailey et al. (1986)	14
1.5	Bioréacteur continu (Delafosse, 2008) d'après Bailey et al. (1986)	15
1.6	Bioréacteur fed-batch (Delafosse, 2008) d'après Bailey et al. (1986)	16
1.7	Représentation d'un cisaillement pur	17
1.8	Fluide (1) Newtonien, (2) à seuil, (3) rhéofluidifiant, (4) rhéoépaississant.	18
1.9	Différents mobiles d'agitation. En haut des mobiles à dispersion radiale. De gauche à droite : Turbine de Rushton à 6 pales, Chemineer CD6 et Chemineer BD6, En bas à gauche un mobile à pales inclinées et à droite un mobile Chemineer Maxflo W.	21
1.10	Nombres de puissance de plusieurs mobiles en fonction du nombre de Reynolds (Paul et al., 2004).	22
1.11	Schéma représentant l'allure des cavités de basse pression se formant derrière les pales du mobile (Paul et al., 2004).	24
1.12	Représentation schématique des changements de régimes hydrodynamiques de la phase gaz : (a) engorgement, (b) chargement, (c) dispersion complète (Paglianti et al., 2000).	25
1.13	Carte des régimes d'écoulement pour une turbine de Rushton en configuration standard et $D/T = 0, 4$. (1) en dessous de la vitesse minimale de dispersion, (2) cavités en vortex, pas de recirculation, (3) cavités en vortex avec recirculation, (4) engorgement, (5) chargement avec grandes cavités, (6) grandes cavités avec recirculation (Paul et al., 2004).	26
1.14	Modèle du double film de Whitman	30
2.1	Géométrie des cuves agitées. Les valeurs des paramètres géométriques sont données dans le tableau 2.1. Sur la droite sont présentés les trois types d'agitateurs utilisés pour T_{30} et T_{60} : a : turbine de Rushton à six pales droites (R) ; b : quatre pales inclinées (PB) ; c : Mixel TT (TT).	46
2.2	Mobiles utilisés pour le suivi de particules.	48
2.3	Fermenteur de 20 L utilisé dans les travaux de Gabelle et al. (2012)	49
2.4	Système d'injection du traceur.	52
2.5	Création des zones d'interrogations pour le traitement d'image.	53

2.6	Dispositif de mesure de la taille des bulles	55
2.7	Dispositif de mesure de suivi de particules	56
3.1	Profil type d'une culture Batch dans le réacteur de 20 L. Evolution des concentrations (glucose et biomasse) et des conditions opératoires.	60
3.2	Microscopie optique, campagne <i>K716</i> (Hénaut & Cavagnol, 2010).	61
3.3	Effet du pré-cisaillement sur la mesure (Hénaut & Cavagnol, 2010)	63
3.4	Suivi de la viscosité au cours des cultures <i>K716</i> , <i>K717</i> et <i>K734</i> (Hénaut & Cavagnol, 2010).	64
3.5	Suivi de la viscosité en cours de croissance dans le fermenteur de 20 L. Les symboles pleins font référence aux mesures avec une géométrie de type cylindres coaxiaux. Les symboles vides font référence aux mesures avec une géométrie de type cône-plan (rhéomètre AR2000).	65
3.6	Evolution du facteur de consistance en fonction de la concentration en biomasse pour plusieurs cultures et différentes géométries de mesure.	66
3.7	Rhéogrammes des milieux modèles homogènes utilisés pour les mesures de k_{La}	67
3.8	Evolution de la viscosité du Zetag au cours du temps.	70
3.9	Rhéogrammes des milieux Zetag pour l'étude en suivi de particules.	70
3.10	Rhéogramme du Carbopol ®980 pour l'étude en suivi de particules.	71
3.11	Rhéogrammes complets des milieux modèles homogènes.	72
3.12	Effet du pré-cisaillement sur les mesures des milieux modèles hétérogènes. Solution à 30 g·L ⁻¹ de fibres et 0,2% de XG.	73
3.13	Rhéogrammes des milieux modèles hétérogènes.	74
3.14	Evolution des paramètres rhéologiques des milieux hétérogènes en fonction de la concentration en fibres.	74
4.1	Evolution du nombre de puissance aéré pour différents débits de gaz.	80
4.2	Nombres de puissance aérés en fonction du débit de gaz pour différentes configurations et milieux.	81
4.3	Rapport entre la puissance dissipée monophasique et la puissance dissipée aérée pour différents mobiles de fond de cuve (R, TT et PB) en fonction de la vitesse superficielle de gaz.	83
4.4	Comparaison entre les valeurs de P_g/P_0 calculées par la corrélation (4.4) et les données expérimentales.	85
4.5	Evolution de la DRP en fonction du débit de gaz en T_{30} pour le mobile Lightnin A315 en pompage ascendant et descendant.	85

4.6	Comparaison entre la vitesse de rotation optimale N_{opt} (N à $5000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$) et la vitesse minimale de dispersion complète (N_{CD}) en fonction du nombre d'aération Fl_G^*	86
4.7	Comparaison entre la prédiction de P_g/P_0 et les données expérimentales selon les configurations.	88
4.8	Comparaison entre le modèle de prédiction de la DRP et les modèles les plus utilisés dans la littérature (Calderbank, 1958; Nagata, 1975; Loiseau <i>et al.</i> , 1977; Luong & Volesky, 1979) pour une configuration R mono-étagée.	89
4.9	Evolution du produit $N \cdot t_{mix,95\%}$ en fonction du nombre de Reynolds. Conditions non aérées, configuration RPB en eau et en milieux modèles dans T_{30} et T_{60}	90
4.10	Temps de mélange monophasique à 95% de l'homogénéité. La ligne continue représente la corrélation de Cooke <i>et al.</i> (1988) (équation (1.19)).	91
4.11	Temps de mélange aérés à 95% de l'homogénéité.	92
4.12	Visualisation 4 s après injection du traceur pour T_{30} et RPB à 400 rpm. De gauche à droite : Eau, CMC 0,5% (S.A.), XG 0,5%, XG 0,5% à $V_s = 7,8 \cdot 10^{-3} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ (Gabelle <i>et al.</i> , 2011).	93
4.13	Photos des cavernes dans du Carbopol980 à 0,08%.	95
4.14	Diamètre adimensionnel de la caverne en fonction de la contrainte adimensionnelle.	96
4.15	Evolution du volume de la caverne en fonction de la puissance dissipée volumique. La ligne continue représente le volume du réacteur.	96
4.16	Evolution de la rétention gazeuse en fonction de la puissance dissipée volumique à différentes vitesses superficielles de gaz en configuration R.	98
4.17	Diagramme de parité entre la mesure de rétention gazeuse en eau et la prédiction par la corrélation (4.6). Les traits discontinus représentent une erreur de $\pm 20\%$	99
4.18	Rétention gazeuse en fonction de la puissance dissipée volumique pour une vitesse superficielle égale à $16 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$	100
4.19	Effet du mobile et de la structure du fluide sur la rétention gazeuse.	100
4.20	Diagramme de parité entre la mesure de la rétention gazeuse et la prédiction par l'équation (4.7).	102
4.21	Comparaison entre les mesures de rétention gazeuse et la prédiction par l'équation (4.8) pour une vitesse superficielle égale à $7,9 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$	103
4.22	Diagramme de parité entre la mesure de la rétention gazeuse et la prédiction par la corrélation de l'équation (4.8). Les traits discontinus représentent une erreur de $\pm 20\%$	103
4.23	Comparaison des modèles de traitement pour le calcul du k_{La}	105

4.24	Mesure du $k_{l}a$ en eau dans T_{30} pour deux vitesses superficielles et plusieurs configurations de mobiles. Les traits représentent la prédiction par l'équation (1.29).	106
4.25	Diagramme de parité représentant les valeurs de $k_{l}a$ prédits par la corrélation (1.29) de type I et les valeurs expérimentales pour le cas de l'eau.	106
4.26	Mesure du coefficient de transfert de matière $k_{l}a$ en fonction de la puissance dissipée volumique pour les différents milieux étudiés dans T_{30} pour deux vitesses superficielles de gaz.	109
4.27	Comparaison entre les mesures de $k_{l}a$ dans le réacteur T_{30} et T_{60} pour les milieux modèles et une vitesse superficielle égale à $7,8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$	110
4.28	Diagrammes de parité entre les valeurs de $k_{l}a$ mesurées et les valeurs prédites pour les milieux homogènes.	112
4.29	Effet de la structure du milieu sur le transfert de matière dans le réacteur T_{60}	114
4.30	Diagramme de parité entre les valeurs de $k_{l}a$ mesurées le XG02SF40 et le $k_{l}a$ prédit par la corrélation de type III. Les traits discontinus représentent les erreurs à $\pm 20\%$	114
4.31	Effet de la taille du réacteur sur le transfert de matière. Les traits représentent la prédiction par l'équation (4.11).	115
4.32	Mesure du transfert de matière en fonction de la vitesse superficielle dans T_{30} et T_{60} pour les différents fluides utilisés. Les traits représentent la prédiction du $k_{l}a$ par l'équation (4.12).	116
4.33	Diagrammes de parité entre les valeurs de $k_{l}a$ mesurées sans agitation et les valeurs prédites par les équations (a) : équation (1.42) type II et (b) : équation (4.12) type III.	117
4.34	Effet de la puissance dissipée fournie par l'agitation mécanique sur le transfert de matière.	118
4.35	Images de bulles en zone 3, $Qg = 0,4 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$, $N = 300 \text{ rpm}$	120
4.36	Convergence en diamètre de Sauter et distribution en taille de bulle (Eau, zone 3).	121
4.37	Mesure du diamètre de Sauter moyen pour trois valeurs de puissance dissipée volumique.	121
4.38	Diagramme de parité entre les valeurs prédites par la corrélation et celles mesurées dans la cuve T_{45} . Les lignes discontinues représentent les erreurs à $\pm 15\%$	122
4.39	Mesure de l'aire interfaciale en fonction de la puissance dissipée volumique.	123
4.40	Estimation de la vitesse de transfert en fonction de la puissance dissipée volumique.	124
4.41	Comparaison des valeurs de k_{l} mesurées et celles prédites par les équations (1.26) et (1.28).	124

4.42	Evolution de la vitesse de transfert en fonction de la viscosité apparente du fluide.	125
4.43	Mesures de nombres de puissance aérés en eau pour les trois configurations testées et diagramme de parité entre les mesures de $k_L a$ en eau et et les valeurs prédites par l'équation (4.11).	126
4.44	Comparaison entre le $k_L a$ mesuré durant la croissance du champignon et les valeurs prédites par différentes corrélations issues de la littérature ; D'après Gabelle et al. (2012)	127
5.1	Principe de la PIV	137
5.2	Evaluation du déplacement par la corrélation croisée (source Davis 7.2®)	138
5.3	Mire de résolution	139
5.4	Convergence statistique suivant la grandeur calculée.	141
5.5	Convergence statistique pour un profil situé à $r/R = 1,07$	142
5.6	Reproductibilité de la vitesse moyenne sur un profil situé à $r/R = 1,07$	142
5.7	Reproductibilité des vitesses fluctuantes sur un profil $r/R = 1.07$	143
5.8	Reproductibilité de la somme des composantes diagonales u_{fluc}^2 et w_{fluc}^2	144
5.9	Comparaison des profils verticaux de vitesse moyenne radiale normalisée obtenus dans cette étude avec ceux de Escudie & Liné (2003)	144
5.10	Comparaison de la vitesse radiale moyenne normalisée avec le modèle de Veneker et al. (2010)	145
5.11	Comparaison des profils verticaux de vitesse moyenne axiale normalisée obtenus dans cette étude avec ceux de Escudie & Liné (2003)	146
5.12	Evolution de la vitesse radiale normalisée au niveau du mobile.	146
5.13	Comparaison des mesures de profils verticaux des vitesses normalisées fluctuantes avec les données de Escudie & Liné (2003) en $r/R = 1.07$	147
5.14	Comparaison des mesures de vitesses fluctuantes u_{rms} et w_{rms} sur un profil horizontal à $z^* = 0$ avec les données de Escudie & Liné (2003) et les modèles de Dyster et al. (1993) et Veneker et al. (2010)	148
5.15	Champs de vecteurs vitesse dans toute la zone d'étude dans de l'eau pour les trois types de mobiles à même puissance dissipée égale à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$: (a) R, (b) A310, (c) A315.	150
5.16	Champs de vecteurs vitesse dans toute la zone d'étude dans le Carbopol 0,08% pour les trois types de mobiles à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$: (a) R, (b) A310, (c) A315. $Re = 100 - 300$	150

5.17	Champs de vecteurs vitesse dans toute la zone d'étude dans le Zetag pour deux concentrations à 150 rpm pour la configuration R : (a) 0, 1%, (b) 0, 4%.	151
5.18	Evolution du nombre de pompage en fonction du nombre de Reynolds	152
5.19	Evolution des valeurs propres normalisées en fonction du numéro du mode POD.	156
5.20	Champs de vecteurs des modes 1, 2, 3, 4, 11 and 12 issus de la POD : (a) mode 1, (b) mode 2, (c) mode 3, (d) mode 4, (e) mode 12, (f) mode 13 pour $N = 150$ rpm.	157
5.21	Distributions des coefficients $a_k^{(I)}$ pour les modes 1, 2, 4, 12 pour $N = 150$ rpm : (a) mode 1, (b) mode 2, (c) mode 4, (d) mode 12.	158
5.22	Comparaison des profils radiaux de la composante (a) axiale U_I et (b) verticale W_I des ϕ_I pour les modes 1, 2, 3 et 12.	159
5.23	Vitesses radiales et axiales moyenne pour l'eau à 150 rpm et le Carbopol 980 à 150, 205 et 250 rpm. Les traits continus représentent les vitesses reconstruites du mode 1 avec la POD.	160
5.24	Coefficients $a_k^{(2)}$ en fonction de $a_k^{(3)}$ pour les trois vitesses d'agitation (150, 205 et 250 rpm).	161
5.25	Champs de vecteurs et lignes de courant associées au mouvement organisé des modes 2 et 3 (équation (5.20)) : (a) et (b) $\phi = 0$, (c) et (d) $\phi = \pi/4$, (e) et (f) $\phi = \pi/2$	162
5.26	Distributions normées des vitesses turbulentes radiales et axiales pour un point dans le jet du mobile pour $N = 150$ rpm.	163
5.27	Profils normalisés d'énergie cinétique turbulente et du taux de dissipation dans le Carbopol 0.08% à trois vitesses d'agitation.	164
5.28	Profils verticaux des échelles caractéristiques de la turbulence à $r/R = 1,07$: (a) échelle de Kolmogorov η , (b) micro échelle de Taylor λ	165
5.29	Taux de cisaillement local : (a) du mouvement moyen à 150 rpm, (b) du mouvement organisé à 150 rpm, (c) du mouvement turbulent à 150 rpm, (d) total à 150 rpm, (e) total à 205 rpm, (f) total à 250 rpm.	168
5.30	Distribution du taux de cisaillement dans la zone de jet pour le Carbopol 0, 08% à 205 rpm.	170
5.31	Distribution du taux de cisaillement dans les zones hors du jet de l'agitateur pour le Carbopol 0, 08% à 205 rpm.	170
5.32	Evolution des quatre taux de cisaillement dans le Carbopol 0.08% en fonction de la puissance dissipée volumique. Les résultats sont comparés avec des corrélations de la littérature.	171
5.33	Champs de taux de cisaillement à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$ dans du Carbopol 0, 08% pour différents mobiles dans toute la zone d'étude : (a) R , (b) A310, (c) A315.	173

34	Rhéomètre cône-plan	203
35	Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans de l'eau à 150 rpm.	213
36	Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Carbopol à 0,08% à 150 rpm.	214
37	Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Zetag à 0,1% à 150 rpm.	214
38	Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Zetag à 0,2% à 150 rpm.	215
39	Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Zetag à 0,4% à 150 rpm.	215

Liste des tableaux

1.1	Composition de la biomasse lignocellulosique (source IFPEN) . . .	5
1.2	Modèles rhéologiques pour les champignons filamenteux	19
1.3	Nombre de puissance en régime turbulent et pour une configuration standard ($H/D = 1$) (Nienow, 1998)	23
1.4	Corrélations empiriques pour la prédiction du $k_{l}a$ en eau ($k_{l}a$ en s^{-1})	35
1.5	Corrélations pour la prédiction du taux de cisaillement moyen en colonne à bulles.	39
2.1	Dimensions caractéristiques des trois réacteurs	46
2.2	Configurations et tailles des agitateurs utilisés pour T_{30} et T_{60} . . .	47
2.3	Nombres de puissance et ratio par rapport au diamètre de cuve .	48
3.1	Valeur de la puissance sur la concentration en biomasse dans l'équation (3.1) suivant le type de souche.	66
3.2	Paramètres rhéologiques de la loi puissance (voir tableau 1.2) dans la gamme de taux de cisaillement comprise entre 10 et $300 s^{-1}$. 68	
3.3	Description des mesures et des échantillons pour l'étude de la stabilité du Zetag dans le temps.	69
3.4	Paramètres rhéologiques du Zetag sous forme d'une loi puissance. 71	
3.5	Paramètres rhéologiques du modèle de Bingham pour le Carbo-pol ®980 dans une gamme de taux de cisaillement comprise entre 0,01 et $1000 s^{-1}$	72
4.1	Nombres de puissance non aérés (déduits de la mesure de couple mécanique) mesurés à la vitesse maximale d'agitation sans aspiration du gaz par la surface.	79
4.2	Constantes du modèle pour la prédiction de la DRP	87
4.3	Modèles pour la prédiction des cavernes	94
4.4	Constantes des milieux dans l'équation (4.7).	101
4.5	Corrélations pour la prédiction du $k_{l}a$ en eau.	107
4.6	Comparaisons des corrélations obtenues suivant les différentes corrélations pour le calcul du cisaillement moyen. (*) avec un facteur correctif de 1,15	111
4.7	Conditions opératoires pour les mesures de transfert de matière locales.	119
5.1	Vitesses d'agitation utilisées dans cette étude selon les différents mobiles d'agitation (les vitesses sont données en rpm).	149

5.2	Conditions opératoires et valeurs moyennées du taux de cisaillement, de la viscosité apparente et de la dissipation totale.	153
5.3	Pourcentage de l'énergie cinétique associée à chaque mode.	156
5.4	Analyse des coefficients associés au premier mode $a_k^{(I)}$ en $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$	159
5.5	Comparaison entre les viscosités apparentes calculées pour un taux de cisaillement moyen et moyenne des viscosités apparentes locales.	172

Contexte, analyse et objectifs

I Contexte

I.A Les enjeux et les ressources

I.A.A Les enjeux des biocarburants

Contexte pétrolier

D'ici 2030, la demande mondiale en énergie primaire devrait augmenter de 60 à 75%, principalement à cause de la croissance démographique mondiale et de l'augmentation de la consommation des pays en voie de développement (Maisonnier, 2010). Parmi les sources primaires d'énergie, le pétrole demeurera l'énergie dominante avec une part de 35 à 45%. Sur la période 2000-2030 la demande mondiale en pétrole brut devrait passer de 73 Mb/j à 108 Mb/j. Cette croissance s'accompagnera cependant d'un repli du pétrole vers des usages spécifiques, difficilement substituables comme la pétrochimie ou surtout le transport.

Avec cette hausse de consommation des combustibles fossiles, on peut s'attendre à une augmentation des émissions de gaz à effet de serre provoquant un réchauffement global de la température de la terre ainsi que des dérèglements climatiques. Dans une vingtaine d'année, la contribution du pétrole aux émissions de CO₂ serait de 37% et 32% pour le charbon (Ballerini & Alazard-Toux, 2006).

En décembre 2008, une directive européenne (2009/28/CE) a été adoptée. Elle vise d'ici à 2020 à augmenter la part des énergies renouvelables jusqu'à 20% de la consommation énergétique européenne. Une mesure spécifique au secteur du transport fixe à 10% l'incorporation de carburants renouvelables dans la consommation totale des carburants automobiles. Actuellement, les principaux substituts aux carburants fossiles sont les biocarburants. Leur utilisation en mélange dans les carburants traditionnels pourrait permettre de réduire les émissions de gaz à effet de serre liées au secteur du transport sans modification majeure des infrastructures de distribution ni des véhicules.

Les atouts de la biomasse

La biomasse présente la première ressource d'énergie renouvelable à l'échelle du globe, devant l'hydraulique, le solaire et l'éolien (Lorne, 2010). La biomasse végétale présente l'intérêt d'avoir recours à la photosynthèse pour sa croissance. Elle utilise l'énergie solaire, pour décomposer l'eau qu'elle contient dans ses cellules, et le CO₂ de l'atmosphère, pour le transformer en matière végétale, principalement des hydrates de carbone, dont la cellulose. Grâce à ce processus, le CO₂ émis dans l'atmosphère lors de la conversion d'une matière végétale en énergie peut être considéré comme neutre vis-à-vis du bilan carbone. Ainsi, lors de la combustion d'un mélange essence-bioéthanol dans un moteur, seul le CO₂ fossile est comptabilisé comme contribuant à l'effet de serre sur l'ensemble de la chaîne. Un combustible 100% biomasse issu d'une plante peu exigeante en intrants agricoles pourrait ainsi réduire très significativement la contribution à l'effet de serre (Farrell *et al.*, 2006).

Les biocarburants

Il existe trois (filiales ou) générations de biocarburants qui se distinguent par rapport à la nature de la matière première utilisée et qui présentent un état d'avancement différent :

1. les carburants de première génération sont produits à partir des plantes sucrières (canne à sucre, betterave) et amylacées (maïs, blé...) qui peuvent entrer en concurrence avec l'alimentation humaine,
2. les carburants de deuxième génération utilisent tout type de biomasse végétale lignocellulosique (plante entière),
3. les carburants de troisième génération, dits alguocarburants, mobilisent les lipides contenus dans les microalgues.

Il existe actuellement deux filiales de production de biocarburants :

- le biodiesel constitué d'esters méthyliques d'huiles végétales fabriqués à partir d'huiles végétales (colza, tournesol, soja). Ce carburant est utilisé en mélange dans le gazole.
- l'éthanol, issu de la fermentation des sucres contenus dans les plantes sucrières (betterave, canne à sucre) ou amidonnières (blé, maïs).

L'éthanol peut être directement incorporé à l'essence jusqu'à 10% ou être transformé en Ethyl-Tertio-Butyl-Ether (ETBE) avant incorporation jusqu'à 22%. Les carburants de première génération sont déjà présents sur le marché avec plusieurs unités de productions en France, tandis que ceux de deuxième génération sont encore au stade de la recherche en laboratoire ou au stade de démonstration. L'éthanol est aujourd'hui le biocarburant le plus produit dans le monde. Il est principalement fabriqué au Brésil à partir de canne à sucre et aux Etats-Unis à partir de maïs.

L'objectif principal de la production de biocarburants est de combiner diminution de la dépendance au pétrole et réduction de l'impact sur l'environnement, notamment en termes de rejets de gaz à effet de serre. Néanmoins, cet impact positif en termes d'effet de serre peut être moins favorable voire négatif en cas de changements d'affectation des sols. Si les cultures énergétiques viennent en remplacement d'un précédent cultural classique (cultures alimentaires), la conversion n'aura pas d'impact direct majeur. En revanche, si elles viennent se substituer à des précédents qui stockent des quantités importantes de carbone dans le sol et dans la partie aérienne des plantes (tourbières, forêts, prairies...), le changement d'affectation des terres provoquera une libération massive de carbone (décomposition micro-organique, combustion...), sous forme de CO₂ et ce, pendant plusieurs années suivant la mise en place des cultures.

Pour ces raisons, le développement de la production de bioéthanol et de biodiesel de première génération reste limité par la compétition des matières premières avec les usages alimentaires et la disponibilité des surfaces de culture. La nouvelle filière de production d'éthanol de deuxième génération vise à utiliser comme matière première végétale la plante entière (et non uniquement les éléments de réserve). Cette filière vise trois types de ressources, les déchets industriels, les résidus agricoles et forestiers ou les cultures dédiées. Ce type de biomasse représente la plus importante ressource renouvelable de la planète. Néanmoins des recherches sont encore nécessaires en vue de mettre au point un procédé compétitif.

Trois questions se posent aujourd'hui pour analyser la filière de production de biocarburants de deuxième génération. Dans un premier temps, il est nécessaire de quantifier précisément l'impact de la filière sur l'émission des gaz à effet de serre. Ensuite, il faut déterminer les coûts de production à l'échelle industrielle de ces carburants et voir où ils se situent par rapport aux carburants fossiles. Enfin il faut déterminer quelles sont les quantités de biomasses disponibles et les compétitions possibles avec d'autres usages.

I.A.B La biomasse lignocellulosique

La biomasse lignocellulosique valorisable en énergie peut être de nature très diverse. Deux familles peuvent être distinguées, les sous-produits et les cultures dédiées.

Les sous-produits

En France, d'importantes quantités de sous-produits et déchets organiques (e.g. issus de la sylviculture) peuvent potentiellement être intégrées dans un système de valorisation énergétique (Lorne, 2007). Pour la France métropolitaine, il semble que la biomasse agricole et forestière constitue le gisement énergétique le plus prometteur pour les années à venir : les ressources sont

abondantes et relativement bien réparties sur le territoire. La ressource de biomasse lignocellulosique mobilisable pourrait fournir 15% de la consommation actuelle d'énergie primaire (30 Mtep/an). Les surfaces boisées françaises représentent 15 millions d'hectares, dont 14 de production (soit 27% du territoire), et sont en croissance continue chaque année (Lorne, 2007). La biomasse forestière représente environ 90 millions de mètres cubes de bois par an. Mais selon les estimations, entre le tiers et la moitié de l'accroissement annuel de la biomasse forestière n'est pas valorisé actuellement. Les déchets de l'agroforesterie et les sous-produits de l'industrie du bois (sciures, écorces, branches) sont aussi des ressources accessibles et peu coûteuses dont il faudra organiser les filières. On estime à 47 millions de tonnes par an les déchets de sylviculture.

Les cultures dédiées

En réponse à une demande croissante et de manière à assurer l'approvisionnement d'importantes quantités de biomasse vers des unités de production de carburants, un certain nombre d'espèces ont été sélectionnées pour leur forte productivité en biomasse et leurs faibles exigences relatives en intrants (Lorne, 2010; Somerville *et al.*, 2010). Ces espèces peuvent être des cultures annuelles actuellement présentes dans les systèmes de culture, comme :

- la triticale en plante entière (céréale rustique hybride du blé et du seigle) constituée de tiges hautes et rigides ;
- une variété de maïs ou de sorgho fibre à forte productivité en biomasse, cultivée spécifiquement.

D'autres espèces pérennes, moins connues, sont à l'étude en parcelles expérimentales de manière à en définir les itinéraires techniques adaptés, à appréhender leur intégration dans les systèmes agricoles et à évaluer leurs impacts sur l'environnement et les écosystèmes existants. Parmi ces cultures on compte le miscanthus, le switchgrass, la canne de Provence, qui présentent la particularité d'atteindre des rendements de 12 à 25 tonnes de matière sèche à l'hectare selon les conditions et de permettre une récolte annuelle pendant une période d'au moins dix ans à partir d'un même et unique plant. Un tel système limite significativement les interventions sur parcelle, qui se résument à la gestion des mauvaises herbes et à un éventuel apport minéral à l'implantation. Parmi les espèces pérennes, des cultures d'arbres en taillis à croissance rapide (TCR) sont également expérimentées. Il s'agit, pour la plupart, d'essences feuillues comme le peuplier, le saule, l'eucalyptus, et plus récemment étudié le robinier, capable de rejeter des souches et d'atteindre des productivités importantes permettant des coupes tous les sept ans, voire tous les trois ans pour les rotations les plus courtes. Si la valorisation des sous-produits et déchets peut permettre l'approvisionnement de filières énergétiques, divers autres types de biomasse sont actuellement à l'étude afin d'assurer la pérennité des filières bioénergies actuelles et le développement de nouvelles filières. Il faut néanmoins noter que

Tableau 1.1 – *Composition de la biomasse lignocellulosique (source IFPEN)*

Biomasse	Lignine (%)	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)
Bois tendre	27 – 30	35 – 45	20 – 30
Bois dur	20 – 25	40 – 50	20 – 25
Paille de blé	15 – 20	30 – 43	20 – 27

si le gisement potentiel de cette biomasse peut être très important, sa mobilisation est soumise à divers enjeux comme le changement d'affectation des sols et l'utilisation et la fabrication des engrais.

I.B La production d'éthanol

Il existe deux technologies de production de bioéthanol de seconde génération. La voie biochimique permet de produire du bioéthanol par une succession de procédés biologiques. La voie thermochimique permet elle de produire différents types de carburants dont le gazole de synthèse, le kérosène, l'éthanol ... Seule la première technologie sera détaillée par la suite. Pour plus d'informations sur la voie thermochimique, le lecteur pourra se référer au rapport NREL (National Renewable Energy Laboratory) de 2011 ([Dutta et al., 2011](#)).

I.B.A Le procédé complet

Composition de la biomasse lignocellulosique

La biomasse lignocellulosique est composée essentiellement de 3 polymères : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les teneurs sont variables d'une espèce végétale à une autre, ce qui oblige à avoir un procédé flexible par rapport à la matière première utilisée.

La cellulose est le polymère dont la concentration est la plus abondante (35 à 50% de la biomasse). Le second composé présent en concentration importante dans la biomasse (20 à 30%) est l'hémicellulose. Sa composition est plus complexe que la cellulose. En effet, il contient de nombreux glucides tels que le glucose mais aussi l'arabinose, le xylose, le mannose et le rhamnus. Au niveau de sa structure générale, ce composé est un polymère de glucose formant un squelette sur lequel viennent se fixer de nombreuses ramifications de résidus de type pentose et hexose. Enfin la lignine, troisième composant majeur de la biomasse (15 à 25%), est un polymère insoluble composé d'unités phénylpropane. La lignine s'associe avec les fibres de cellulose pour donner une structure rigide. La concentration de ces trois composés est variable d'un végétal à l'autre. Un exemple de composition suivant le type de biomasse est proposé dans le tableau 1.1.

Les étapes

Le procédé de transformation de la biomasse lignocellulosique en éthanol est un procédé en quatre étapes (figure 1.1). La première étape consiste à séparer la lignine afin de rendre plus accessible la cellulose et l'hémicellulose pour l'hydrolyse enzymatique (Himmel *et al.*, 2007). Les deux étapes suivantes sont des opérations biologiques (transformation en sucre puis en éthanol) alors que la dernière est une étape de purification chimique (Dashtban *et al.*, 2009). Les opérations sont les suivantes :

1. prétraitement ;
2. dépolymérisation (saccharification) de la cellulose et hémicellulose en sucres solubles (hexoses et pentoses) par un procédé d'hydrolyse enzymatique ;
3. transformation des sucres en éthanol par un procédé de fermentation ;
4. séparation et purification des produits (distillation).

Le prétraitement de la biomasse lignocellulosique sert à accélérer le processus d'hydrolyse enzymatique. Il diminue la cristallinité de la cellulose et la rend plus accessible aux enzymes, ce qui diminue la quantité d'enzymes nécessaires lors de l'hydrolyse et donc les coûts. Plusieurs types de prétraitements existent, ils peuvent être chimiques, physiques, physico-chimiques ou biologiques. Comme les enzymes (utilisées pour l'étape suivante) fonctionnent à pH bas (4 ou 5), l'ajout d'acide est souvent utilisé pour cette étape. Les prétraitements biologiques utilisent des micro-organismes qui vont attaquer directement la lignine.

Après le prétraitement, la cellulose et l'hémicellulose sont hydrolysées en sucres solubles (hexoses et pentoses) à l'aide de cellulases ou hémicellulases. Ces enzymes sont synthétisées par des espèces de champignons filamenteux comme *Trichoderma*, *Penicillium* et *Aspergillus*. Ces champignons sont capables de produire des cellulases et hémicellulases en grande quantité. Les enzymes les plus résistantes aux fortes températures et faibles pH sont préférées car les étapes de prétraitement sont souvent conduites à forte température (80 à 200°C) et en utilisant des acides.

Lors de l'étape d'hydrolyse, des sucres liquides sont produits dont les hexoses (glucose, mannose et galactose) et les pentoses (xylose et arabinose). Parmi ces produits, le glucose est présent en majorité, suivi du xylose et du mannose. La fermentation de ces produits en éthanol est le plus souvent réalisée par *Saccharomyces cerevisiae*. Cette bactérie présente l'avantage d'avoir un taux de fermentation élevé et une bonne tolérance à l'éthanol. Néanmoins, elle n'est pas capable de fermenter les pentoses en éthanol. Pour rendre le procédé économiquement viable, il est nécessaire de choisir un micro-organisme capable de convertir à la fois les hexoses et les pentoses. De nombreuses recherches sont menées depuis 1981 sur ce sujet.

Un procédé regroupant l'hydrolyse et la fermentation, appelé SSF (Simultaneous Saccharification and Fermentation) est aussi utilisé (Wyman, 1999). Il présente l'avantage d'utiliser beaucoup moins de β -glucosidase, ce qui réduit les coûts de production. Néanmoins, l'inconvénient de ce procédé est la nécessité de faire des compromis au niveau des conditions de température et de pH à chaque étape.

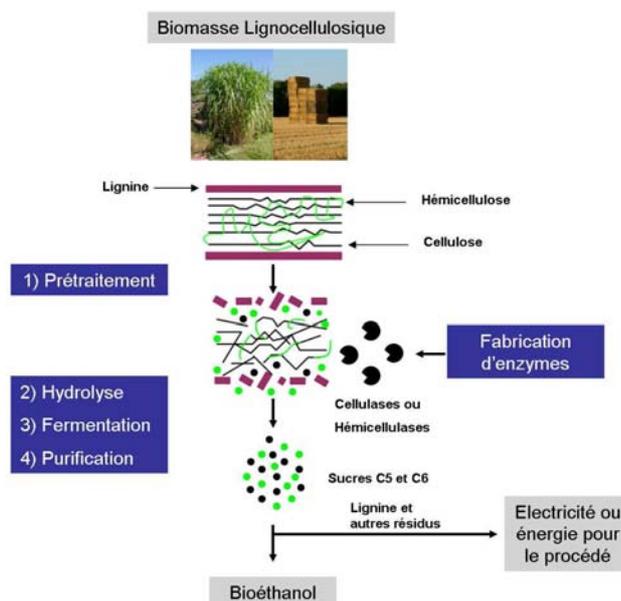


Figure 1.1 – Schéma du procédé de production d'éthanol à partir de biomasse lignocellulosique

Aspects technico-économiques

Du point de vue de la matière première, la biomasse lignocellulosique est compétitive par rapport au pétrole puisque son prix se situe entre 35 et 40\$ par tonne sèche, ce qui correspond en équivalence énergétique à un baril (159 L) de pétrole à 13\$ (Wyman, 2008). Malheureusement, les résistances de la biomasse aux actions biologiques, comme on l'a vu précédemment, sont nombreuses et difficiles à surmonter. Les coûts de production représentaient encore en 2007, 67% du prix final de l'éthanol (Wyman, 2007). Des études montrent que le prétraitement est l'opération unitaire qui coûte le plus cher suivie de l'hydrolyse enzymatique et de la fabrication des enzymes. En d'autres termes, les trois opérations les plus coûteuses sont les étapes biologiques servant à neutraliser les résistances naturelles de la biomasse. Pour autant, les avancées scientifiques au niveau du procédé et de la biotechnologie sont capables de lever les verrous et réduire les coûts de production. Dans ce sens, des améliorations ont été faites

depuis les années 80 et il est possible de produire de l'éthanol aux alentours de 0,26\$/litre (Wyman, 2008). Pour rendre le système économiquement viable, il faudrait réussir à produire de l'éthanol à 0,14\$/litre (0,24\$/litre pour la production de diesel). Certaines études tendent à montrer la faisabilité de ces technologies (Lynd *et al.*, 2008; Wyman, 2008). Comme le souligne Wyman (1999), les bio-raffineries de 2^e génération devront être de très grandes tailles pour être rentables et nécessiteront des investissements conséquents. De plus, des pilotes, voire même des unités semi-industrielles seront nécessaires afin d'établir et tester les principes fondamentaux essentiels au dimensionnement de telles opérations.

I.B.B La production d'enzymes

Comme on l'a vu précédemment, la production d'enzymes est l'une des trois étapes du procédé à améliorer en vue de produire de l'éthanol de 2^e génération à un prix compétitif.

Le procédé

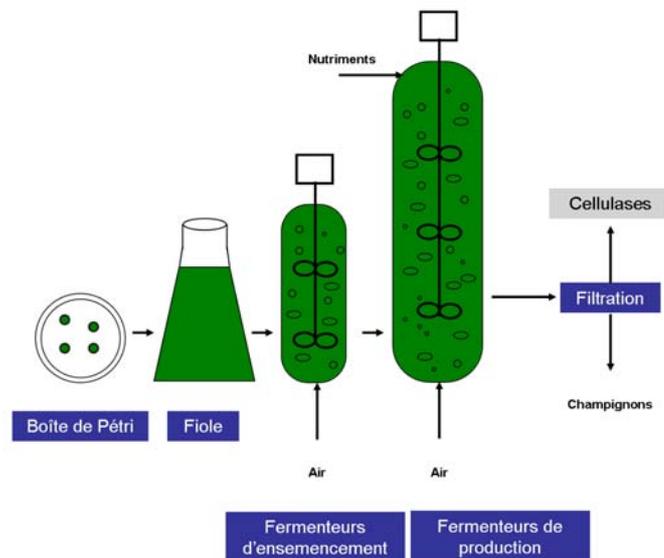


Figure 1.2 – Schéma du procédé de production de cellulase

Les fabricants d'enzymes utilisent des méthodes précises pour stocker et conserver leurs cultures de champignons afin d'avoir des fermentations les plus reproductibles possibles (Tolan & Foody, 1999). Les champignons producteurs de cellulase sont conservés congelés à -80°C ou bien séchés et congelés. Le schéma global du procédé de production de cellulases est présenté en figure

1.2. Il comprend quatre étapes :

1. prélèvement d'une souche et préparation de l'ensemencement ;
2. croissance en fermenteurs ;
3. séparation des champignons et des enzymes ;
4. purification.

Pour préparer le volume nécessaire pour ensemer le grand fermenteur de production, une souche est prélevée et subit un certain nombre d'étapes durant lesquelles le volume cultivé et la concentration dans le réacteur augmentent (Humbird *et al.*, 2011). A la fin de cette étape, la solution est introduite dans le fermenteur d'ensemencement qui a un volume d'environ 1 à 10% de celui du fermenteur de production. La production de cellulase s'effectue ensuite dans un fermenteur stérile et aéré. Les fermenteurs sont spécialement conçus pour maximiser le transfert de matière et le mélange par l'intermédiaire d'agitateurs. La chaleur générée par la croissance des micro-organismes est régulée par une double enveloppe ou des tubes immergés. Des contre-pâles sont installées pour augmenter le mélange et éviter la formation de vortex. Pour éviter la contamination bactériologique, les fermenteurs sont préalablement stérilisés. L'air est filtré. De nombreux sels sont ajoutés dans le milieu de culture (phosphate de potassium, nitrate d'ammonium, sulfate d'ammonium). Les nutriments nécessaires à la croissance sont de type liqueur ou extrait de maïs. Des surfactants tels que l'huile de soja ou l'huile de palme sont introduits pour éviter les problèmes de moussage. De l'ammoniac est utilisé pour contrôler le pH. Pour le champignon *Trichoderma* la température est maintenue à 27 – 30 °C et le pH entre 4 et 5. Les conditions d'alimentation sont choisies de manière à priver le champignon de substrat lorsqu'il atteint sa concentration maximale (entre 15 et 40 g·L⁻¹). Il subit alors une limitation carbone qui déclenche la sécrétion des cellulases (Warzywoda *et al.*, 1983). Lorsque la production de cellulases prend fin, le volume réactionnel est filtré (filtre rotatif) et les champignons sont séparés des cellulases.

La culture peut s'effectuer suivant deux modes de culture, continu ou discontinu. Pour atteindre une forte production de cellulase et assurer une production plus régulière en cellulase, un grand nombre de fermenteurs agités et aérés (une dizaine) sont nécessaires (Humbird *et al.*, 2011). A chaque étape de la production, un des fermenteurs est nettoyé, un autre est rempli et un dernier est stérilisé.

Aspects technico-économiques

Comme le souligne Wyman (1999), même si le coût de production des cellulases estimé n'est pas excessif par rapport au prétraitement et à l'hydrolyse, les performances des réacteurs sont calculées à partir de très peu de données. De récentes estimations ont montré que le coût de production de cellulases sur

site s'élevait à 9¢/litre d'éthanol en 2011 et pourrait diminuer jusqu'à 3¢ dans les années à venir (Humbird *et al.*, 2011). De leur côté, en 2010, les plus gros fabricants d'enzymes (Genencor et Novozymes) ont annoncé qu'ils étaient capables de produire des cellulases à 13¢/litre d'éthanol. Ces différences de prix reflètent les incertitudes à la fois du point de vue technologique et des performances. Ainsi, le dimensionnement des fermenteurs de production nécessite une attention particulière.

II Analyse du problème

II.A Le milieu de culture

II.A.A Morphologie

Grâce à leur diversité métabolique, leur grande capacité de production et leur efficacité de sécrétion, les champignons filamenteux sont très utilisés dans l'industrie pour fabriquer un certain nombre de molécules d'intérêt (protéines, métabolites ...). Néanmoins, il existe un lien complexe et encore peu connu entre la morphologie de ces micro-organismes, les phénomènes de transport, la viscosité du milieu et la productivité associée (Gibbs *et al.*, 2000; Wucherpfennig *et al.*, 2010). Comme le montre la figure 1.3, les champignons filamenteux existent sous deux formes, appelées « hyphe » : dispersée et en pelote. La plupart du temps on ne retrouve pas qu'une seule forme en solution mais plutôt un mélange des deux.

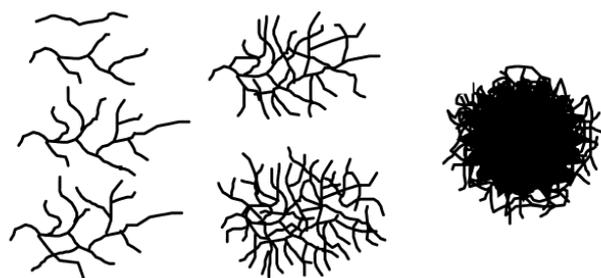


Figure 1.3 – Morphologies des champignons filamenteux : dispersée (gauche et milieu), pelote (droite). (Amanullah *et al.*, 2000).

Ces morphologies dépendent non seulement de paramètres génétiques de l'espèce, mais aussi des conditions chimiques (substrats, pH) et des conditions physiques (température, forces mécaniques) du milieu (Papagianni, 2004). Pour chaque culture, une forme peut être préférée à l'autre pour atteindre de meilleures performances (Gibbs *et al.*, 2000). Par exemple, pour *Aspergillus Ni-*

ger la forme dispersée est utilisée pour la production d'enzymes pectiques alors que les pelotes sont utilisées pour la production d'acide citrique. [Marten et al. \(1996\)](#) ont étudié la croissance de *T. reesei* en forme dispersée et [Choy et al. \(2011\)](#) en forme de pelotes. Chacune de ces formes entraîne un comportement rhéologique différent. En culture dispersée, le comportement rhéologique du milieu est souvent complexe (non-Newtonien), ce qui a un effet négatif sur les propriétés de mélange, et sur le transfert gaz-liquide. De plus, le milieu évolue tout au long de la culture. Plus la concentration en biomasse est importante, plus les interactions entre filaments sont fortes, ce qui accentue le caractère rhéofluidifiant du fluide ([Oolman & Blanch, 1986](#)) voire entraîne des comportements beaucoup plus complexes (élasticité, seuil, thixotropie). En revanche, la forme suspension de pelotes présente l'avantage d'être beaucoup moins visqueuse que la forme dispersée. Par conséquent le transfert et le mélange sont facilités. Néanmoins, des limitations peuvent être rencontrées à l'intérieur de la pelote, ce qui peut entraîner des phénomènes d'autolyse.

Influence des paramètres du procédé sur la morphologie et la productivité

La concentration en biomasse et la morphologie des micro-organismes sont les deux facteurs qui influencent le plus la rhéologie du milieu. Plus la concentration augmente, plus le nombre de particules augmente ainsi que les probabilités d'interactions entre filaments. Ces interactions contribuent à la hausse de viscosité du milieu ([Metz et al., 1979](#)). Dans les procédés industriels où la taille des réacteurs est très grande ($> 100 \text{ m}^3$), les temps de mélange peuvent être de l'ordre de la minute. Lorsque c'est le cas, des hétérogénéités peuvent exister au sein du réacteur (pO₂, température, substrats) ([Bylund et al., 1998](#); [Lara et al., 2006](#)). Ces hétérogénéités peuvent limiter la croissance et la productivité de la biomasse. De même, les contraintes mécaniques liées à l'agitation peuvent modifier le métabolisme des cellules et/ou leur morphologie.

Influence des contraintes mécaniques

[Smith et al. \(1990\)](#) ont étudié l'influence de l'agitation sur la morphologie et la production de Pénicilline via la culture de *P. chrysogenum*. Pour des faibles productions, le paramètre de [van Suijdam & Metz \(1981\)](#) : $(P/D^3) (1/t_c)$ permet de corréler la forme des hyphes et la productivité en Pénicilline à deux tailles de réacteurs (10 et 100 L). Dans cette expression, P est la puissance dissipée, D est le diamètre de l'agitateur et t_c est le temps de circulation. Le groupe P/D^3 est donc proportionnel à la dissipation énergétique rapporté au volume balayé par l'agitateur. En effet, on verra par la suite que c'est dans la zone de l'agitateur que la plus grande partie de l'énergie est dissipée. Le terme $1/t_c$ représente alors la fréquence d'exposition à la dissipation maximale. Dans cette étude il est montré que lorsque $(P/D^3) (1/t_c)$ augmente, on observe une diminution de la productivité (diminution de t_c). Suivant la même approche, [Makagiansar](#)

et al. (1993) ont montré que le même paramètre pouvait être utilisé pour des réacteurs allant jusqu'à 1000 L.

Justen et al. (1996) ont étudié l'influence de l'agitation ex-situ sur la morphologie de *P. chrysogenum*. Du milieu de culture a été prélevé dans un réacteur en mode fed-batch puis dilué jusqu'à une concentration à $2 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. La solution a ensuite été agitée sans aération pendant 30 minutes à vitesse constante. *Justen et al.* (1996) ont été les premiers à avoir testé différents mobiles d'agitation pour des tailles de réacteurs allant de 1,4 à 180 L. Dans leur étude, le facteur P/D^3 est remplacé par $P/k_f D^3$ où k_f est un facteur qui rend compte de l'effet du mobile. La fonction est appelée "EDC" (dissipation énergétique / circulation) (voir équations (1.1) et (1.2)) et permet de corréliser la taille des hyphes pour différentes tailles de réacteurs et conditions opératoires. Dans l'équation (1.2), le paramètre k_f rend compte de l'influence de la géométrie du mobile d'agitation, avec w , la hauteur de la pale du mobile. Dans cette étude, il a aussi été montré qu'une augmentation du rapport D/T , où T est la diamètre du réacteur, entraînait des dommages plus importants sur les micro-organismes. Par la suite un modèle mathématique a été développé pour modéliser la fragmentation ex-situ du champignon filamenteux *P. chrysogenum* (*Justen et al.*, 1998).

$$EDC = (P / (k_f D^3)) (1/t_c) \quad (1.1)$$

$$k_f = (\pi/4) (w/D), \quad (1.2)$$

Ces différents concepts ont aussi été appliqués à d'autres types de champignons filamenteux. En mode de culture continue de *As. oryzae*, *Amanullah et al.* (1999) ont montré que la production de protéines (α -amylase et amyloglucosidase) était indépendante des conditions d'agitation (550 à 1000 rpm) à taux de croissance constant. Ils notent pourtant un changement notable de la morphologie des champignons dû à un déplacement de l'équilibre d'agrégation-rupture des micro-organismes. En 2000, *Amanullah et al.* (2000) ont utilisé la même méthode que *Justen et al.* (1996) (culture fed-batch) pour étudier l'influence de l'agitation ex-situ sur le champignon filamenteux *As. oryzae*. Ils ont montré que la fonction EDC (voir équation (1.1)) permettait aussi de corréliser l'influence de l'agitation ex-situ sur la taille des hyphes. Récemment, *Patel et al.* (2010) ont étudié la croissance et la production de cellulase par *T. reesei* en réacteur Couette. Ils relatent dans leur étude que le cisaillement a un effet sur le fractionnement des champignons. De plus, la taille et l'épaisseur des filaments diminuent avec une augmentation du cisaillement. Pourtant aucun lien n'a été trouvé entre cisaillement et productivité en cellulase.

Influence de la concentration en oxygène

Il existe peu d'études traitant de l'influence de la concentration en oxygène dissous (pression partielle pO_2) sur la morphologie des champignons filamenteux. Pour le cas de *P. chrysogenum*, *van Suijdam & Metz* (1981) et *Vardar &*

Lilly (1982) ont montré que des variations de pO_2 n'avaient pas d'effet sur la morphologie du champignon. Cependant, il est souvent difficile de dissocier les effets de l'agitation mécanique et de la concentration en oxygène dissous sur la morphologie des champignons filamenteux.

Dans une première étude, Cui *et al.* (1997) ont étudié l'influence de l'agitation mécanique, en cultures parallèles, sur la taille et la porosité des pelotes, la longueur des branches, le ratio biomasse sur surface de pelotes ... Ils ont observé une forte dépendance de toutes ces grandeurs avec la puissance dissipée volumique. Pour pouvoir dissocier les effets de la concentration en oxygène dissous et de la puissance dissipée, ils ont mené une seconde étude en cultures parallèles (Cui *et al.*, 1998). Dans ce travail, la puissance dissipée est maintenue constante tout au long de la culture et la concentration en oxygène dissous est modifiée en agissant sur la concentration en oxygène à l'entrée. Ainsi, ils en déduisent que les tailles des pelotes et des branches étaient seulement dues à l'agitation mécanique. En revanche, le ratio biomasse sur surface de pelote (pelotes plus ouvertes ou plus compactes) est uniquement dépendant de la concentration en oxygène.

Ces différentes études montrent que même si les phénomènes sont couplés, il existe un lien fort entre les paramètres opératoires (agitation, taille de réacteur, type de mobile, aération) et la morphologie des champignons filamenteux. La puissance dissipée et la vitesse en bout de pales ne sont pas des grandeurs pertinentes concernant la morphologie à différentes tailles de réacteurs. Les auteurs s'accordent à dire qu'une fonction tenant compte de l'intensité d'agitation liée à la fréquence de passage dans les zones fortement cisailées permet de réconcilier les mesures de morphologie à différentes tailles de réacteur. En revanche, le lien entre morphologie et productivité en produits d'intérêt semble être faible et les études sont contradictoires sur ce sujet. Cette disparité de résultats peut s'expliquer par :

- les méthodes de caractérisation ainsi que les méthodes de culture qui sont différentes ;
- les échantillons prélevés qui ne permettent pas d'avoir des mesures statistiques du réacteur entier ;
- la concentration en oxygène dissous qui est fortement liée à l'agitation qui a certainement un impact sur la production
- la concentration en oxygène dissous mesurée qui est probablement différente de celle réellement perçue par les microorganismes (Garcia *et al.*, 2009).

II.A.B Croissance des champignons

En raison des difficultés que représente l'étude de la croissance de champignons filamenteux, les cinétiques utilisées pour modéliser leur comportement sont souvent basées sur des études menées pour des organismes unicellulaires.

Les bioréacteurs les plus souvent utilisés pour la culture de champignons filamenteux sont des cuves agitées et aérées. Selon le mode d'apport du substrat carboné, on distingue les bioréacteurs batch (discontinus), continus et fed-batch (discontinus-alimentés). Ces modes de fonctionnement ont un impact sur la composition du milieu de culture, notamment en termes de concentration en substrat et en biomasse.

Réacteur batch

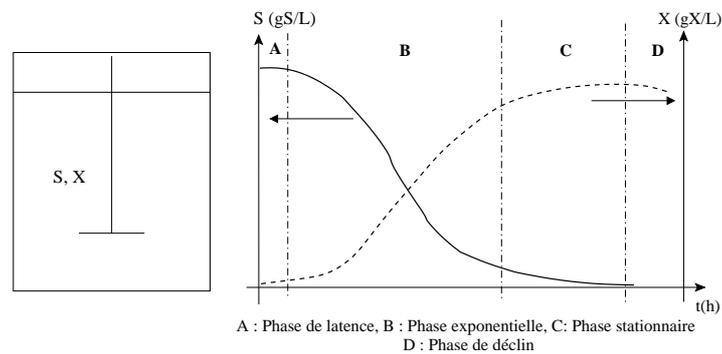


Figure 1.4 – Bioréacteur batch (Delafosse, 2008) d'après Bailey et al. (1986).

En fonctionnement batch, la concentration en micro-organismes augmente tandis que la concentration en substrat diminue au cours de la culture (voir figure 1.4). Cette phase est dite exponentielle et la vitesse spécifique de croissance μ est maximale. Lorsque que les conditions ne sont plus optimales, la vitesse de croissance diminue progressivement. Elle résulte d'une limitation d'un nutriment essentiel à sa croissance, d'une modification du pH de la solution ou de l'accumulation d'un produit inhibiteur. Dans le cas d'une limitation par un substrat, la vitesse spécifique de croissance (μ_X) peut s'écrire sous la forme de la loi de Monod (1942) :

$$\mu_X = \mu_{Xmax} \frac{S}{K_S + S} \quad (1.3)$$

où μ_{Xmax} est le taux spécifique maximum de croissance, S la concentration en substrat, K_S la concentration en substrat lorsque que $\mu_X = 0,5 \mu_{Xmax}$. La vitesse spécifique maximale de croissance des champignons filamenteux est plus lente que celle des bactéries. Par exemple, pour les champignons filamenteux tels que *Penicillium* et *Aspergillus*, elle est de l'ordre de 0,1 à 0,3 h⁻¹. Ceci correspond à un doublement de la population toutes les 2 à 7 h.

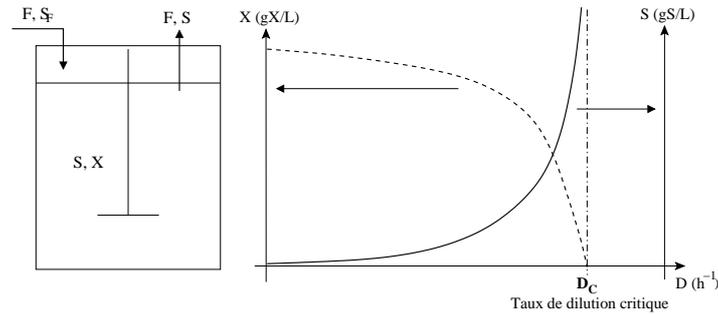


Figure 1.5 – Bioréacteur continu (Delafosse, 2008) d'après Bailey et al. (1986).

Réacteur continu

En réacteur continu, la concentration en biomasse et en substrat est maintenue constante dans le bioréacteur. Cette étape est souvent précédée d'une étape de croissance en fonctionnement batch. La concentration en substrat de l'alimentation est de l'ordre de quelques dizaines de $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$. La concentration résiduelle en substrat et la concentration en biomasse dans le réacteur dépendent du taux de dilution (noté D), c'est-à-dire le rapport débit d'alimentation en substrat sur volume de réacteur. L'évolution des concentrations en substrat et en biomasse en fonction du taux de dilution est représentée schématiquement sur la figure 1.5. Généralement, les concentrations résiduelles en substrat sont de l'ordre de quelques $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ et les concentrations en biomasse dépassent rarement la dizaine de $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$. Les équations de bilan pour la biomasse et le substrat peuvent être exprimées de la façon suivante :

$$\frac{dX}{dt} = \mu_X X - D_t X \quad (1.4)$$

et

$$\frac{dS}{dt} = D_t S_F - \frac{\mu_X X}{Y_{X/S}} - D_t S. \quad (1.5)$$

En prenant les termes (1.4) et (1.5) égales à zéro, les expressions de la concentration en biomasse et en substrat en régime stationnaire peuvent être obtenues. Ainsi, à l'état stationnaire, la vitesse spécifique de croissance est égale au taux de dilution. Le taux spécifique de croissance peut être imposé en changeant le débit d'entrée. Aussi, la composition de l'alimentation peut être choisie pour obtenir des limitations sur différents substrats et donc comprendre leur rôle par rapport à la croissance et à la formation du produit final.

Réacteur fed-batch

La majorité des cultures de champignons filamenteux à l'échelle industrielle sont menées en fonctionnement fed-batch. Avec ce fonctionnement, la concen-

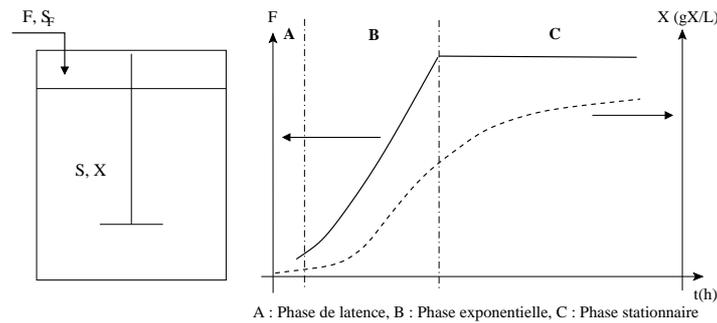


Figure 1.6 – Bioréacteur *fed-batch* (Delafosse, 2008) d'après Bailey et al. (1986).

tration en biomasse est augmentée progressivement en mode batch jusqu'à ce qu'un substrat choisi soit complètement consommé. Ensuite, on alimente le réacteur en nutriments, ce qui augmente le volume du réacteur. Le but de ce mode de culture est de former le produit plutôt que de faire de la croissance de biomasse. Le substrat limitant est directement consommé grâce à une concentration élevée en biomasse. En *fed-batch*, contrairement au mode continu, la vitesse spécifique de croissance n'est pas constante. Elle diminue à mesure que le volume de réaction augmente. Les évolutions de la concentration en biomasse et du débit d'alimentation dans un bioréacteur *fed-batch* sont présentées sur la figure 1.6. Cette technique permet d'atteindre des concentrations finales en biomasse plus importantes que pour un bioréacteur continu tout en maintenant la quantité de substrat apportée à un niveau faible contrairement à un bioréacteur batch. Ce dernier point peut être critique pour certains micro-organismes qui sont sensibles à la concentration en substrats carbonés et peuvent changer de métabolisme si la composition de leur environnement est modifiée.

II.A.C Rhéologie

La rhéologie est l'étude des relations entre contraintes appliquée et déformations engendrées. Le contrôle et la connaissance des effets de la rhéologie est un point essentiel pour la plupart des applications de productions industrielles telles que les cosmétiques, les plastiques, les peintures, mais aussi pour tout ce qui concerne les fluides biologiques (boues, culture de champignons filamenteux). Les résultats sur la caractérisation rhéologique des milieux biologiques et des milieux modèles seront présentés dans le chapitre 3.

Mouvement de cisaillement pur

Sous l'action des contraintes, un matériau va se déformer. On considère l'écoulement laminaire de la figure 1.7. Si un élément matériel est localisé initialement au point M_0 de coordonnées (x, y) , il sera localisé au point M'_0 de coordonnées $(x + \xi, y)$ à l'instant t si la vitesse du fluide est parallèle à l'axe des

x. Le déplacement, ξ , varie uniquement dans la direction y . On appelle déformation, la variation du déplacement entre une couche et une couche infiniment voisine :

$$\gamma = \frac{d\xi}{dy}. \quad (1.6)$$

C'est cette variation qui caractérise un mouvement de cisaillement pour lequel les différentes couches ont des déplacements relatifs parallèles. La vitesse de déformation est définie par :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{dv_x}{dy}, \quad (1.7)$$

car la composante suivant x de la vitesse est $v_x = d\xi/dt$. On voit que la vitesse de déformation est égale au taux de cisaillement simple dv_x/dy .

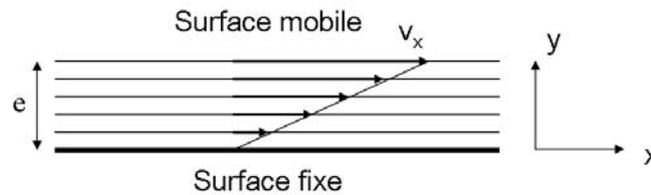


Figure 1.7 – Représentation d'un cisaillement pur

Contrainte

L'autre grandeur permettant de caractériser quantitativement le cisaillement est la contrainte de cisaillement notée τ et exprimée en Pa. Le déplacement relatif des différentes couches provient des forces de frottement, s'exerçant sur le plan des couches, générées par une contrainte tangentielle τ . Dans le cas où le vecteur vitesse est orienté suivant la direction Ox et que la composante correspondante du gradient de vitesse ∇v_x ne varie que dans la direction perpendiculaire Oy , le seul terme non-nul du tenseur des contraintes est (en fluide newtonien généralisé) :

$$\tau = \mu \frac{dv_x}{dy}, \quad (1.8)$$

où μ est la viscosité du fluide et s'exprime en Pa.s. Pour le cas des fluides newtoniens, c'est une constante caractéristique du fluide. En milieu non-Newtoniens est n'est plus constante et dépend du taux de cisaillement.

Fluides non-Newtoniens

De nombreux fluides, et c'est le cas pour la plupart des milieux de cultures de champignons filamenteux, ne sont pas newtoniens. Dans ce cas, il existe

une relation non linéaire entre contrainte et taux de cisaillement. On retrouve un grand nombre de comportements non linéaires. Certains fluides ne s'écoulent qu'à partir d'une certaine contrainte seuil (liquide plastique de Bingham comme sur la figure 1.8). Beaucoup de fluides sont rhéofluidifiants (voir figure 1.8) : suspensions diluées de particules solides, suspensions de vésicules déformables (comme le sang), solutions diluées de polymères, pâte à papier. Leur viscosité effective diminue lorsqu'on augmente le taux de cisaillement. Cet effet est dû en général à une brisure de la structure interne par l'écoulement.

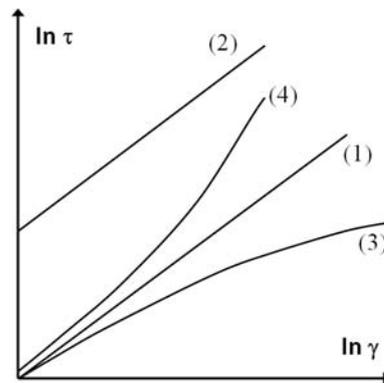


Figure 1.8 – Fluide (1) Newtonien, (2) à seuil, (3) rhéofluidifiant, (4) rhéoépaississant.

Modèles rhéologiques pour les champignons filamenteux

Lorsque la viscosité n'est plus indépendante du taux de cisaillement, il est nécessaire d'utiliser plusieurs paramètres pour décrire le comportement rhéologique du fluide. Un certain nombre de modèles empiriques permettent cette description. La loi puissance (Ostwald de Waele) est la plus utilisée pour décrire la rhéologie des suspensions des champignons filamenteux (Metz *et al.*, 1979; Allen & Robinson, 1990; Olsvik & Kristiansen, 1994). Cependant comme on rencontre souvent des contraintes seuils dans ces milieux, certains auteurs utilisent le modèle de Bingham pour prendre en compte ce phénomène. Parfois, le modèle de Casson est également utilisé pour décrire le comportement rhéologique (Metz *et al.*, 1979; Roels *et al.*, 1974; Marten *et al.*, 1995). Ces modèles sont présentés dans le tableau 1.2.

Tableau 1.2 – Modèles rhéologiques pour les champignons filamenteux

Modèle loi puissance	$\tau = K \cdot \dot{\gamma} ^{n-1} \dot{\gamma}$
Modèle de Bingham (Hershel-Bulkley)	$\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$
Modèle de Casson	$\tau^{1/2} = \tau_0^{1/2} + K_c \cdot \dot{\gamma}^{1/2}$

II.B Le mélange

En génie des procédés, le mélange est un phénomène très important. Exception faite des réactions chimiques d'ordre 0, il existe potentiellement une interaction entre mélange et réaction. Pour les cultures biologiques, le mélange est encore plus important puisque les nombreuses réactions qui se produisent sont plus ou moins contrôlées par les flux de matière entre la cellule et son environnement. Dans un bioréacteur, le mélange doit assurer plusieurs fonctions :

- dispersion et suspension uniforme des cellules microbiennes dans tout le volume utile du bioréacteur ;
- réduction des gradients de température à des valeurs faibles et augmentation du transfert de chaleur entre le milieu et les surfaces ;
- distribution homogène de tout composé (substrat carboné, oxygène dissous, nutriments ...) essentiel au fonctionnement microbien et de tout autre composé ajouté au cours d'une fermentation (acide ou base pour la régulation du pH, ...).

II.B.A Influence du mélange sur les performances

En culture continue ou semi continue à grande échelle, les hétérogénéités spatiales sont omniprésentes (Lara *et al.*, 2006). L'influence de telles hétérogénéités spatiales a été étudiée principalement pour le cas de deux systèmes microbiens *Saccharomyces cerevisiae* et *Escherichia coli*.

Bylund *et al.* (1998) ont étudié la culture de la souche *E. coli* dans un réacteur fed-batch de 12 m³ ayant un volume utile allant de 8 à 9 m³. En faisant des prélèvements à trois endroits différents dans le réacteur, ils ont mesuré des concentrations en glucose pouvant aller jusqu'à 400 fois la concentration moyenne lorsque l'injection de substrat se faisait par le haut. Le rendement en biomasse était 20% moins important comparé à des mesures à l'échelle du laboratoire et plus d'acétate était formé. Plus tard, Bylund *et al.* (1999) ont étudié ce même procédé en faisant une expérience de diminution d'échelle (scale down) dans un réacteur de 15 L connecté à un réacteur piston de 0,85 L. La concentration en oxygène dissous était contrôlée pour ne pas descendre en dessous de 30% de la saturation maximale dans les deux réacteurs. Le rendement en acétate était cependant inférieur à celui mesuré dans le réacteur de 12 m³. Les auteurs estiment que la diminution du rendement en biomasse et l'augmentation de la production en acétate à grande échelle ne résultaient pas seulement

des fortes hétérogénéités de concentration en glucose, mais aussi d'une limitation conjointe en oxygène dans les zones fortement concentrées.

En 2001, [Enfors et al. \(2001\)](#) ont publié les résultats d'un projet européen visant à comprendre les réponses physiologiques de la souche *E. coli* au mélange dans des réacteurs de tailles industrielles. Il ressort de cette étude que la diminution des rendements en biomasse était principalement due à des mécanismes de production et réassimilation d'acétate survenant dans des zones de limitation en oxygène.

Lorsque le temps caractéristique de transfert d'oxygène est plus grand ou comparable au temps caractéristique du mélange, des gradients d'oxygène peuvent apparaître. [Sweere et al. \(1988a,b\)](#) ont étudié l'influence des fluctuations en oxygène dissous lors d'une culture de *S. cerevisiae*. Dans un premier temps, ils ont fait varier les conditions d'alimentation en oxygène en remplaçant l'injection d'air par des injections périodiques d'azote. Dans une autre étude, ils ont connecté deux réacteurs dont l'un était alimenté en air et l'autre alimenté en azote. Le système fonctionnait en mode de culture continu. Ils ont observé une diminution du rendement en biomasse et une formation de produits tels que de l'éthanol, de l'acide acétique et du glycérol lorsqu'ils augmentaient le temps de circulation entre les deux réacteurs.

Des gradients de pH peuvent aussi être responsables des diminutions de performances dans les bioréacteurs de grands volumes. [Amanullah et al. \(2001\)](#) ont étudié l'influence du pH sur le métabolisme de *Bacillus subtilis* en utilisant un réacteur de 1 L connecté à un réacteur piston de 50 mL. De la soude est injectée dans le réacteur piston afin de réguler le pH à une valeur de 6,5 dans le réacteur agité. Différents temps de circulation ont été testés et il a été prouvé que la formation du produit pouvait être basculée vers la formation d'acétate au lieu d'acétoïne et 2,3-butanediol lorsque les temps de séjour dans le réacteur piston étaient supérieurs à 60 s.

En conclusion, des limitations au niveau du transfert ou du mélange peuvent faire varier l'intensité voire la nature des réactions intracellulaires. On parle alors de bascule métabolique. C'est un phénomène biochimique en partie induit par l'accumulation de perturbations d'origine physique. Le passage à des réacteurs de plus grandes tailles amplifie ces dysfonctionnements.

II.B.B Le réacteur agité

La cuve agitée mécaniquement est le réacteur le plus utilisé dans la bio-industrie. Ce réacteur est de forme cylindrique avec un rapport entre son diamètre et sa hauteur allant le plus souvent de 1 à 5. Le réacteur est équipé d'un ou plusieurs agitateurs montés sur l'arbre. Des contre-pales sont installées pour éviter les problèmes de vortex qui se formeraient et diminueraient l'efficacité du mélange. Habituellement, on en place quatre avec une largeur d'environ 1/10 à 1/12 du diamètre de la cuve. De l'air est introduit au fond du réacteur grâce à

un distributeur avec des petits orifices. La forme du distributeur est la plupart du temps torique avec un diamètre un peu inférieur à celui du mobile.

Il existe de nombreux mobiles d'agitation (voir figure 1.9) que l'on peut classer en deux grandes catégories : les mobiles à dispersion axiale et les mobiles à dispersion radiale. Les mobiles à dispersion radiale sont facilement reconnaissables car ils possèdent un disque où sont montées les pales. Parmi les mobiles à dispersion radiale, on peut citer les trois mobiles de la figure 1.9, la turbine de Rushton à 6 pales droites, le Chemineer CT6, le Chemineer BT6 et le Scaba 6SRGT (non présenté), les trois derniers étant similaires en termes de forme. Comme mobile à dispersion axiale on peut citer le Lightning A315 et le Chemineer Maxflo X présenté en figure 1.9. Ces deux derniers mobiles sont qualifiés de mobiles « high solidity ». Ce nom est lié à la surface projetée des pales divisée par la surface horizontale du mobile. Ces mobiles peuvent être utilisés en mode de pompage vers le bas (classique) ou en mode de pompage vers le haut. Les agitateurs à pales inclinées à 45° sont considérés comme des mobiles intermédiaires. Historiquement, le mobile le plus utilisé en industrie biologique est la turbine de Rushton. Néanmoins, de nouveaux types de mobiles sont disponibles et permettent une plus grande flexibilité d'utilisation. Les différentes dénominations (radiales ou axiales) sont valables en écoulement turbulent. Pour des faibles vitesses d'agitation et pour des milieux très visqueux, les directions d'écoulement peuvent changer [Couerbe et al. \(2008\)](#).



Figure 1.9 – Différents mobiles d'agitation. En haut des mobiles à dispersion radiale. De gauche à droite : Turbine de Rushton à 6 pales, Chemineer CD6 et Chemineer BD6, En bas à gauche un mobile à pales inclinées et à droite un mobile Chemineer Maxflo W.

De nombreux aspects sont importants lors du dimensionnement d'un réacteur agité. Il est nécessaire de distinguer les besoins en matière de :

- puissance dissipée et couple mécanique ;
- capacités d'aération et effet de l'aération sur la puissance dissipée (voir

partie II.B.B page 24) ;

- mélange du gaz et du liquide ;
- transfert gaz-liquide.

pour finaliser le choix de la configuration et dimensionnement du réacteur, du moteur et du système d'aération.

La littérature du domaine est vaste. Trois livres couvrent les principaux aspects concernant les réacteurs agités mécaniquement ([Tatterson, 1991](#); [Harnby et al., 1997](#); [Paul et al., 2004](#)).

La puissance dissipée et le couple mécanique

Pour un réacteur agité, le nombre de Reynolds est calculé de la manière suivante :

$$Re = \frac{\rho_l N D^2}{\mu}, \quad (1.9)$$

où ρ_l est la masse volumique du fluide, N la fréquence de rotation, D le diamètre du mobile et μ la viscosité dynamique.

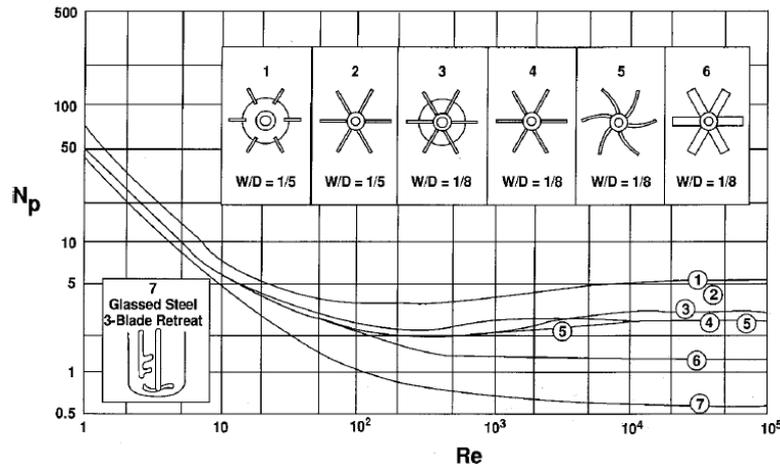


Figure 1.10 – Nombres de puissance de plusieurs mobiles en fonction du nombre de Reynolds ([Paul et al., 2004](#)).

Le nombre de puissance d'un système se calcule comme suit :

$$Np_0 = \frac{P_0}{\rho_l N^3 D^5}, \quad (1.10)$$

où P_0 est la puissance dissipée en liquide seul. Il s'apparente à un coefficient de traînée. En régime turbulent, il a une valeur constante qui dépend de la configuration géométrique du système (hauteur des pales, position dans la cuve, nombre de pales, configuration des contre-pales ...). La figure 1.10 montre le

Tableau 1.3 – Nombre de puissance en régime turbulent et pour une configuration standard ($H/D = 1$) (Nienow, 1998)

Type de mobile	Np_0
Turbine de Rushton 6 pales droites	5,00
Scaba 6SRGT	0,45
4 pales inclinées à 45°	1,27
6 pales inclinées à 45°	1,70
Lightnin A315	0,84

lien qui existe entre le nombre de puissance et le nombre de Reynolds pour différents mobiles d'agitation. Selon Tatterson (1991), si $Re > 10\,000$, l'écoulement est turbulent, et si $Re < 10$ l'écoulement est laminaire. Sinon l'écoulement est dit transitoire. En régime laminaire, le nombre de puissance est inversement proportionnel au nombre de Reynolds. Dans la zone intermédiaire la relation est plus complexe. Pour plus de détail sur les nombres de puissance, le lecteur pourra se référer aux techniques de l'ingénieur (Agitation et mélange).

Un exemple de nombres de puissance en régime turbulent pour différents mobiles est présenté dans le tableau 1.3. Il s'agit dans ce cas d'une configuration standard ($H/T = 1$) et pour une cuve munie de 4 contre-pales. La puissance est aussi reliée au couple mécanique :

$$P_0 = 2\pi N C_m. \quad (1.11)$$

En manipulant les équations (1.11) et (1.10) et pour un même diamètre d'agitateur, on peut relier les couples mécaniques des mobiles 1 et 2 de cette façon :

$$C_{m,1} = C_{m,2} \left(\frac{Np_{01}}{Np_{02}} \right)^{1/3}. \quad (1.12)$$

Ainsi, on se rend compte que pour une même puissance dissipée, un mobile ayant un grand nombre de puissance comme la turbine de Rushton (voir tableau 1.3) nécessite une faible vitesse de rotation mais un grand couple mécanique. Or le couple mécanique détermine la taille du moteur, de l'arbre, les joints mécaniques, les engrenages etc., et par conséquent le coût de l'investissement.

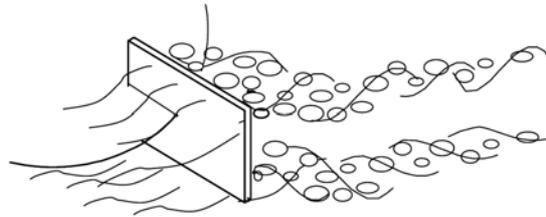
Pour les systèmes à mobiles multiples, le nombre de puissance est dépendant de la distance entre les mobiles. Pour un système bi-étagé équipé de deux turbines de Rushton, Hudcova *et al.* (1989) ont montré que le nombre de puissance était égal à deux fois le nombre de puissance d'une seule turbine lorsque la distance entre les deux était égale ou supérieure au diamètre de la cuve. En revanche quand l'espacement était plus faible, ils ont mesuré un nombre de puissance inférieur. Selon Nienow (1998) on peut appliquer le même principe pour des mobiles de type hydrofoil Lightnin A315.

Pour un fluide non Newtonien, le nombre de Reynolds est calculé en remplaçant la viscosité par la viscosité apparente calculée à partir de la relation de Metzner & Otto (1957) (voir équation (1.32)) :

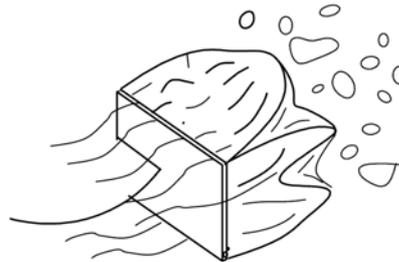
$$Re_m = \frac{\rho N D^2}{\mu_a \langle \dot{\gamma} \rangle} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K (k_S^{n-1})} \quad (1.13)$$

Cette méthode de calcul est le sujet d'un grand débat. En effet, la viscosité apparente μ_a dépend localement du taux de cisaillement local. Or, dans l'expression du nombre de Reynolds, on a $\mu_a \langle \dot{\gamma} \rangle$ calculée pour un taux de cisaillement moyen, lui même calculé à partir d'une corrélation. Dans une cuve agitée, le taux de cisaillement moyen est pratiquement impossible à mesurer (il faut mesurer les vitesses instantanées dans tout le volume). De plus la relation de Metzner & Otto (1957) n'est établie que pour des écoulements laminaires et pour des fluides newtoniens généralisés (rhéofluidifiants).

Capacité à disperser le gaz et effet du gaz sur la puissance dissipée



(a) Cavités en vortex



(b) Grandes cavités

Figure 1.11 – Schéma représentant l'allure des cavités de basse pression se formant derrière les pales du mobile (Paul et al., 2004).

Quand du gaz est distribué sous l'agitateur, l'hydrodynamique est modifiée. Les bulles formées sont entraînées dans des zones de basses pressions générées par les mobiles (voir figure 1.11). Pour la turbine de Rushton, il se forme des poches de gaz derrière les pales et dans les zones de vortex trainants. On les appelle « cavités ». La présence de ces cavités dépend des conditions opératoires (débit de gaz, vitesse de rotation) mais aussi des paramètres géométriques

(taille et type de mobile, dimension de la cuve). L'accumulation de gaz autour du mobile a pour effet de diminuer son nombre de puissance Np_g et donc la puissance dissipée globale P_g . Une partie de l'énergie dissipée tend à fragmenter les bulles de gaz. Quand ces cavités deviennent trop grosses, le mobile se retrouve totalement entouré de gaz et il n'arrive plus à disperser. On appelle ce phénomène « engorgement » (Paul *et al.*, 2004). L'engorgement est un régime à éviter car il entraîne une mauvaise dispersion du gaz, un mauvais mélange et diminue le coefficient de transfert de matière k_1a . Sur la figure 1.12, on retrouve les différents régimes d'écoulement de la phase gaz dans le réacteur.

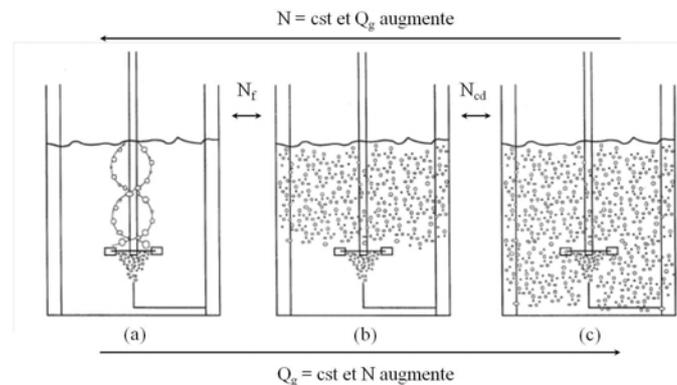


Figure 1.12 – Représentation schématique des changements de régimes hydrodynamiques de la phase gaz : (a) engorgement, (b) chargement, (c) dispersion complète (Paglianti *et al.*, 2000).

La transition entre ces régimes peut être caractérisée par plusieurs nombres adimensionnels, le nombre d'aération ($Fl_G = Qg/ND^3$), le nombre de Froude du mobile ($Fr = N^2D/g$) et le rapport D/T . Suivant les configurations, des équations reliant ces nombres sont établies. Elles permettent de définir une carte des régimes d'écoulement. Un exemple de carte de régimes est présenté en figure 1.13.

Selon le type de mobile d'agitation, l'aération a pour effet de diminuer le nombre de puissance du mobile. On note, Np_g , le nombre de puissance en présence de gaz. On appelle DRP la diminution relative de puissance par rapport au cas non aéré. Elle se calcule comme le rapport entre le nombre de puissance monophasique Np_0 et Np_g . Pour une turbine de Rushton, il est courant de trouver une diminution de l'ordre de 40 à 50% de la valeur sans aération. Dans le cas où le moteur est dimensionné par rapport à la plus grande vitesse sans gaz, le moteur ne sera pas utilisé à son potentiel maximal lorsque l'on fonctionnera en mode aéré.

Avec des mobiles à dispersion radiale tels que le Chemineer CD6, le Chemineer BT6, et le Scaba 6SRGT, la diminution de la puissance est beaucoup moins prononcée. En effet, du fait de la géométrie, les poches de gaz ont du mal à se créer derrière les pales. On peut citer les travaux de Vasconcelos *et al.*

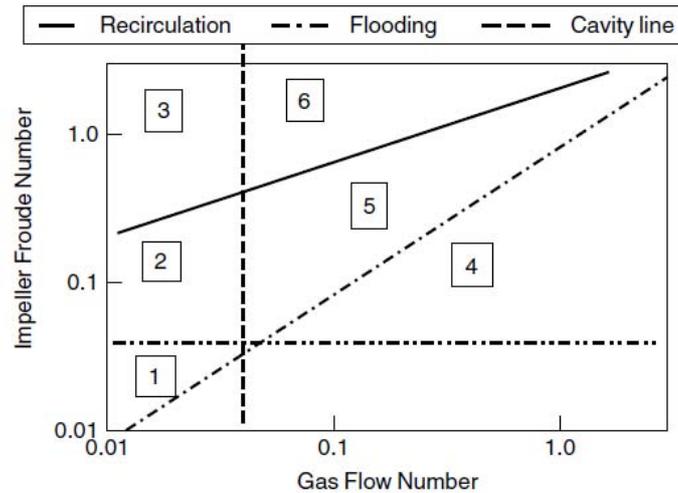


Figure 1.13 – Carte des régimes d’écoulement pour une turbine de Rushton en configuration standard et $D/T = 0,4$. (1) en dessous de la vitesse minimale de dispersion, (2) cavités en vortex, pas de recirculation, (3) cavités en vortex avec recirculation, (4) engorgement, (5) chargement avec grandes cavités, (6) grandes cavités avec recirculation (Paul et al., 2004).

(2000) qui ont étudié l’influence du débit de gaz sur différents types de mobiles à dispersion radiale (disques). En eau, Saito *et al.* (1992) ont montré que la turbine à 6 pales Scaba 6RSGT permettait de maintenir le même nombre de puissance qu’en condition non aérée jusqu’au régime d’engorgement. Les mobiles « high solidity » offrent de réelle opportunité concernant le maintien de la puissance dissipée sous forte aération. Néanmoins, en configuration de pompage vers le bas, ils donnent place à de fortes instabilités sur le couple mécanique, ce qui peut à terme endommager les appareillages (McFarlane & Nienow, 1996). En revanche, en configuration de pompage vers le haut, les fluctuations sur le couple mécanique sont moindres. De plus, leur nombre de puissance reste pratiquement inchangé sous forte aération (Albaek *et al.*, 2008; Nienow & Bujalski, 2004).

Il existe un grand nombre de corrélations permettant de prédire la DRP suivant les configurations géométriques et les conditions opératoires. Une des plus utilisée est celle de Michel & Miller (1962) :

$$DRP = P_g/P_0 = \left(\frac{P_0^2 N D^3}{Q g^{0,56}} \right)^{0,45} . \quad (1.14)$$

D’autres auteurs (Bruijn *et al.*, 1974) utilisent le régime d’écoulement pour prédire la DRP pour une turbine de Rushton en fonction de Fl_G et Fr . En cavités de type vortex, la DRP est environ égale à 0,9. En présence de grosses cavités, la DRP vaut entre 0,5 et 0,4. Enfin, dans le régime intermédiaire, l’équation

est la suivante :

$$\text{DRP} = 0,18 \cdot Fl_G^{-0,20} \cdot Fr^{-0,25}. \quad (1.15)$$

II.B.C Caractérisation et prédiction du mélange macroscopique

Une des façons les plus simples de quantifier le mélange dans un réacteur agité est de mesurer une grandeur appelée « temps de mélange ». On définit le temps de mélange t_{mix} comme le temps à partir duquel les variations de concentration suite à l'injection du traceur restent dans une bande de $\pm 5\%$ autour de la valeur finale (cas du $t_{mix,95\%}$). Il existe plusieurs méthodes pour déterminer le temps de mélange. Les différentes méthodes de caractérisation de cette grandeur sont présentées en annexe VII. On présente ici les corrélations les plus utilisées pour prédire de temps de mélange dans des systèmes mono et multi-étagés.

Les systèmes mono-étagés

La plupart des études portant sur le temps de mélange dans des réacteurs agités ont été réalisées dans des cuves comprenant un seul mobile d'agitation et avec un rapport hauteur sur diamètre (H/T) égal à un. Les corrélations établies dans ce genre de configuration sont de la forme suivante :

$$t_{mix,95\%} N = cst. \quad (1.16)$$

Cette constante dépend des configurations géométriques du système (Nienow, 1997, 2000) :

$$t_{mix,95\%} N \propto Np_0^{-1/3} \left(\frac{D}{T}\right)^{-2}. \quad (1.17)$$

Cooke *et al.* (1988) ont étudié le temps de mélange dans un réacteur mono-étagé à deux tailles différentes (20 L et 4,3 m³, pour deux types de mobiles (turbine de Rushton à 6 pales et ICI gasfoil) et en faisant varier le rapport D/T . Ils ont proposé une équation qui ressemble fortement à l'équation (1.17) avec un exposant égal à 2,2 sur le rapport (D/T). Il a été démontré que cette corrélation avait une signification physique si l'on fait l'hypothèse que le mélange est principalement induit pas des phénomènes turbulents (voir Nienow (1997)). Pour mieux comprendre les paramètres importants, l'équation (1.17) peut être réécrite de la manière suivante :

$$t_{mix,95\%} \propto \left(\frac{P}{V}\right)^{-1/3} T^{2/3} \left(\frac{D}{T}\right)^{-1/3}. \quad (1.18)$$

Ainsi, pour un système mono-étagé, on peut tenir les conclusions suivantes :

- à même diamètre d'agitateur et même puissance dissipée volumique, les mobiles d'agitations conduisent au même temps de mélange ;

- à même puissance dissipée, un mobile ayant un plus gros diamètre donnera un temps de mélange plus faible ;
- lorsqu'on extrapole à puissance dissipée constante, le temps de mélange augmente comme le diamètre du réacteur à la puissance $2/3$.

Beaucoup moins de travaux ont été réalisés en milieux aérés. Ceci est principalement dû aux méthodes de mesures qui sont difficilement applicables (comme la méthode conductimétrique) à moins d'avoir pris des précautions particulières (Pinelli *et al.*, 2001). L'étude de Cooke *et al.* (1988) permet de dire que les équations (1.17) et (1.18) peuvent toujours être utilisées en prenant en compte la diminution de la puissance dissipée due à la présence de gaz.

Les systèmes multi-étagés

Pour des raisons de génie civil (tenue mécanique, construction) et pour minimiser les coûts liés aux couples mécaniques importants, les fabricants de fermenteurs sont souvent amenés à proposer des réacteurs multi-étagés. Dans ces systèmes, pour un même volume de réacteur, le temps de mélange a tendance à augmenter par rapport à un système mono-étagé. De plus lorsque plusieurs mobiles à dispersion radiale sont utilisés, on observe un phénomène de compartimentation (Nienow, 1998; Cronin *et al.*, 1994). Vasconcelos *et al.* (2000) ont étudié un certain nombre de mobiles à disque et n'ont pas observé de différence sur le temps de mélange selon les formes des pales. Cooke *et al.* (1988) ont démontré une augmentation du temps de mélange pour un réacteur tri-étagé de 60 L (comparé aux deux réacteurs mono-étagés de 20 L et 4, 3 m³). Ils obtiennent une équation de type :

$$t_{mix,90\%} N = 3,3 N p_0^{-1/3} \left(\frac{D}{H} \right)^{-2,43}, \quad (1.19)$$

pour une configuration à trois turbines de Rushton. En testant diverses configurations de mobiles (mobiles radiaux en bas et mobiles axiaux en haut), ils ont observé une diminution du temps de mélange pouvant aller jusqu'à 50% par rapport à un système avec plusieurs turbines de Rushton. En effet, avec l'utilisation de mobiles à dispersion axiale en mode de pompage vers le haut ou vers le bas, les phénomènes de compartimentation sont beaucoup moins importants. Hari-Prajitno *et al.* (1998) ont utilisé différents types de mobiles axiaux dans un réacteur de 276 L avec un rapport H/T égal à 2. Les mobiles B2 « high solidity » en mode de pompage vers le bas et vers le haut entraînent une baisse du temps de mélange de l'ordre de 40% jusqu'à 60% pour une combinaison de mobile B2, un pompant vers le bas et un pompant vers le haut par rapport à des turbines de Rushton à même puissance dissipée.

En conclusion, pour des fluides ayant une faible viscosité, il semble que pour des configurations mono-étagés, le choix du mobile d'agitation n'est pas déterminant du point de vue du mélange. Dans ce cas, le temps de mélange

ne dépend que de la puissance dissipée. En système multi-étagé, des compartimentations peuvent survenir, particulièrement lorsque des turbines de Rushton sont utilisées. Le choix d'un mobile générant une plus forte recirculation peut être envisagé. Dans tous les cas, pour minimiser le temps de mélange, les mobiles ayant un nombre de puissance faible sont préconisés. Néanmoins, ils conduisent à de fortes valeurs de vitesse en bout de pale, ce qui est parfois à éviter. Concernant la capacité à disperser le gaz, les mobiles à faible nombre de puissance (avec un pompage ascendant) sont préférés car leur puissance dissipée est plus stable en conditions d'aération. De plus ces mobiles entraînent de faibles fluctuations sur l'arbre d'agitation.

II.C Le transfert de matière

Pour la plupart des cultures biologiques, un bon transfert de matière est primordial pour obtenir une grande productivité. Le problème de transfert de matière le plus important est le transfert de matière gaz-liquide. Les différentes méthodes de mesure de cette grandeur sont détaillées en annexe VII. Ici nous allons nous intéresser à l'influence du transfert de matière dans les bioprocédés, aux aspects théoriques et à la détermination macroscopique de cette grandeur par des corrélations.

II.C.A Influence du transfert de matière sur les performances

Il peut y avoir un lien important entre la teneur en oxygène dissous (pO_2) et la productivité en produits d'intérêts. Pour les cultures aérobies, l'oxygène est à l'origine de la chaîne de réactions permettant la production d'énergie au sein de la cellule. Ainsi, en réacteur industriel, on choisit souvent de maintenir la pO_2 constante à l'aide d'une régulation sur le débit de gaz et/ou la vitesse de rotation des agitateurs (Bhargava *et al.*, 2003b,a; Pollard *et al.*, 2007).

Shay *et al.* (1987) ont montré le lien qui pouvait exister entre le transfert de matière et la productivité lors de la production de bactéries et de levures d'intérêts industrielles. A titre d'exemple, pour la culture de *Kluyveromyces fragilis* dans un fermenteur de 1500 L, la productivité a été améliorée de 7 à 21 $g \cdot L^{-1} \cdot h^{-1}$ en augmentant le transfert d'oxygène de 240 à 840 $mmol \cdot L^{-1} \cdot h^{-1}$. Marten *et al.* (1996) ont étudié l'influence de l'agitation mécanique (et donc du transfert de matière) sur la productivité en enzymes par *T. reesei*. A la vitesse la plus faible (250 rpm) et avec de l'air, ils ont observé une limitation en oxygène. Cette limitation est associée à une croissance lente et une productivité faible. Dans leurs travaux, ils estiment à 15% la pO_2 en dessous de laquelle les performances sont diminuées. Marten *et al.* (1996) montrent également une augmentation de la vitesse de croissance avec la vitesse d'agitation et ajout d'oxygène pur sans pour autant détailler la mesure du transfert d'oxygène.

Zetelaki & Vas (1968) ont utilisé de l'air et de l'oxygène pur lors de la croissance d'*A. niger* pour la production de glucose oxydase. Ils ont montré que la culture utilisant de l'air produisait deux fois moins de glucose oxydase que celle avec de l'oxygène pur. Sakurai & Imai (1992) ont montré que pour la production d'acide citrique avec la souche *A. niger*, la productivité était augmentée avec la concentration en oxygène dissous. Dans les travaux de Vardar & Lilly (1982) sur *P. chrysogenum*, il a été montré qu'en dessous de 30% de la saturation en oxygène, la productivité en pénicilline diminuait fortement jusqu'à être nulle en dessous de 10%.

Wongwicharn *et al.* (1999) ont étudié l'effet de la concentration en oxygène dissous sur la morphologie et la production d'enzymes par *A. niger*. En culture continue, ils ont appliqué un enrichissement de l'oxygène de l'air introduit dans le réacteur. Ils ont prouvé que durant cette culture, l'oxygène avait un effet positif sur la production en enzymes. Du point de vue de la morphologie, l'oxygène a pour effet de produire des filaments plus courts et ramifiés.

II.C.B Aspects théoriques

Le transfert de matière gaz-liquide est souvent modélisé par la théorie du double film (voir figure 1.14). Si l'on considère un composé *A* issu des bulles de gaz, les équations du flux transféré J_A à travers chacun des deux films peut être écrit comme le produit des différences de concentration dans la couche limite diffusionnelle par un coefficient de transfert k lié à la phase considérée.

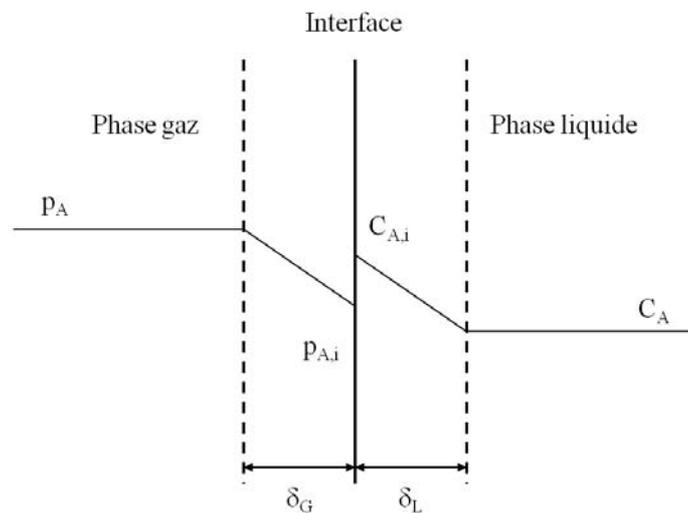


Figure 1.14 – Modèle du double film de Whitman

$$j_{A,g} = k_g (p_A - p_{A,i}) \quad (1.20)$$

$$j_{A,l} = k_l (C_A - C_{A,i}) \quad (1.21)$$

p_A désigne la pression partielle de A , C_A la concentration de A dans la phase liquide et i indique la concentration (pression partielle) à l'interface. A l'interface, on peut relier la pression partielle à la concentration par la loi de Henry :

$$p_{A,i} = He_A C_{A,i} \quad (1.22)$$

où He_A est la constante de Henry du composé A . Comme la concentration à l'interface n'est pas mesurable, on écrit que le flux total transféré est égal au produit du coefficient de transfert total et de la force motrice de la phase liquide :

$$J_A = K_l (C_A^* - C_A) \quad (1.23)$$

avec C_A^* la concentration de saturation dans le liquide. En régime permanent, on a égalité des flux transférés dans les deux phases ($J_{A,g} = J_{A,l} = J_A$). On peut ainsi réarranger les équations précédentes pour obtenir :

$$\frac{1}{K_l} = \frac{1}{He_A k_g} + \frac{1}{k_l} \quad (1.24)$$

k_g est généralement bien plus grand que k_l et pour les gaz ayant une faible solubilité (donc un grand He_A) comme l'oxygène dans l'eau, la résistance de transfert coté gaz peut être considérée comme négligeable par rapport à celle coté liquide. Ainsi, K_l est environ égal au coefficient de transfert de matière coté liquide k_l .

Le taux de transfert volumique, *OTR* (*Oxygen Transfer Rate*), s'écrit comme le produit du flux transféré J_A et de l'aire interfaciale a en m^2 par m^3 de réacteur :

$$OTR = J_A a = k_l a \left(\frac{p_{A,i}}{He_A} - C_A \right) = k_l a (C_A^* - C_A) \quad (1.25)$$

Le $k_l a$ est appelé coefficient volumique de transfert. Il est souvent utilisé pour quantifier le transfert de matière gaz-liquide dans les réacteurs aérés car il est très difficile de déterminer séparément la vitesse de transfert, k_l , et l'aire interfaciale, a .

Le coefficient de transfert de matière gaz-liquide, k_l , est relié à la notion de renouvellement du film liquide à la surface des bulles. Les modèles qui décrivent ce renouvellement diffèrent selon le type d'écoulement. Le premier groupe de modèles « turbulents » suppose que le temps de renouvellement est contrôlé par les plus petites échelles de la turbulence (Kawase *et al.*, 1987). Ils sont basés sur une structure idéale de turbulence dans le voisinage de la bulle. Lamont & Scott (1970) supposent que ce sont les plus petites échelles de la turbulence qui participent au transfert de matière. Dans ce cas, les échelles liées à la turbulence sont toujours plus petites en taille que celle de la bulle. Ainsi, la

taille de la bulle n'est pas une grandeur pertinente pour la détermination du k_l . Ils en déduisent une expression de la forme suivante :

$$k_l = c1 \left(\frac{P_g}{KV} \right)^{1/(2+2n)} D_L^{0,5}, \quad (1.26)$$

avec K et n , les paramètres rhéologiques du fluide (loi puissance) et D_L la diffusivité. Dans la littérature, on trouve une valeur de $c1$ comprise entre 0,301 et 1,13 (Kawase *et al.*, 1987, 1992; Linek *et al.*, 2005).

Le deuxième groupe de modèles dits de « glissement » (Calderbank & Moo-Young, 1995; Alves *et al.*, 2004), supposent que le transfert est contrôlé par le mouvement relatif entre les phases et la mobilité de l'interface, plutôt que par la turbulence. Suivant ce principe, on considère deux cas. Dans le premier, le modèle de Frossling (1938) considère une bulle totalement contaminée (interface rigide) :

$$k_l = 0,6 \left(\frac{Vs}{d_{32} \cdot \epsilon_G} \right)^{0,5} (D_L)^{2/3} \left(\frac{\mu}{\rho} \right)^{-1/6}, \quad (1.27)$$

où Vs est la vitesse superficielle du gaz, d_{32} est le diamètre de Sauter et ϵ_G est la rétention gazeuse. Dans le deuxième, la bulle est considérée comme propre (interface mobile) et le modèle de Higbie (1935) donne :

$$k_l = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \left(\frac{D_L}{d_{32}} \right)^{0,5} \left(\frac{Vs}{\epsilon_G} \right)^{0,5}. \quad (1.28)$$

Dans ces modèles, la puissance sur le coefficient de diffusion dépend du type d'interface qui est considérée. Selon la physicochimie du milieu, on considère souvent que les petites bulles sont contaminées et ont donc un faible transfert de matière. En revanche, pour le cas des grosses bulles ($> 2,5$ mm), on estime que le transfert de matière se fait majoritairement sur la partie haute de la bulle où il n'y a pas de contamination. Elles ont donc un coefficient de transfert de matière plus important (Dani *et al.*, 2006).

La grosse différence entre les modèles dits de « turbulence » et de « glissement » est l'influence du taux de dissipation turbulent sur le transfert de matière. Pour le modèle turbulent, le k_l augmente avec la dissipation via la puissance dissipée P/V . En revanche, le modèle de glissement prédit une diminution du k_l avec la diminution de la taille des bulles. En effet, l'augmentation de la puissance dissipée entraîne une diminution de la taille des bulles. Or le k_l pour une bulle rigide est quatre fois inférieur pour une bulle ayant une interface mobile. Dans la littérature, on peut trouver des données permettant de soutenir l'une ou l'autre des théories. Pour le cas eau-air ces deux modèles donnent des résultats proches mais ce n'est pas vrai pour tous les couples gaz-liquide.

En cultures aérobies fed-batch, le transfert d'oxygène est souvent l'étape limitante de la croissance en micro-organismes. L'oxygène est un substrat difficile à apporter du fait de sa faible solubilité dans l'eau. Si l'alimentation en substrat liquide ne tient pas compte de ces limitations, on peut observer des

changements métaboliques qui peuvent conduire à la formation de produit non désirés.

II.C.C Prédiction du transfert en cuves agitées

Pour prédire le transfert de matière en cuve agitée, il n'existe pas de formalisme idéal. On peut utiliser une corrélation adimensionnelle. En pratique, cette solution n'est pas réaliste car :

- soit elle nécessite l'utilisation d'un grand nombre de paramètres adimensionnels dans lesquels les variables apparaissent plusieurs fois avec des effets opposés (Yagi & Yoshida, 1975; Nishikawa *et al.*, 1981);
- soit elle fait intervenir des constantes dont l'influence est douteuse (viscosité du gaz, masse volumique du gaz, attraction gravitationnelle ...) ou qui ne rendent pas compte du changement d'échelle (vitesse de rotation du mobile) (Hassan *et al.*, 2012).

Les corrélations dimensionnelles sont moins élégantes car elles masquent probablement les différents phénomènes physiques responsables du transfert de matière. Néanmoins si l'on choisit des termes qui sont extrapolables à plusieurs tailles de réacteur, elles permettront d'obtenir des prédictions acceptables.

Corrélations empiriques pour estimer le $k_l a$ en eau

Pour les réacteurs agités mécaniquement et en régime turbulent, le $k_l a$ (coefficient volumique de transfert de matière) est souvent corrélé à la puissance dissipée volumique P/V et à la vitesse superficielle du gaz V_s :

$$k_l a = cst (P/V)^\alpha (V_s)^\beta. \quad (1.29)$$

Dans la suite du manuscrit, on appellera cette équation la corrélation de type I. La corrélation de type I la plus utilisée a été donnée par van't Riet (1979). Dans cette corrélation, les coefficients α et β sont respectivement égaux à 0,4 et 0,5. Il a été montré par Pedersen (1997) que la vitesse superficielle du gaz était la grandeur plus pertinente pour l'extrapolation. En effet, à même débit de gaz ramené au volume de réacteur par minute (vvm), les valeurs de $k_l a$ augmentent de 0,55 m³ à 80 m³. Un résultat similaire a été montré par Whitton & Nienow (1993) qui ont étudié deux réacteurs avec des géométries similaires et pour des diamètres de 0,6 m et 2,67 m. Le coefficient de corrélation pour le $k_l a$ était de 0,933 lorsque la vitesse superficielle du gaz était utilisée (V_s) et 0,188 avec le débit de gaz par unité de volume de réacteur et par minute (vvm). Même si le débit en vvm n'est pas un critère pertinent pour établir des corrélations de $k_l a$, il reste un bon invariant pour l'extrapolation. On verra par la suite que c'est le seul critère qui permet de maintenir la concentration en oxygène dissous à plusieurs échelles. Le tableau 1.3 comprend des corrélations permettant d'estimer le $k_l a$ en eau sous la forme de l'équation (1.29). Dans ce tableau on s'aperçoit

que les valeurs de α et β diffèrent de la formulation proposée par van't Riet (1979). En systèmes multi-agités, le $k_l a$ est souvent mesuré de façon moyennée dans le volume du réacteur. Linek *et al.* (1996) et Moucha *et al.* (1995) ont mesuré le $k_l a$ par la méthode d'échelon de pression à différents étages du réacteur ($H/T = 4$). Ils ont montré que le $k_l a$ était plus important dans la partie basse que dans les autres étages du réacteur.

Tableau 1.4 – Corrélations empiriques pour la prédiction du $k_{l}a$ en eau ($k_{l}a$ en s^{-1})

Référence	Méthode	Corrélation	T [m]	V_s [$mm \cdot s^{-1}$]	Conditions
Vasconcelos et al. (2000)	Peroxyde d'hydrogène	$k_{l}a = 0,015 (P/V)^{0,66} V_s^{0,51}$	0,392	0,8 – 6,5	Deux turbines de Rushton, $H = 2T$
Moucha et al. (1995)	Echelon de pression	$k_{l}a = 0,018 (P/V)^{0,58} V_s^{0,588}$	0,19	2,1 – 8,4	Quatre turbines de Rushton, $H = 4T$
Nocentini et al. (1993)	« Start-up »	$k_{l}a = 0,015 (P/V)^{0,59} V_s^{0,55}$	0,232	1,5 – 10	Quatre turbines de Rushton, $H = 4T$
Bouaifi & Roustan (1998)	Dynamique	$k_{l}a = 0,022 (P/V)^{0,5} V_s^{0,6}$	0,43	5,4 – 18	Divers mobiles d'agitation, $H = 2T$
Linek et al. (1996)	Peroxyde d'hydrogène	$k_{l}a = 0,005 (P/V)^{0,66} V_s^{0,51}$	0,19	2,1 – 8,4	Quatre turbines de Rushton, $H = 4T$

Il est souvent admis dans la littérature que pour des systèmes non visqueux, le $k_{l}a$ est indépendant du type d'agitateur utilisé (à même puissance dissipée volumique et même débit d'air).

Vasconcelos *et al.* (1997) ont comparé les performances d'un mobile hydrofoil B2 en flux ascendant et d'une turbine de Rushton à 6 pales. Ils n'ont pas observé de différences de $k_{l}a$ entre les deux types de mobiles. De plus, Bouaifi & Roustan (1998) ont comparé les performances de plusieurs combinaisons d'agitateurs (Lightnin A310 et A315, pales inclinées et turbines de Rushton) dans un réacteur bi-étagé pour un système eau/air et une solution ionique/air. Ils observent que le $k_{l}a$ ne dépend pas de la configuration des mobiles à même puissance dissipée et vitesse superficielle de gaz. Vasconcelos *et al.* (2000) ont utilisé différents types de mobiles à disques (6 pales) pour un réacteur bi-étagé. Ils ont montré que pour un système eau/air, à même puissance dissipée et à même vitesse superficielle, le $k_{l}a$ était le même. Le facteur le plus important pour le choix du mobile est sa capacité à disperser le gaz (en évitant l'engorgement). De plus, la capacité à dissiper l'énergie (diminution de la puissance dissipée en présence de gaz) est aussi importante afin d'avoir une bonne souplesse sur la puissance.

Corrélations empiriques pour estimer le $k_{l}a$ en milieux non-Newtoniens

Wang *et al.* (1979) ont proposé une corrélation pour prédire le $k_{l}a$ pour un milieu de culture de champignons filamenteux sous la forme de l'équation (1.29). Les constantes de cette corrélation sont les suivantes (pour le $k_{l}a$ en h^{-1}) : $cst = 122$, $\alpha = 0,33$ et $\beta = 0,56$.

Néanmoins, cette corrélation ne considère pas l'évolution de la viscosité au cours de la culture. C'est pourquoi, les corrélations que l'on retrouve le plus souvent pour prédire le $k_{l}a$ dans les milieux visqueux sont de la forme suivante :

$$k_{l}a = cst (P/V)^{\alpha} (Vs)^{\beta} (\mu_a)^{\chi}. \quad (1.30)$$

Cette corrélation est notée corrélation de type II. Elle provient de l'équation (1.29) de type I, modifiée pour tenir compte des effets liés à la viscosité. Dans la majorité des cas, la viscosité a un effet négatif sur le transfert de matière. On retrouve dans la littérature des valeurs pour χ entre $-0,41$ et -1 (Cooke *et al.*, 1988; Herbst *et al.*, 1992; Garcia-Ochoa & Gomez, 2009).

Albaek *et al.* (2012) ont établi une corrélation du type de l'équation (1.30) pour prédire le $k_{l}a$ durant la culture de *T. reesei* (pour le $k_{l}a$ en h^{-1} : $cst = 0,88$, $\alpha = 0,50$, $\beta = 0,15$ et $\chi = -0,5$). Dans cette corrélation, ils trouvent un effet très faible de l'aération sur la valeur du $k_{l}a$ (β habituellement compris entre 0,4 et 0,6 en cuve agitée).

Les approches de type adimensionnel en termes de nombre de Sherwood ($k_{l}aT^2/D_L$), Reynolds ($\rho NT^2/\mu_a$), Schmidt ($\mu_a/\rho D_L$), Weber ($\rho N^2 T^3/\sigma$), des

propriétés rhéologiques et des paramètres géométriques sont présentées dans la revue de [Garcia-Ochoa & Gomez \(2009\)](#). [Herbst et al. \(1992\)](#) ont utilisé différents types d'équations pour corrélérer leurs résultats de transfert à deux échelles pour le cas de la production de Xanthane. Ils se sont rendu compte que les corrélations adimensionalisées ne permettaient pas de prédire le transfert à plusieurs tailles de réacteur. Dans leur étude, [Herbst et al. \(1992\)](#) montrent que l'équation la plus pertinente est celle de [Kawase & Mooyoung \(1988\)](#) qui est sous la forme :

$$k_L a = \text{constante} \sqrt{D_L} \rho_t^{3/5} \frac{(P_g/\rho_t V)^{9+4n/10(1+n)}}{(K/\rho_t)^{1/2(1+n)} \sigma^{3/5}} \left(\frac{V_S}{V_t}\right)^{0,5} \left(\frac{\mu_a}{\mu_w}\right)^{-0,25}. \quad (1.31)$$

Dans l'équation (1.30), la viscosité apparente, μ_a , est calculée à partir du taux de cisaillement moyen. La relation la plus utilisée pour calculer le taux de cisaillement moyen est celle proposée par [Metzner & Otto \(1957\)](#). Ces auteurs postulent que le cisaillement moyen est proportionnel à la vitesse de rotation du mobile en régime laminaire :

$$\dot{\gamma}_{moy} = k_S \cdot N. \quad (1.32)$$

La constante, k_S , dépend du type d'agitateur et vaut entre 10 et 13,5 ([Nienow & Elson, 1988](#)). [Calderbank & Moo-Young \(1959\)](#) proposent une modification de cette relation avec un effet du facteur de consistance et de l'indice du fluide :

$$\dot{\gamma}_{moy} = k_S \cdot N \left(\frac{4n}{3n+1}\right)^{\frac{n}{1-n}}. \quad (1.33)$$

Ces deux approches sont basées sur des mesures en écoulements laminaires et, comme le montre [Herbst et al. \(1992\)](#), donnent des résultats très similaires pour des solutions de Xanthane. Dans la littérature, cette équation est très souvent utilisée en écoulement turbulent.

En se basant sur des analyses dimensionnelles, [Henzler & Kauling \(1985\)](#) ont proposé une corrélation qui pourrait être valide pour les écoulements turbulents :

$$\dot{\gamma}_{moy} \propto \left(\frac{P}{V} \cdot \frac{1}{\mu_a}\right)^{0,5} \propto \left(\frac{P}{V} \cdot \frac{1}{K}\right)^{\frac{1}{1+n}}. \quad (1.34)$$

Malheureusement, ces auteurs ne peuvent pas déterminer le facteur de proportionnalité de cette équation et supposent qu'il est égal à 1.

[Campesi et al. \(2009\)](#) ont utilisé des mesures de transfert global en milieux Newtoniens et non Newtoniens pour établir une loi permettant de prédire le taux de cisaillement moyen en fonction des conditions opératoires et des propriétés rhéologiques. Néanmoins, ce modèle repose sur un lien direct entre le transfert de matière et le taux de cisaillement moyen dans le réacteur. On verra par la suite que le lien n'est pas trivial et que des études complémentaires sur le sujet sont nécessaires.

En partant de l'hypothèse d'un écoulement turbulent, [Sanchez Perez et al. \(2006\)](#) ont développé l'équation (1.34) pour faire intervenir la vitesse d'agitation et les configurations géométriques du réacteur. Ils proposent l'équation suivante :

$$\dot{\gamma}_{moy} = \left(\frac{4\rho \cdot Np \cdot D^2}{\pi K (H/D) \cdot (T/D)^2} \right)^{1/1+n} N^{3/1+n}. \quad (1.35)$$

La simulation numérique a aussi été utilisée pour étudier l'influence de l'agitation sur le taux de cisaillement moyen. [Kelly & Gigas \(2003\)](#) montrent qu'en régime transitoire, la corrélation de [Metzner & Otto \(1957\)](#) sous-estime les cisaillements moyens. Pour des mobiles axiaux, ils montrent que la relation liant le taux de cisaillement moyen à la vitesse d'agitation serait plutôt :

$$\dot{\gamma}_{moy} = 33,3 \cdot N. \quad (1.36)$$

En utilisant les données de [Kelly & Gigas \(2003\)](#), [Sanchez Perez et al. \(2006\)](#) montrent qu'en modifiant la puissance sur la vitesse d'agitation, il est possible d'augmenter la précision de la corrélation (1.36) de la façon suivante :

$$\dot{\gamma}_{moy} = 33,1 \cdot N^{1,4}. \quad (1.37)$$

Dans cette équation, la dépendance du taux de cisaillement moyen à N se rapproche plus de la valeur théorique de 1,5 de l'équation (1.35).

D'autres auteurs se sont plutôt intéressés aux taux de cisaillement maximaux générés à proximité du bout de la pale ([Wichterle & Wein, 1975](#); [Robertson et al., 1987](#)). Les mesures, de type électrochimique, permettent également de déterminer les taux de cisaillements importants (30%) présents proche de la paroi du réacteur. Pour des milieux non-Newtoniens, [Wichterle & Wein \(1975\)](#) déterminent la corrélation suivante :

$$\dot{\gamma}_{max} = N \cdot (1 + 5,3N)^{1/n} \left(\frac{\rho \cdot N^{2-n} \cdot D^2}{K} \right)^{1/1+n}. \quad (1.38)$$

Pour des fluides ayant un comportement rhéologique de type visqueux Newtonien, [Robertson et al. \(1987\)](#) déterminent la relation suivante :

$$\dot{\gamma}_{max} = 3,3 \cdot N^{1,5} \cdot D \left(\frac{\rho}{\mu} \right). \quad (1.39)$$

II.C.D Prédiction du transfert en colonnes à bulles

On verra plus tard, qu'à l'échelle industrielle, les fermenteurs fonctionnent avec des vitesses superficielles importantes et une puissance dissipée modérée. Dans ces conditions, le réacteur ressemble plus, du point de vue du transfert de matière, à une colonne à bulles. Il est donc important de comprendre le fonctionnement du cas limite où l'aération prend le pas sur l'agitation. En colonnes à

Tableau 1.5 – Corrélations pour la prédiction du taux de cisaillement moyen en colonne à bulles.

Référence	Corrélation
Henzler (1980)	$\dot{\gamma}_{moy} = 1500 \cdot V_s$
Nishikawa et al. (1977)	$\dot{\gamma}_{moy} = 5000 \cdot V_s$
Schumpe & Deckwer (1987)	$\dot{\gamma}_{moy} = 2800 \cdot V_s$
Thomasi et al. (2010)	$\dot{\gamma}_{moy} = (7,38 \cdot 10^{-3} \cdot V_s^{0,11} \cdot K^{-0,389})^{\frac{1}{n-1}}$

bulles, les corrélations utilisées pour la prédiction du transfert de matière global sont construites de la même façon que celles utilisées en cuves agitées à la différence que le terme lié à la puissance dissipée n'apparaît plus. Dans la forme la plus classique dimensionnelle et pour des milieux tels que de l'eau, on a ([Shah et al., 1982](#); [Kang et al., 1999](#)) :

$$k_l a = cst V_s^\beta. \quad (1.40)$$

Certains auteurs utilisent plutôt une forme adimensionnelle sous la forme ([Kawase et al., 1987](#); [Ozturk et al., 1987](#)) :

$$Sh = cst Sc^\alpha \cdot Re^\beta \cdot Fr^\chi \cdot Bo^\delta. \quad (1.41)$$

Pour les fluides non Newtoniens, la viscosité apparente est ajoutée dans l'équation (1.40). On obtient l'équation suivante ([Schumpe & Grund, 1986](#)) :

$$k_l a = cst V_s^\beta \cdot \mu_a^\chi. \quad (1.42)$$

Dans l'équation (1.42), la viscosité apparente moyenne est calculée avec la valeur du taux de cisaillement moyen dans la colonne. Les corrélations proposées dans la littérature suggèrent que le cisaillement moyen dans une colonne à bulle est proportionnel à la vitesse superficielle du gaz. Dans le tableau 1.5, on présente les différents modèles utilisés dans la littérature. Les constantes de proportionnalité diffèrent de manière significative suivant les auteurs. Ceci est dû aux différentes méthodes utilisées pour calculer la constante de proportionnalité. Dans une colonne à bulles, le cisaillement est généré par le sillage des bulles. Il est donc pratiquement impossible de mesurer cette grandeur expérimentalement. [Nishikawa et al. \(1977\)](#) utilisent des mesures de coefficient de transfert de chaleur pour déterminer cette constante. Les fluides rhéofluidifiants utilisés dans ce travail ont un indice allant de 0,72 à 1. Dans l'étude de [Henzler \(1980\)](#), des données de coefficient de transfert de matière de la littérature sont utilisées pour calculer la constante dans une grande gamme de viscosité apparente (n entre 0,38 et 0,82).

Le modèle de [Thomasi et al. \(2010\)](#) est capable de prédire simplement une valeur du taux de cisaillement moyen pour des fluides rhéofluidifiants. Pour le cas de l'eau ($n = 1$), l'équation du tableau 1.5 n'est plus valable.

III Objectifs

III.A Extrapolation des fermenteurs

III.A.A Considérations générales

Durant les années 1940, directement après la seconde guerre mondiale, un grand nombre de compagnies pharmaceutiques ont eu pour but de commercialiser à grande échelle des antibiotiques. Le premier antibiotique produit en grande quantité fût la pénicilline, produit par le champignon *Penicillium chrysogenum*. Le développement de ce procédé contribua grandement à l'amélioration des connaissances et des techniques de production de molécules d'intérêt par voie biologique (Humphrey, 1998). Ainsi, en une vingtaine d'années et pour des raisons économiques, les volumes de réaction sont passés de quelques litres à plusieurs centaines de mètres cubes.

La géométrie des réacteurs a évolué en même temps que la demande de production pour deux raisons : soit il n'était pas possible de construire le même type de réacteur à plus grande échelle (plateaux agités), soit les performances étaient trop fortement diminuées par rapport à l'échelle du laboratoire.

Pour pallier à cette baisse de performance, les ingénieurs ont du développer de nouvelles technologies de réacteurs de grands volumes dans lesquels les conditions du laboratoire étaient maintenues. Cette science est appelée « scale up » ou extrapolation des fermenteurs. Elle consiste à fixer les paramètres géométriques et opératoires de réacteurs beaucoup plus grands que ceux utilisés au laboratoire tout en tentant d'effectuer au mieux la réaction biologique et donc la formation du produit désiré en grande quantité.

Lors de l'extrapolation d'un fermenteur, un certain nombre de paramètres sont modifiés :

- la qualité du mélange ;
- le transfert de chaleur (rapport volume par surface) ;
- le taux de cisaillement (vitesse d'agitation, vitesse en bout de pale) ;
- la vitesse superficielle de gaz ;
- le temps d'inoculation ;
- l'âge et stabilité de la culture ;
- les mutations.

De plus, les micro-organismes sont souvent modifiés génétiquement pour atteindre des concentrations élevées dans le milieu. A cette concentration, la demande en substrats nécessaires à la croissance et au maintien est augmentée. C'est principalement le cas pour les cultures aérobies où la demande en oxygène peut devenir un facteur limitant.

L'extrapolation des procédés faisant intervenir des champignons filamenteux est une tâche encore plus délicate. La viscosité du milieu de culture aug-

mente en même temps que la concentration en micro-organismes, ce qui coïncide avec l'augmentation de la viscosité et de la demande en oxygène. Or, les viscosités élevées sont connues pour diminuer l'efficacité des phénomènes de transport (transfert d'oxygène et de chaleur).

III.A.B Méthodes d'extrapolation des fermenteurs

Pour extrapoler un fermenteur à l'échelle industrielle, il existe principalement cinq paramètres qui peuvent être maintenus constant de l'échelle du laboratoire vers l'échelle industrielle (George *et al.*, 1998; Yang & Allen, 1999; Li *et al.*, 2002; Junker, 2004; Pollard *et al.*, 2007; Junker *et al.*, 2009; Tissot *et al.*, 2012) :

1. le temps de mélange ;
2. la vitesse en bout de pale ;
3. le débit d'air égal au volume du réacteur par minute (appelé vvm) ;
4. le coefficient volumique de transfert de matière, $k_L a$;
5. la puissance dissipée volumique.

Ces paramètres ne peuvent pas être maintenus constants de façon simultanée.

Dans l'industrie, l'extrapolation est un problème majeur. Même pour une réaction simple, il n'existe pas de règle unique pour s'assurer, avec une forte probabilité, le succès de l'extrapolation de l'aération et du mélange. L'extrapolation basée sur un temps de mélange constant est rarement utilisée en pratique. Lorsque la taille des réacteurs industriels est grande, il est difficile de produire un temps de mélange de l'ordre de celui obtenu à petite échelle. Cela conduirait à des puissances dissipées qui ne sont pas atteignables du point de vue de la mécanique et pour des raisons de coûts opératoires. De plus, pour le cas des fluides non Newtoniens, il n'existe pas à ce jour de corrélation permettant de prédire le temps de mélange en fonction de la taille du réacteur et de l'aération. Même s'il ne repose pas sur des considérations théoriques établies, le critère de vitesse en bout de pale est parfois pris en considération lorsque le milieu de culture semble être sensible aux contraintes mécaniques. Néanmoins, il conduit souvent à des puissances dissipées faibles qui ne permettent pas d'atteindre un transfert de matière suffisant. Souvent l'extrapolation est effectuée à vvm constant (volume de réacteur par minute). Ce critère permet de maintenir la concentration en oxygène dissous dans le réacteur à même consommation d'oxygène par les microorganismes. De plus, il permet d'assurer le stripage du CO_2 , ce qui est primordial pour ne pas acidifier le milieu. La conservation du débit en vvm a pour conséquence une augmentation du transfert de matière avec la taille du réacteur si la puissance dissipée est aussi maintenue constante (hors régime d'engorgement). En pratique, ce n'est pas tout le temps possible de maintenir le débit de gaz en vvm pour des raisons de coût du compresseur et de régime d'écoulement. Dans ce cas, on va chercher à augmenter la puissance dissipée volumique, P_g/V , pour atteindre la concentration en oxygène

dissous désirée. L'ajustement de ces deux derniers paramètres revient à essayer de maintenir le transfert de matière global, k_{la} , entre les deux échelles. Dans les réacteurs de taille industrielle, pour des raisons mécaniques, la puissance dissipée volumique reste limitée à $5000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$ voire $1000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$. Ce n'est pas le cas à l'échelle du laboratoire où l'on peut trouver des réacteurs fournissant des puissances volumiques de plusieurs dizaines de $\text{k W}\cdot\text{m}^{-3}$. De même, les problèmes d'engorgement des réacteurs diminuent avec la taille des réacteurs. Ainsi, il est toujours possible de fonctionner à plus grand transfert d'oxygène à l'échelle du laboratoire qu'à l'échelle industrielle. Dans les procédés aérobies classiques, il est habituel de maximiser la production de biomasse jusqu'à atteindre une demande biologique correspondant à la limite de l'équipement. A cette limite, il n'est plus possible d'augmenter le transfert de matière. Des problèmes de moussage sont aussi rencontrés dans le cas des cultures aérobies. Ils sont dus à la production de certaines protéines qui agissent comme des surfactants et bloquent la coalescence des bulles [Bailey et al. \(2002\)](#); [Blijdenstein et al. \(2010\)](#). L'utilisation d'agents anti mousse peut éviter ce genre de problèmes. Néanmoins ils ont pour effet une diminution du transfert d'oxygène car ces produits ont tendance à augmenter la coalescence et donc la taille des bulles. Si les agents anti mousse peuvent être utilisés à l'échelle du laboratoire, à l'échelle industrielle ils représentent un coût non négligeable pour le cas de produits à faible valeur ajoutée. Des méthodes existent pour lutter contre ces problèmes de moussage. Ce sont des méthodes mécaniques qui consistent à rabattre la mousse à l'aide d'un cône fixé sur l'arbre d'agitation ([Cooke et al., 2004](#)). Pour la culture de *B. subtilis*, culture délicate en terme de moussage, cette technique s'est avérée efficace à l'échelle pilote ([Stocks et al., 2005](#)).

III.B Objectifs de l'étude et de la thèse

Le but du travail d'extrapolation est de concevoir des réacteurs de production industrielle dans lesquels on obtiendrait des rendements proches de ceux obtenus à l'échelle du laboratoire. Pour réussir ce travail, il est nécessaire :

- de comprendre quelles sont les étapes limitantes du procédé à l'échelle du laboratoire ;
- d'estimer l'évolution des paramètres physiques avec le changement d'échelles ;
- de quantifier l'impact de ces modifications sur la réaction biologique et donc sur le rendement.

Même si de nombreuses études portent sur la caractérisation des réacteurs agités du point de vue de transfert de matière et du mélange, peu d'études traitent à la fois le cas des milieux non-Newtoniens et le changement d'échelle. Il est donc difficile de relier les différentes études entre elles et d'en tirer des informations quantitatives pour le dimensionnement. De plus, il est nécessaire de

connecter ces études hydrodynamiques aux questions d'ordre biologique, lesquelles sont étudiées dans des conditions idéales de limitation par le mélange et le transfert.

Dans le cadre du développement du procédé de production d'enzymes, l'IF-PEN a choisi de mener deux études en parallèle. La première étude axée sur les questions d'ordre biologique a pour objectif d'optimiser la souche du champignon responsable de la synthèse de la cellulase ainsi que les conditions opératoires du point de vue de la cinétique biologique pour maximiser la productivité (thèse E. Jourdier). La seconde (ce travail) consiste à définir les grandeurs clés à prendre en compte pour l'extrapolation et d'estimer l'évolution de ces grandeurs avec le changement d'échelle. Le rôle de cette étude est aussi de pointer du doigt les différents dysfonctionnements qui pourront être rencontrés à plus grande échelle. Des études complémentaires pourront alors être menées pour les minimiser. En étudiant les phénomènes clés du transfert et du mélange, et en estimant leurs évolutions respectives, des préconisations de dimensionnement pourront aussi être faites.

Pour la plus grande partie, les deux approches (thèses) sont menées séparément. Pour la partie biologique, les phénomènes de transport et de transfert ne doivent pas intervenir lorsqu'il s'agit de caractériser la cinétique biologique (croissance des micro-organismes, consommation des substrats et production de protéines). Les expérimentations doivent être menées dans des conditions idéales de contrôle. De la même façon, pour la majorité des mesures de transfert et de mélange dans les fermenteurs, le milieu de culture ne peut pas être utilisé pour des raisons de coût, de temps de préparation, de respect des conditions de stérilité et de non stabilité au cours du temps. C'est pourquoi la caractérisation des performances est réalisée en maquette froide (en l'absence de réaction biologique). Pour rendre compte des aspects rhéologiques complexes et évolutifs du milieu de culture, on utilise des milieux « modèles » choisis pour représenter le milieu biologique à différentes étapes de la croissance des micro-organismes.

De nombreux échanges ont lieu et des campagnes de mesures sont préparées et suivies en collaboration. Une partie du travail consiste à caractériser le milieu de culture biologique du point de vue rhéologique (chapitre 3). Le transfert de matière gaz-liquide est aussi mesuré en cours de croissance pour estimer l'influence des conditions opératoires et du milieu sur le transfert de matière (chapitre 4). Aussi, les résultats obtenus par l'approche génie chimique peuvent être utilisés pour réaliser des expériences de réduction d'échelle (« Scale-down »). Ce type d'expérience permet de réaliser des cultures en laboratoire dans lesquelles on peut retranscrire les effets des hétérogénéités spatiales des grands réacteurs. Ainsi on peut mesurer l'effet de ces hétérogénéités sur les rendements.

L'objectif de la thèse est donc de mieux comprendre et prédire les grandeurs clés du transfert et du mélange dans les fermenteurs opérant avec des milieux ayant une rhéologie complexe. Dans un premier temps, le milieu de

culture a été caractérisé, en cours de croissance, du point de vue de la rhéologie. Cette étude a permis par la suite de cibler des milieux modèles inertes ayant une rhéologie similaire. Ces milieux modèles ont été utilisés pour l'étude macroscopique à deux tailles de cuves agitées (40 et 340 L). Dans ces maquettes instrumentées, on a pu mesurer l'évolution des grandeurs globales (la puissance dissipée, le transfert gaz-liquide, le temps de mélange et le taux de gaz) ainsi que l'effet de la rhéologie du fluide sur le changement d'échelle. Enfin, il a paru nécessaire d'étudier de manière plus locale l'effet de la rhéologie sur transfert et le mélange. Pour cela, la taille des bulles a été mesurée de façon à comprendre les effets dissociés de la vitesse de transfert et de l'aire interfaciale. L'hydrodynamique locale des fluides complexes a aussi été étudiée (dans une cuve de 70 L) pour comprendre l'effet de la rhéologie sur les composantes du mouvement mais aussi pour comprendre le rôle du taux de cisaillement dans une cuve agitée. Cette étude a permis de quantifier les différents taux de cisaillements (moyen, fluctuant, instantané) et de connaître le lien avec la vitesse de rotation. Ensuite, à même puissance dissipée, on peut voir l'influence du mobile d'agitation sur les cisaillements. Ce type d'étude peut permettre d'orienter un choix de mobile d'agitation pour endommager le moins possible les micro-organismes ou de comprendre les dysfonctionnements des réacteurs semi-industriels. Enfin, l'analyse fine de l'écoulement dans ce type de milieux pourra servir de base de référence pour la validation de codes de calcul en mécanique des fluides numérique. Avec des outils validés, il sera possible de faire l'extrapolation numérique du réacteur.

III.C Architecture du manuscrit

Ce manuscrit s'articule autour de 6 chapitres, dont celui-ci. Le **chapitre 2** présente les installations expérimentales, et les techniques de mesures utilisées. Le **chapitre 3** porte sur la caractérisation du milieu de culture en termes de rhéologie et de transfert de matière gaz-liquide. Dans le **chapitre 4**, on présentera l'étude globale sur le transfert et le mélange dans les trois cuves agitées (40, 70 et 340 L). Le **chapitre 5** regroupe les résultats obtenus sur l'analyse locale des écoulements dans la cuve agitée de 70 L par suivi de particules. Enfin, dans le **chapitre 6**, on conclura sur les résultats clés obtenus au cours de ce travail et des perspectives seront données pour permettre d'aiguiller des travaux futurs sur l'extrapolation des fermenteurs pour la production d'enzymes.

Dispositifs expérimentaux et méthodes de mesures utilisées

Dans ce chapitre, nous allons présenter les différents réacteurs dans lesquels ont été réalisées les mesures. On parlera de maquette froide pour des réacteurs fonctionnant uniquement en absence de réaction biologique. Elles sont au nombre de trois. A l'IFPEN de Solaize, deux maquettes homothétiques sont disponibles. Elles ont une configuration mono ou bi-étagée. Au LISBP de Toulouse, une maquette mono étagée est disponible. Elle a été utilisée à la fois en diphasique pour des mesures de transfert de matière au niveau local et pour le suivi de vitesses de particules (PIV). Cette maquette a déjà été utilisée dans des études précédentes au laboratoire. A l'IFPEN de Rueil, plusieurs fermenteurs ont été étudiés mais un seul est présenté ici. Ce réacteur a été caractérisé par des mesures de transfert de matière global en eau et de puissance dissipée. Plusieurs cultures biologiques de champignons ont été réalisées dans ce fermenteur et sont décrites par la suite.

Les méthodes de mesures présentées dans ce chapitre sont celles qui ont été utilisées dans ce travail. Une rapide description des autres méthodes utilisées dans la littérature est reportée en annexe VII. Les mesures des propriétés rhéologiques ont été réalisées dans deux laboratoires différents : l'IFPEN de Rueil et l'IMF de Toulouse. Le matériel de mesure de vitesses par suivi de particule a été emprunté via la plateforme de recherche de la fédération FERMAT (Fluides, Energie, Réacteurs, Matériaux et Transferts) dans le thème MMRIB (Mélange, Micro mélange en Milieu Réactif ou Biologique).

I Les réacteurs agités

I.A Les maquettes froides de Solaize T30 et T60

L'étude du transfert de matière et du mélange macroscopique a été réalisée dans deux cuves cylindriques géométriquement similaires situées à l'IFPEN de Solaize. Elles ont un rapport hauteur sur diamètre (H/T) égal à un ou deux selon que le réacteur est rempli en entier ou à moitié. Le premier réacteur, noté T_{30} , est en verre et a un diamètre de 0,3 m. Son volume peut aller de 21 à 42 L.

Le second réacteur, noté T_{60} , est en polyméthyl méthacrylate (PMMA) et a un diamètre de 0,6 m. Son volume peut aller de 170 à 340 L. Les paramètres géométriques sont définis sur la figure 2.1. Les dimensions des systèmes étudiés sont représentées dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1 – Dimensions caractéristiques des trois réacteurs

Dénomination	Réacteur		
	T_{30} (21 – 42 L)	T_{60} (170 – 340 L)	T_{45} (72 L)
T	0,3	0,6	0,45
D	0,1	0,2	0,15-0,193
d	0,05	0,15	0,10
s	0,05	0,15	0,075
H	0,3-0,6	0,6-1,2	0,45
c	0,1	0,2	0,15
Δc	0,23	0,53	–
Δb	0,02	0,04	–
b	0,005	0,01	0,045

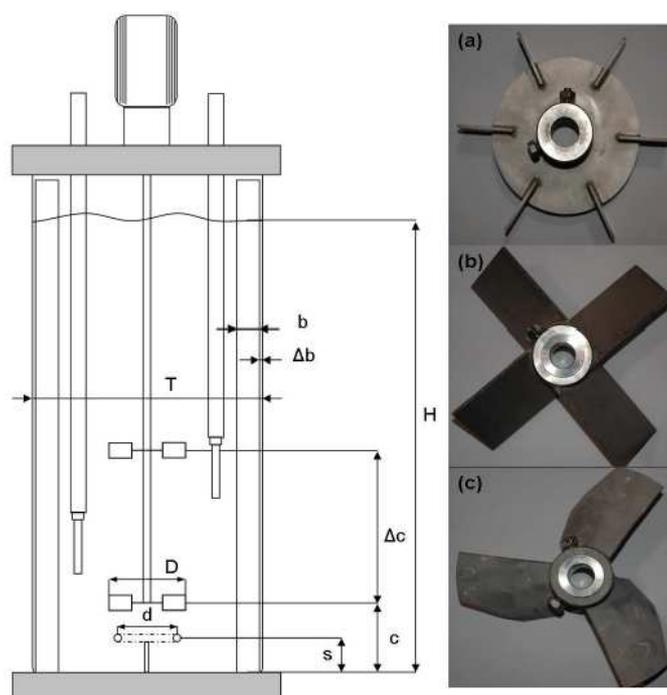


Figure 2.1 – Géométrie des cuves agitées. Les valeurs des paramètres géométriques sont données dans le tableau 2.1. Sur la droite sont présentés les trois types d'agitateurs utilisés pour T_{30} et T_{60} : a : turbine de Rushton à six pales droites (R) ; b : quatre pales inclinées (PB) ; c : Mixel TT (TT).

De l'air est injecté par deux tores ayant des trous d'un millimètre de diamètre (25 trous pour T_{30} et 120 trous pour T_{60}). Le débit de gaz varie entre $0,5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et $20 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. Cela correspond à des vitesses superficielles (V_s) entre 2 et $20 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$.

Plusieurs configurations d'agitation ont été testées, en mode mono ou bi-étagé. Trois types d'agitateurs ont été utilisés. Ils sont représentés sur la figure 2.1 : une turbine de Rushton à six pales droites notée (R), une quatre pales inclinées notée (PB), un mobile axial Mixel TT noté (TT) (Mixel S.A., Dardilly, France) et un mobile Lightning A315. Ce dernier peut être utilisé en mode de pompage ascendant (A315U) ou descendant (A315D). Pour fonctionner en pompage ascendant, le sens de rotation du moteur doit être inversé et le mobile est retourné. Les différentes configurations sont représentées dans le tableau 2.2. L'agitation mécanique est délivrée par deux moteurs (Leroy Somer

Tableau 2.2 – Configurations et tailles des agitateurs utilisés pour T_{30} et T_{60} .

Configuration	Mobile bas	Mobile haut	D/T (T_{30})	D/T (T_{60})
<i>R</i>	<i>R</i>	–	0,33	0,33
<i>PB</i>	<i>PB</i>	–	0,33-0,66	0,33-0,53
<i>TT</i>	<i>TT</i>	–	0,33-0,66	0,33-0,53
<i>RPB</i>	<i>R</i>	<i>PB</i>	0,33	0,33
<i>RTT</i>	<i>R</i>	<i>TT</i>	0,33	0,33
<i>TTTT</i>	<i>TT</i>	<i>TT</i>	0,33	0,33
<i>RR</i>	<i>R</i>	<i>R</i>	0,33	0,33
<i>A315D</i>	<i>A315D</i>	–	0,50	-
<i>A315U</i>	<i>A315U</i>	–	0,50	-

LS112M et Sew Eurodrive DV100L4). Les vitesses de rotation maximales sont de 1000 rpm pour T_{30} et 530 rpm pour T_{60} .

I.B La maquette froide de Toulouse T45

Les mesures locales (suivi de particules et transfert local) ont été réalisées dans une cuve agitée (T_{45}) standard ayant un diamètre et une hauteur équivalentes. Les dimensions de la cuve sont présentées sur la figure 2.1 et le tableau 2.1. Pour le transfert local, seule une turbine de Rushton ayant un rapport $D/T = 1/3$ a été utilisée. En revanche, pour le suivi de particule, deux autres mobiles ont été mis en place et sont présentés sur la figure 2.2 et le tableau I.B. Pour éviter les problèmes de distorsions optiques, la cuve est placée dans une enceinte cubique remplie d'eau.

Pour les essais en transfert de matière local, on a utilisé des débits de gaz faibles ($0,4$ et $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) pour avoir une bonne visibilité des bulles, ce qui correspond à des vitesses superficielles égales à $0,7$ et $1,7 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$.



(a) Turbine de Rushton

(b) Lightnin A310



(c) Lightnin A315

Figure 2.2 – Mobiles utilisés pour le suivi de particules.

Tableau 2.3 – Nombres de puissance et ratio par rapport au diamètre de cuve

Mobile	D/T	Np^a
Turbine de Rushton	0,33	5,1
Lightnin A-315	0,33	0,75
Lightnin A-310	0,43	0,35

a. Mesurés dans Bouaifi & Roustan (1998).

I.C Le fermenteur de 20L (Rueil-Malmaison)

Le fermenteur de 20 L utilisé pour la culture de *T. reesei* est composé d'un système d'agitation équipé de deux mobiles avec une seule contre pale. Le mobile inférieur est une turbine de Rushton ($D/T = 0,4$) située à 6 cm du fond. Un mobile à pales inclinées est situé au niveau supérieur ($D/T = 0,4$). Le bioréacteur possède un diamètre intérieur de 0,25 m et un rapport hauteur sur diamètre égal à 2 ($H = 2T$). La vitesse d'agitation varie entre 500 et 1200 rpm. De l'air est introduit à travers un diffuseur torique, à un débit compris entre 0,3 et 2 $L \cdot h^{-1}$ (0,2 à 2 vvm). Deux autres systèmes d'agitation ont été testés pour la caractérisation du fermenteur en eau. Le premier système est le même que précédemment mais on a ajouté deux autres contre-pales. Le deuxième système supplémentaire est composé de deux mobiles à pales inclinées et une contre-pale. Le couple mécanique est mesuré par un couple-mètre T22/10 N·m (HBM Inc., Marlborough, MA, USA).



Figure 2.3 – Fermenteur de 20 L utilisé dans les travaux de [Gabelle et al. \(2012\)](#).

II Instruments et techniques de mesure

II.A Les rhéomètres

II.A.A Rhéomètres IFP Rueil Malmaison

Les mesures rhéologiques des fluides utilisés pour le transfert de matière et le mélange ont été réalisées Par I. Hénaut et S. Cavagnol à l'aide d'un rhéomètre à contrainte imposée AR 2000 (TA Instruments, New Castle, Delaware) situé à l'IFPEN de Rueil-Malmaison. Une géométrie cône-plan a été utilisée. Le cône a un diamètre de 6 cm et possède un angle de 2° . Les mesures sont réalisées en effectuant un balayage logarithmique de $0,1$ à 1000 s^{-1} en 120 s puis une descente de 1000 à $0,1 \text{ s}^{-1}$ en 120 s. La température est réglée à 20°C pendant les mesures. Pour caractériser le CMC $0,25\%$ (F.S.), à cause de sa faible viscosité, un viscosimètre « Contraves Low Shear 30 » a été utilisé avec une géométrie de Couette. Dans [Gabelle *et al.* \(2012\)](#) un autre rhéomètre a aussi été utilisé. Il s'agit d'un rhéomètre FANN modèle 286 avec une géométrie de type cylindre coaxial. Cette géométrie nécessite un plus grand volume pour la mesure. On pourra comparer les valeurs obtenues pour les différentes géométries.

II.A.B Rhéomètre IMFT

La rhéologie des fluides utilisés pour le suivi de particules a été caractérisée à l'IMFT en collaboration avec D. Anne-Archard au sein de la fédération Fermat. Un rhéomètre Haake Mars (Thermo Scientific, Germany) a été utilisé avec deux types de géométrie (diamètre 6 cm) : une géométrie cône-plan ($C60/2^\circ \text{ Ti L}$) et un plan-plan strié ($P60/\text{Ti L}$) permettant d'éviter les problèmes de glissement à la surface pour les faible taux de cisaillement. En plus du balayage logarithmique, une rampe avec des paliers longs a été utilisée pour vérifier la convergence de la contrainte pour la détermination de la contrainte seuil (cas du Carbopol).

II.B Mesure de la puissance dissipée

Dans les réacteurs T_{30} et T_{60} , le couple mécanique a été déterminé par un couple-mètre optique électronique (Dataflex 22/20 N·m et 22/100 N·m, KTR, Rheine, Germany). La précision de la mesure est égale à $\pm 0,5\%$ du couple maximal donné par le moteur. Ainsi, on a une précision de $\pm 0,1 \text{ N}\cdot\text{m}$ sur T_{30} et $\pm 0,5 \text{ N}\cdot\text{m}$ sur T_{60} . Le couple dû aux forces mécaniques dans le moteur et les engrenages a été soustrait ([Ascanio *et al.*, 2004](#); [Albaek *et al.*, 2008](#)). La mesure du couple est prise comme étant égale à la moyenne sur un temps de 30 mi-

notes à vitesse de rotation et débit de gaz fixés. A la fin de la mesure, le couple mesuré à la vitesse minimale de rotation (114 et 78 rpm) est soustrait. A cette vitesse, la valeur du couple est de l'ordre de l'erreur de mesure.

Les nombres de puissance en milieux aérés et non aérés ont été calculés à la vitesse maximale de rotation afin de minimiser les incertitudes de mesures. Pour le cas de la configuration R (voir tableau 2.2), la vitesse de rotation pour la mesure du couple est fixée à la vitesse maximale avant entrainement de bulles par la surface (vortex). Dans le cas contraire, la valeur mesurée serait sous-estimée à cause de la présence du gaz. La plupart des expériences ont été réalisées en régime de dispersion complète (voir figure 1.12).

II.C Mesure du temps de mélange

L'étude sur le temps de mélange a été initiée durant la thèse et a fait l'objet d'un stage de fin d'étude par [Carvalho \(2010\)](#) sous la direction scientifique de F. Augier et moi-même. De plus, nous avons eu la chance de collaborer dans ce travail avec Maxime Moreaud, du département R1150 « mathématiques appliquées » de l'IFPEN de Solaize, qui a conçu le logiciel de traitement d'images.

Le temps de mélange a été mesuré dans les deux réacteurs et dans différents milieux. Seule la configuration RPB a été utilisée. Suivant les conditions opératoires, deux méthodes ont été utilisées : une méthode visuelle et une méthode conductimétrique. Elles ont permis de déterminer le temps de mélange à 95% de l'homogénéité. Ces méthodes présentent l'avantage d'être peu coûteuses en termes de matériels et de traceurs. L'inconvénient de la méthode colorimétrique est de ne pas pouvoir réaliser plusieurs essais sur le même fluide, ce qui peut poser un problème lorsque le coût du milieu modèle est non négligeable. La méthode conductimétrique n'est pas applicable au CMC car les sels modifient les propriétés rhéologiques du milieu. De plus, elle n'est pas adaptée aux milieux très visqueux car le liquide se fige autour de la sonde. Enfin, cette méthode est difficilement utilisable pour des milieux aérés.

Pour mettre en place une mesure fiable et reproductible, un certain nombre de paramètres sont à déterminer. Parmi les plus importants, on peut citer le lieu d'injection du traceur, le dispositif d'injection, le volume à injecter, le temps d'injection. C'est pourquoi dans un premier temps, les tests ont été réalisés en eau dans les deux cuves.

Le système d'injection développé au cours de ce travail est composé d'un brise jet au niveau du mobile d'agitation supérieur et de deux seringues (voir figure 2.4). La première est remplie de traceur (contenance 100 mL) et la seconde est remplie du milieu. Ce système permet une injection nette et rapide.

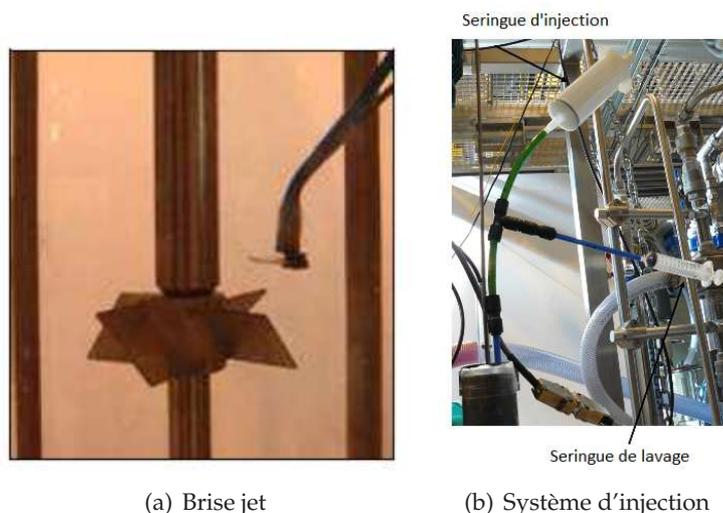


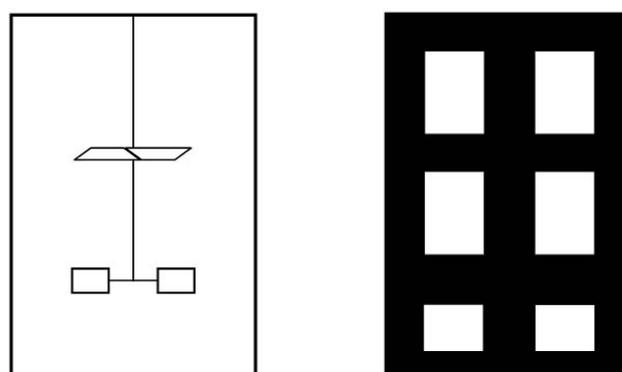
Figure 2.4 – *Système d'injection du traceur : (a) brise jet au niveau du mobile du haut, (b) système à deux seringues.*

II.C.A Colorimétrie

Pour réaliser la mesure du temps de mélange par colorimétrie, le traceur est un colorant violet Drimarène R-2RC de chez Clariant® habituellement utilisé dans la coloration de textile. Le volume de traceur a été fixé à 10 mL pour T_{30} et à 50 mL pour T_{60} . Cette introduction est réalisée grâce au système de deux seringues présenté précédemment (figure 2.4). Une caméra vidéo est installée devant les réacteurs. Un système d'éclairage positionné à l'arrière du réacteur est utilisé. Il est dirigé vers des panneaux blancs pour l'eau et les solutions de CMC qui sont transparentes et est orienté vers le réacteur pour le cas du XG qui est plus opaque.

II.C.B Traitement d'image

La vidéo obtenue lors d'un essai est dans un premier temps transférée d'une cassette vidéo (Mini Dv) à un ordinateur grâce au logiciel Adobe Premier Pro®, puis le film est découpé en série de photos à raison de 5 images par seconde de manière à être retraitées avec un logiciel de traitement d'images. Pour ce faire, un masque doit être créé de manière à définir les zones du réacteur à analyser. Ce masque est créé à partir d'un logiciel de dessin en noircissant toutes les zones qui ne doivent pas être analysées (voir figure 2.5). Les zones sont numérotées de gauche à droite et de haut en bas. Le logiciel de traitement d'image permet d'obtenir un fichier texte contenant les valeurs des niveaux de gris des zones à analyser.



(a) Image avant injection

(b) Masque de l'image

Figure 2.5 – Création des zones d'interrogations pour le traitement d'image.

II.C.C Conductimétrie

Pour les essais conductimétriques, une solution saline est préparée à partir du milieu d'étude (NaCl à $250 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$). Une seconde seringue de 100 mL est remplie avec de l'eau. Ces deux seringues sont placées sur le système d'injection. L'injection a lieu 20 s précisément après le démarrage de l'enregistrement. Cette méthode permet de connaître précisément le moment d'injection. L'essai prend fin lorsque le signal a atteint un palier.

Pour atteindre un saut de conductivité acceptable, le volume d'injection dans le réacteur T_{60} est de 500 mL. Pour faire une telle injection, une modification du système a été nécessaire. Un système de réservoir sous pression (2 bar) a été mis en œuvre afin d'avoir une durée d'injection inférieure à 4 s.

II.C.D Traitement des données

Pour les deux méthodes, le calcul du temps de mélange est déterminé selon l'approche de [Brown et al. \(2004\)](#) et l'équation (57) décrite en annexe II.

II.D Mesure du transfert de matière global

II.D.A Dans les milieux inertes

La méthode utilisée pour mesurer le coefficient de transfert de matière est la méthode dynamique par sonde à oxygène « start-up ». L'utilisation de cette méthode requiert l'utilisation d'un modèle hydrodynamique pour les phases gaz

et liquide. Comme proposé par [Nocentini \(1990\)](#), on suppose le liquide comme étant parfaitement mélangé du point de vue du transfert et le gaz ayant un écoulement de type piston. Plusieurs autres modèles ont été testés (par exemple avec recirculation) mais donnent des résultats très similaires. Ainsi le système à résoudre pour déterminer le $k_l a$ est le suivant :

$$\frac{dC_l}{dt} = \frac{k_l a}{1 - \epsilon_G} \left(\frac{\overline{C_g}}{m} - C_l \right) \quad (2.1)$$

$$\frac{\partial C_g}{\partial t} = -\frac{Q_g}{S \cdot \epsilon_G} \cdot \frac{\partial C_g}{\partial x} - \frac{k_l a}{\epsilon_G} \left(\frac{\overline{C_g}}{m} - C_l \right) \quad (2.2)$$

Pour résoudre ce système, on initialise dans un premier temps :

- la valeur du temps de début de l'expérience ;
- la valeur du $k_l a$.

Sous Matlab 7.9®, on calcule l'évolution de la concentration en oxygène dans le réacteur jusqu'à la saturation. Ce profil est comparé à la mesure expérimentale et la différence entre les deux courbes est minimisée selon la méthode des moindres carrés. Enfin, les données d'entrées (temps initial et $k_l a$) sont modifiées pour minimiser l'erreur entre les deux signaux. Dans ce modèle, le taux de gaz est supposé constant tout au long de l'expérience. Il est calculé à partir de corrélations établies pour chaque milieu et en fonction des conditions opératoires (P/V et V_s). La dynamique propre de la sonde est négligée puisque le temps de transfert est bien plus important que le temps de réponse des sondes rapides utilisées (Ox 100 fast, Unisense, Aarhus, Denmark). Ce temps de réponse est tout le temps inférieur à 2,5 s pour passer de la concentration de saturation de l'air à la concentration nulle du liquide. Pour éviter les problèmes de couches limites autour de la sonde, elle est placée dans une zone où il n'y a pas de zone morte, même pour le cas des fluides les plus visqueux. De plus, le temps de réponse de la sonde n'est pas affecté par les milieux utilisés car il dépend seulement du coefficient de diffusion de l'oxygène des fluides. [Ho et al. \(1988\)](#) ont mesuré le coefficient de diffusion dans du XG et du CMC et montrent qu'il est très proche de celui de l'eau même pour des fortes concentrations. Ceci s'explique car la taille des molécules dans ces milieux polymères est grande et l'oxygène passe facilement à travers. Afin de valider ces hypothèses, nous avons mesuré le temps de réponse de la sonde en eau et dans le milieu le plus visqueux (XG 0,5%). Dans les deux cas, le temps de réponse est le même et inférieur à 2,5 s.

II.D.B Dans le milieu de culture biologique

En milieu de culture biologique, le transfert de matière global est mesuré par analyse des gaz selon la méthode décrite en annexe III.B.A. La concentration en oxygène dissous dans le liquide est mesurée à l'aide d'une sonde à oxygène

(InPro 6820 series, Mettler Toledo, Urdorf, Switzerland). F^{sortie} est mesurée par un analyseur de gaz (Bluesens gas sensor GmbH BCP O_2). F^{entree} est mesurée au début et à la fin de la culture.

II.E Mesure de la taille des bulles

II.E.A Dispositif

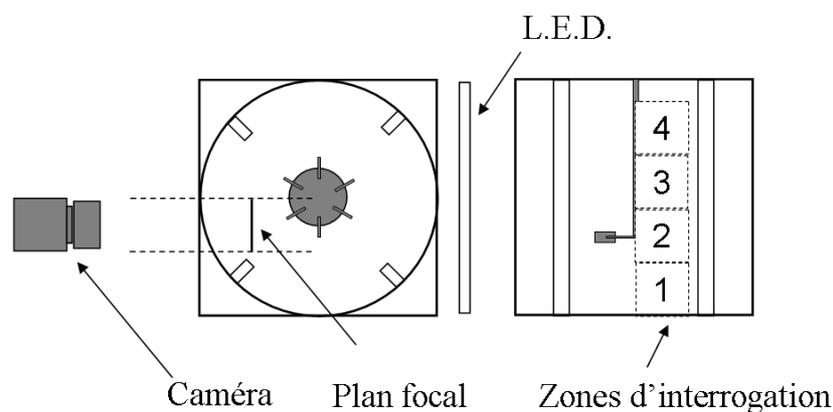


Figure 2.6 – Dispositif de mesure de la taille des bulles

La mesure de la taille des bulles a été réalisée par acquisition d'images avec une caméra rapide Photron ultima APX (Photron USA, Inc., San Diego, USA) avec un champ de 1024×1024 pixels² et munie d'un objectif Nikon de 105 mm. La caméra a été placée à 1 m de la cuve. Comme le montre la figure 2.6, la mise au point a été réalisée à l'aide d'une mire graduée située à une distance de 10 cm par rapport à la paroi. Un panneau de L.E.D. a été utilisé pour avoir un éclairage suffisant à l'arrière de la cuve. L'ouverture du diaphragme a été réduite, suivant les essais, au minimum acceptable pour le traitement d'image. Quatre fenêtres d'interrogation carrées de taille 10 cm \times 10 cm ont été définies afin d'avoir la taille des bulles dans différentes zones.

II.E.B Traitement d'images

Un traitement d'images semi-automatique a été réalisé à l'aide du logiciel ImageJ. Grâce à cet outil, l'expérimentateur sélectionne toutes les bulles d'une image en relevant le plus grand et le plus petit diamètre de chaque bulle. Les données sont en suite traitées à l'aide du logiciel Matlab 7.9®. Chaque bulle est considérée comme un ellipsoïde aplati. Le diamètre de Sauter est ensuite calculé à partir de la surface et du volume estimés pour chaque ellipsoïde.

Un deuxième logiciel de traitement a été développé à l'IFPEN. Il permet de sélectionner les bulles de façon assistée avec la souris. Dans un premier temps, on approche une ellipse au dessus de la bulle. Lorsque l'on relâche, un programme détecte les contours et calcule le périmètre de la bulle. Grâce à ce périmètre, on peut remonter à l'information du diamètre équivalent.

Les deux logiciels ont été testés sur les mêmes séries d'images. Ils donnent des résultats proches à 5% près. Suite au traitement des images on obtient une convergence pour le diamètre de Sauter à partir de 300 bulles environs. Pour toutes les zones, la convergence a été vérifiée.

II.F Système d'acquisition du suivi de particules (PIV)

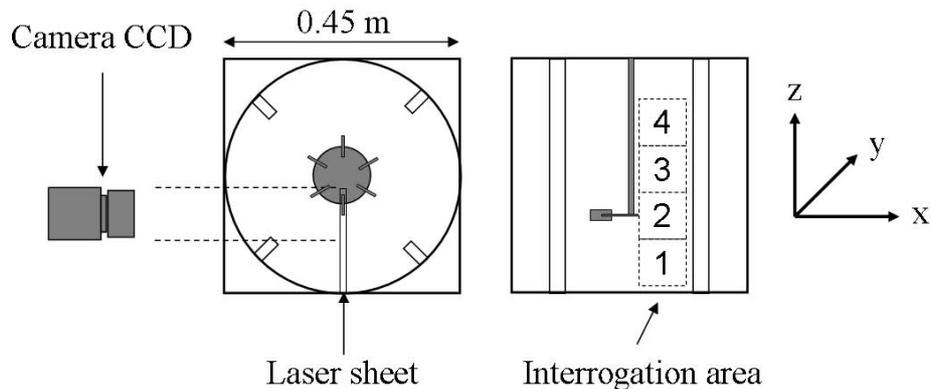


Figure 2.7 – Dispositif de mesure de suivi de particules

Le matériel utilisé pour le suivi de particules est constitué d'un laser et d'un système d'acquisition d'images fournis par LaVision (LaVision GmbH, Goettingen, Allemagne). Ce système comprend un laser Nd-Yag (Quantel, 10 Hz, 200×2 mJ), un appareil de synchronisation et une caméra CCD (Imager Intense, 12 bits, 1376×1040 pixels²). La caméra est équipée d'un objectif Nikon (Micron Nikon 60 ou 105 mm). Selon les conditions opératoires, deux types de particules traçantes sont choisies :

- particules de verre argentés (S-HGS-10, $10\mu m$) ;
- particules de polymères fluorescentes (FPP-RhB-10, 1 – $20\mu m$).

Elles sont fournies par Dantec Dynamics (Skovlunde, Danemark). Les deux types de particules ont un temps de relaxation assez court pour que l'on puisse considérer qu'elles suivent fidèlement le fluide d'étude. Pour les particules fluorescentes, on utilise un filtre passe-haut, placé sur la caméra, qui permet d'enregistrer les images des particules dans l'écoulement en évitant les réflexions parasites. Pour chaque paire d'images, les vitesses sont calculées à l'aide du

logiciel Davis7® (LaVision GmbH, Goettingen, Allemagne).

Comme le montre la figure 2.7, quatre fenêtres d'interrogation (9 cm × 7 cm) sont choisies de manière à représenter l'écoulement dans un plan vertical de la cuve. Afin d'obtenir des mesures comparables pour les différents milieux, on utilise un robot pour faire bouger la caméra verticalement.

III Les milieux modèles

Nous allons présenter ici les milieux modèles utilisés dans cette étude. Ces choix se justifient par rapport aux différentes contraintes associées à chaque mesure et à la ressemblance avec le milieu de culture biologique (comportement rhéologique, structure).

III.A Les milieux modèles homogènes

Dans cette étude, deux des polymères les plus connus pour l'étude de l'hydrodynamique en fluides complexes ont été utilisés (Yagi & Yoshida, 1975; Ranaide & Ulbrecht, 1978; Nishikawa *et al.*, 1981; Henzler & Kauling, 1985; Kawase & Mooyoung, 1988; Pedersen, 1997; Garcia-Ochoa & Gomez, 1998). Il s'agit de la gomme Xanthane (XG) et du Carboxyméthyl Cellulose (CMC). Le XG (G1253 Sigma) est fourni par Sigma Aldrich (S.A.) alors que le CMC a été fourni par deux fournisseurs différents (Sigma Aldrich (C5013 Sigma 700000 g·mol⁻¹) et Fisher Scientific (F.S.) C/3100/53)). Deux concentrations sont choisies pour chacun des fluides (0,25 and 0,5%) de façon à avoir une rhéologie proche du milieu de culture biologique. Pour les essais en XG et pour éviter la contamination de la solution, de l'azide de Sodium (0,02%) est utilisé comme anti fongique. Comme le montrent Escudier *et al.* (2001), il n'y a pas d'influence du type d'eau et du biocide sur la viscosité des milieux. Les polymères se présentent sous forme de poudre. On introduit la quantité de polymère désirée dans 80% du volume final du réacteur. On démarre l'agitation pour dissoudre le polymère. Lorsqu'il est dissous (quelques heures), on arrête l'agitation et on ajoute la quantité d'eau restante. On laisse ensuite reposer 24 h sans mélanger pour s'assurer de l'hydratation complète des molécules.

Pour le suivi de particules, deux autres fluides modèles homogènes ont été étudiés : le Carbopol ®980 (Roberts & Barnes, 2001; Curran *et al.*, 2002; Kim *et al.*, 2003; Zhu *et al.*, 2005; Balhoff *et al.*, 2011)(Noveon Inc., Waterloo, ON) et le Zetag 7587 (BASF, Ludwigshafen, Germany). Ils ont été choisis car ils possèdent une très bonne transparence même à forte concentration en polymères. Le Carbopol980 se trouve sous forme d'une fine poudre. Lorsqu'on le met en solution, il doit être neutralisé avec de la soude pour épaissir le milieu. La préparation s'ef-

fectue en ajoutant doucement le Carbopol ®980 à de l'eau déminéralisée (pour une meilleure transparence). La solution est agitée pendant 4 à 6 heures jusqu'à dissolution complète. Le pH de la solution est proche de 3,6. Ensuite, l'agitation est stoppée pour laisser le temps (24 h) aux fines bulles présentes dans le milieu de s'échapper. Enfin, la solution est neutralisée avec 50 mL de soude à $200 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. La solution de soude est injectée à la pipette dans une zone proche du mobile. Le pH atteint alors une valeur proche de 6. Le Zetag 7587 est quant à lui plus facile à préparer. Il se dissout rapidement dans l'eau. Cependant, là aussi on retrouve un grand nombre de petites bulles présentes dans le milieu. On laisse donc reposer 24 h pour laisser les bulles s'échapper.

III.B Le milieu modèle hétérogène

Le milieu modèle hétérogène utilisé dans cette étude est composé d'un mélange de XG à 0,2% et de fibres de cellulose. Ces milieux ont été caractérisés au cours de stage de S. Cavagnol. Les fibres Solka-Floc® grade 1016 sont fournies par International Fiber Corporation (Ifc, New York, USA). Elles sont principalement utilisées pour la filtration dans la production de boisson. Elles possèdent une taille moyenne de 290 microns, et une masse volumique de $128 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. La préparation des solutions est la même que pour le XG. Les fibres sont ajoutées en même temps que la poudre.

Analyse de la rhéologie durant la croissance de *Trichoderma reesei* et caractérisation des milieux modèles

Dans ce chapitre, nous allons synthétiser les résultats des travaux concernant la caractérisation du milieu biologique en cours de culture et la recherche de milieux modèles. Les premiers travaux de caractérisation du milieu biologique et de recherche de milieux modèles homogènes ont été réalisés en 2009 par Milena Nowakowska lors d'un stage à l'IFPEN de Solaize (voir rapport interne IFPEN de [Augier et al. \(2009\)](#)). Ensuite, en 2010, une collaboration a été lancée avec Isabelle Hénaut dans le département R07 « Physico-Chimie des Matériaux et Fluides Complexes » de l'IFPEN de Rueil Malmaison. C'est dans cette équipe que Sofien Cavagnol a travaillé sur la caractérisation plus fine du milieu biologique (culture *K716*, *K717* et *K734*) et sur la recherche d'un nouveau milieu modèle hétérogène. Les cultures biologiques de *T. reesei* ont été menées à l'IFPEN de Rueil Malmaison par Fadel Ben Chaabane et Etienne Jourdir. Les résultats qui suivent sont tirés, pour la plus grande partie, de ces travaux. Ils ont conduit à la publication d'un article dans la revue « Chemical Engineering Science » ([Gabelle et al., 2012](#)). La caractérisation des milieux homogènes pour les mesures en suivi de particules a été réalisée à l'Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse (IMFT) en collaboration avec Dominique Anne-Archard dans le cadre de la fédération de recherche Fermat.

I Culture

I.A Conditions opératoires et analyse de la culture

I.A.A Souche

La souche *Trichoderma reesei* CL847 a été utilisée dans ce travail.

I.A.B Condition de culture

La composition du milieu de culture est la suivante : KOH : 1,66 g·L⁻¹; H3PO4 85% : 2 mL; (NH4)2SO4 : 2,8 g·L⁻¹; MgSO4, 7H2O : 0,6 g·L⁻¹; CaCl2, 2H2O : 0,6 g·L⁻¹; Solution A : 2,5 mL. La composition de la solution A est la suivante : FeSO4,7H2O : 10 g·L⁻¹; Co(NO3)2,6H2O : 9 g·L⁻¹; MnSO4,1H2O : 3,2 g·L⁻¹; ZnSO4,7H2O : 2,8 g·L⁻¹. L'inoculum a été préparé en transférant 10⁷ spores dans un flacon contenant 250 mL de milieu de culture (glucose 30 g·L⁻¹). Trois flacons sont utilisés pour une culture dans le fermenteur de 20 L. La pré-culture a été préparée en 72 h à 30 °C à une vitesse de 150 rpm. La pré-culture a ensuite été transférée dans le réacteur pour atteindre un volume final de 13 L. La culture est réalisée à une température de 27 °C. Le pH est maintenu constant à 4,8 par ajout de NH3 à 5,5N.

La teneur en glucose est mesurée par HPLC (Varian) avec une colonne HPX-87P (à 85 °C). La concentration en matière sèche est mesurée après filtration (avec une membrane WATTMANN® GF/C 1,2 μm) suivie d'un séchage à 105 °C.

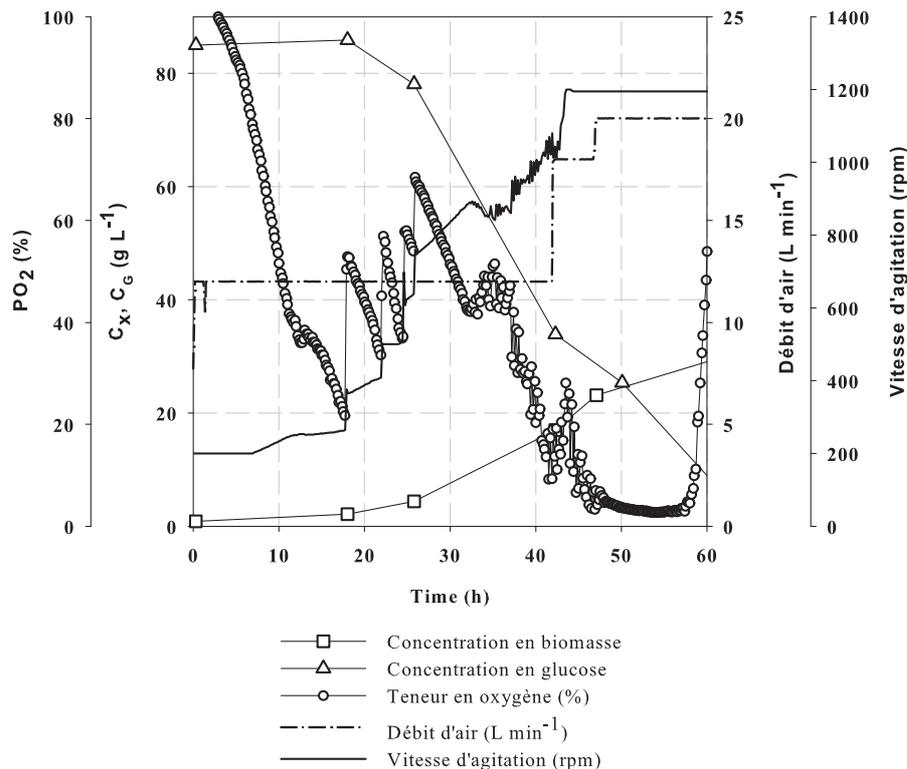


Figure 3.1 – Profil type d'une culture Batch dans le réacteur de 20 L. Evolution des concentrations (glucose et biomasse) et des conditions opératoires.

I.A.C Fermentation

La croissance de *T. reesei* est réalisée avec une concentration initiale en glucose de $90 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ pour atteindre une concentration en biomasse proche de $30 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. Le glucose est consommé au bout de 65 h. Cela correspond à une concentration en biomasse égale à $30 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. Une croissance quasi-exponentielle caractéristique des champignons filamenteux est observée en absence de limitation (Nielsen & Villadsen, 1992) (voir figure 3.1). Le taux de croissance spécifique de la biomasse est proche de $0,07 \text{ h}^{-1}$, ce qui est en accord avec la physiologie de la souche. Les conditions d'aération et d'agitation sont choisies de façon à maintenir une teneur en oxygène dissous (DO) au dessus de 20%. Au début de la croissance, l'aération est maintenue constante à 1 vvm et l'agitation a été augmentée de 400 à 1000 rpm. Ensuite, pour répondre à la forte demande en oxygène, l'aération a été augmentée jusqu'à 1,7 vvm. Même avec de telles conditions d'agitation et d'aération, l'oxygène transféré n'est pas suffisant et la concentration en oxygène dissous reste basse pendant les 10 dernières heures.

I.B Morphologie de la culture

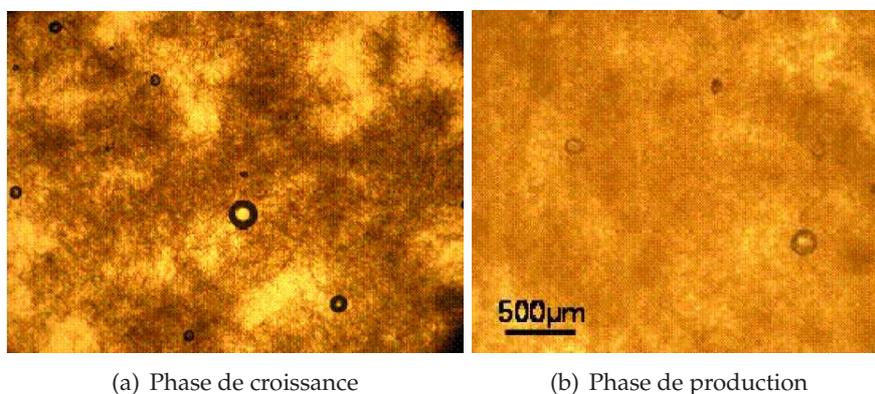


Figure 3.2 – Microscopie optique, campagne K716 (Hénaut & Cavagnol, 2010).

Les premières prises d'images (figure 3.2) effectuées sur le champignon au cours des cultures ont permis de déterminer que la forme morphologique dominante était la forme dispersée. Lors de la croissance, le champignon apparaît de manière dense mais sans former de pelotes. Comme on l'a vu dans le chapitre 1, c'est bien ce type de morphologie qui est responsable du caractère rhéofluidifiant du milieu biologique. Lorsque la concentration en micro-organismes augmente, la viscosité apparente augmente aussi à cause des interactions entre filaments. De plus, on observe un changement de morphologie lorsqu'on rentre en phase de sécrétion d'enzymes. Le réseau semble se démêler. Ceci est cohérent avec ce que l'on va voir par la suite. On observe une diminution rapide

de viscosité lors du basculement en phase de production d'enzymes alors que la concentration en biomasse reste la même. Des mesures rhéologiques ont été réalisées sur du milieu de culture préalablement filtré. Pour ces essais, le viscosimètre « low shear » est utilisé. Le milieu filtré présente un caractère rhéologique Newtonien avec une viscosité environ égale à 3 fois celle de l'eau. Cela montre bien que c'est la présence des micro-organismes qui est responsable du caractère rhéofluidifiant et non pas le liquide lui-même.

II Rhéologie au cours de la croissance

II.A Pré-cisaillement du milieu

Lorsque le milieu biologique est au repos, il a tendance à figer (formation d'un gel). Afin de rendre compte de la viscosité du milieu, l'échantillon prélevé doit être pré-cisaillé. Plusieurs tests ont été réalisés sur la même culture ($K714-48$ h). Les rhéogrammes sont reportés sur la figure 3.3. On constate que lorsque le taux de cisaillement est maintenu constant (100 et 200 s^{-1}) sur un échantillon initialement au repos, la viscosité du fluide diminue rapidement d'autant plus que le pré-cisaillement est important. Ensuite, le type de pré-cisaillement n'a plus d'effet sur la mesure. Les mesures sont donc effectuées en faisant un pré-cisaillement de $0,1$ à 1000 s^{-1} pendant 120 s. La mesure retenue est obtenue après la redescente du taux de cisaillement de 1000 à $0,1\text{ s}^{-1}$ pendant 120 s. Pour tester la tenue mécanique du champignon, des essais ont été menés en imposant un taux de cisaillement constant pendant un temps long (>30 minutes). Ces essais ont permis de montrer que pour un taux de cisaillement de 1000 s^{-1} il n'y avait pas de conséquence sur la rhéologie de la suspension. En revanche, lorsque l'échantillon est soumis à un taux de cisaillement de 3000 s^{-1} , la viscosité est diminuée et cela de façon irréversible. Il y a donc dans ce cas une modification de la structure des filaments.

II.B Choix du type de mobile pour les mesures sur le milieu biologique

Pour le rhéomètre rotatif AR2000, quatre types de mobiles ont été testés :

- cône plan 6 cm et 2° ;
- plan-plan strié à différents entrefers ;
- petit cylindre de Couette ;
- ailettes.

La géométrie plan-plan striée a permis de mettre en évidence le non glissement du fluide sur les parois. La géométrie cône-plan semble sous-estimer la viscosité

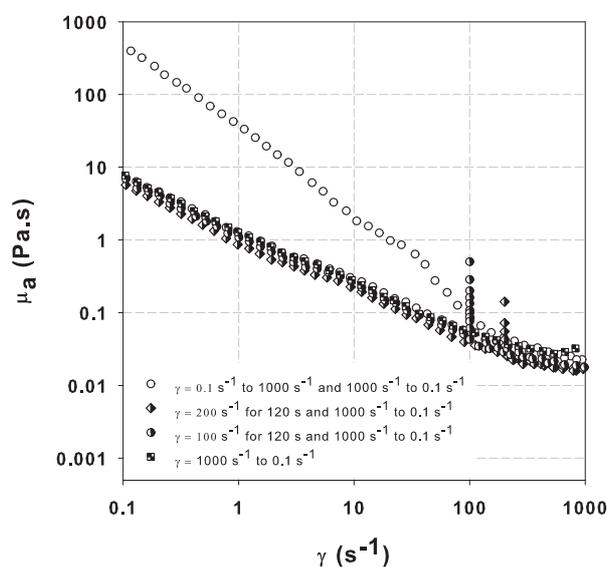


Figure 3.3 – Effet du pré-cisaillement sur la mesure (Hénaut & Cavagnol, 2010)

par rapport à la géométrie de Couette. De plus, il est arrivé que des particules aient été éjectées durant certaines mesures. Enfin, le mobile ailette semble donner de bonnes valeurs mais la mesure qui en découle est trop bruitée. Ainsi, les géométries retenues sont le cylindre de Couette (échantillon de 10 mL) et le cône-plan en faisant attention à l'éventuelle éjection de particules.

II.C Evolution de la viscosité au cours de la culture

II.C.A Cultures K717, K716 et K734

Des mesures ont été réalisées à différents moments au cours de la culture et sur plusieurs campagnes (K717, K716, K734). Sur la figure 3.4, on a représenté la viscosité apparente mesurée pour un taux de cisaillement de 10 et 100 s⁻¹. On constate qu'un pic de viscosité intervient pour des temps de culture compris entre 20 et 30 h. Ce pic correspond au moment où la concentration en micro-organismes est la plus importante et où la sécrétion en enzymes est déclenchée. Lors de la phase de sécrétion, la demande en oxygène est fortement diminuée en même temps que la viscosité. Dans notre étude, la phase qui nous intéresse le plus, est la phase de croissance en micro-organismes. C'est lors de celle-ci que la demande en substrats (oxygène, glucose, ...) est la plus importante.

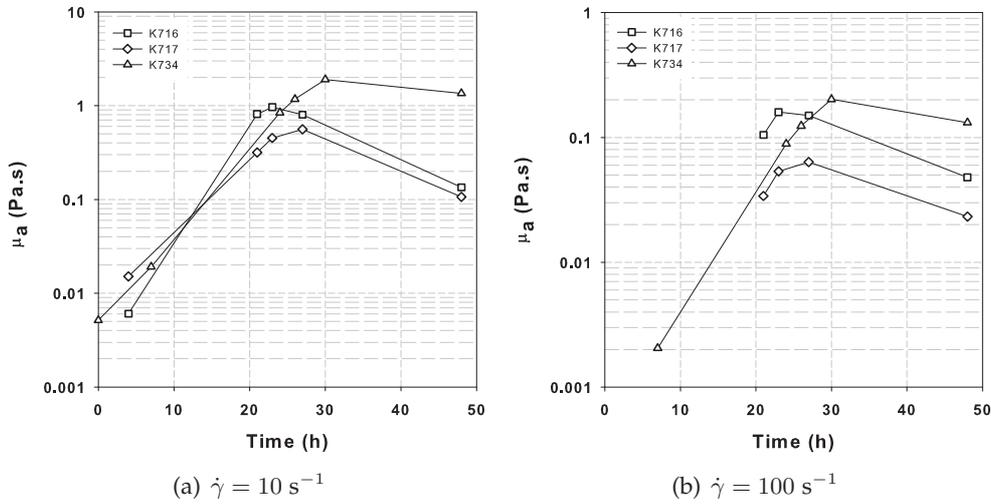


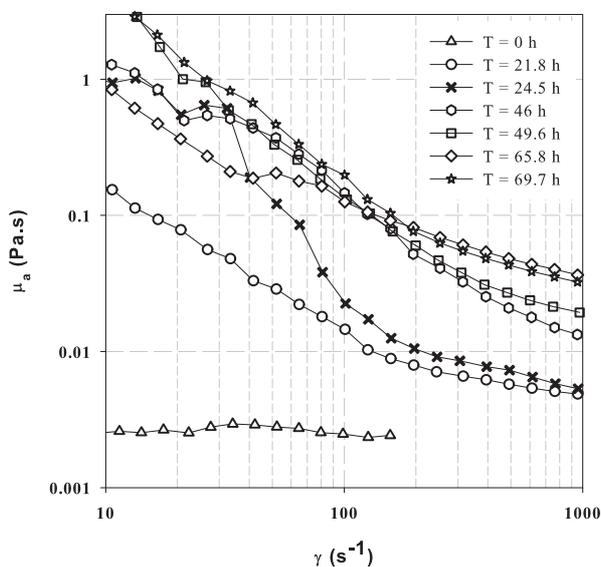
Figure 3.4 – Suivi de la viscosité au cours des cultures K716, K717 et K734 (Hénaut & Cavagnol, 2010).

II.C.B Culture dans le fermenteur de 20L

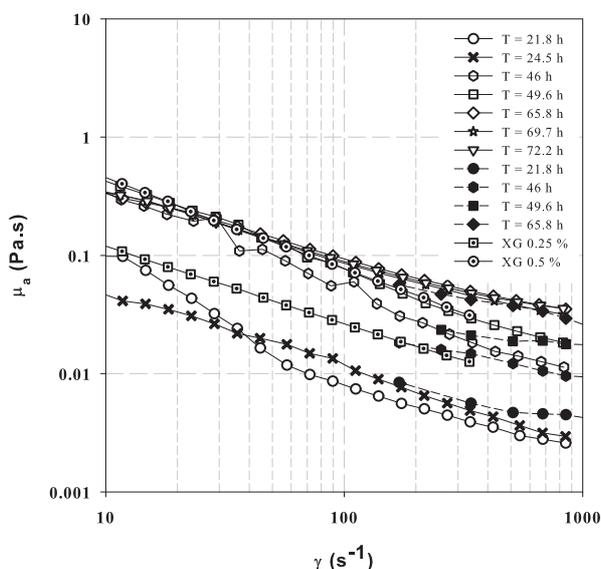
L'effet du pré-cisaillement sur les cultures dans un fermenteur de 20 L a aussi été étudié (pendant la phase de croissance). Sur la figure 3.5a, des rhéogrammes ont été mesurés à différents moments au cours de la croissance en faisant une rampe décroissante sur la contrainte apportée au fluide. Au début de la culture ($t = 0 \text{ h}$), on constate que le milieu est Newtonien avec une viscosité égale à $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$. Ensuite, le caractère rhéofluidifiant s'affirme à mesure que la culture progresse. Sur la figure 3.5a, on observe deux pentes différentes sur les rhéogrammes. En dessous de 300 s^{-1} , la mesure est bruitée et la pente est très différente suivant les prélèvements. Comme on l'a vu précédemment, lorsqu'on fait une mesure sans pré-cisaillement, on obtient une mesure peu reproductible qui ne rend pas bien compte de la viscosité apparente de l'échantillon. Ceci est dû à la structure même de l'échantillon qui peut former un gel à cause des filaments qui sont entremêlés. En revanche, lorsque le taux de cisaillement est supérieur à 300 s^{-1} , la pente est plus faible et similaire d'un échantillon à l'autre.

Sur la figure 3.5b, on a représenté les rhéogrammes des échantillons en faisant un balayage décroissant sur le taux de cisaillement. Dans ce cas, on constate que la pente est constante sur toute la gamme de taux de cisaillement. Les mesures en cylindres coaxiaux donnent des résultats assez similaires. Ceci montre l'indépendance de la mesure par rapport au type de rhéomètre.

Dans un premier temps, les paramètres rhéologiques K et n (voir modèle loi puissance dans le tableau 1.2) ont été estimés par régression des rhéogrammes. On a trouvé que l'indice du fluide était constant ($0,4 \pm 0,1$) pour une concentra-



(a) Taux de cisaillement croissant



(b) Taux de cisaillement décroissant

Figure 3.5 – Suivi de la viscosité en cours de croissance dans le fermenteur de 20 L. Les symboles pleins font référence aux mesures avec une géométrie de type cylindres coaxiaux. Les symboles vides font référence aux mesures avec une géométrie de type cône-plan (rhéomètre AR2000).

tion en biomasse supérieur à $7 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. Pour d'autres souches de champignons filamenteux il a aussi été montré que l'indice du fluide était constant durant la

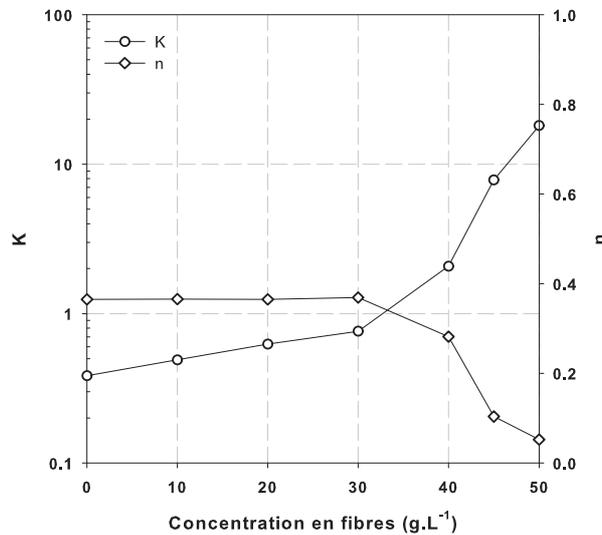


Figure 3.6 – Evolution du facteur de consistance en fonction de la concentration en biomasse pour plusieurs cultures et différentes géométries de mesure.

croissance (Riley *et al.*, 2000; Pedersen *et al.*, 1993). En fixant la valeur de l'indice du fluide à 0, 4, on peut déterminer de façon précise l'indice de consistance K . Sur la figure 3.6, on représente K en fonction de la concentration en biomasse. K varie à la puissance 1,5 selon l'équation suivante :

$$K = a_i \cdot X^{1,5} \quad (X \text{ en } \text{g}\cdot\text{L}^{-1}) . \quad (3.1)$$

Dans la littérature, pour les champignons filamenteux, on trouve une puissance entre 1,5 et 2,9 (voir tableau 3.1) (Olsvik & Kristiansen, 1994; Petersen *et al.*, 2008). En réalité, le facteur de consistance dépend de plusieurs autres paramètres morphologiques (dureté, compaction, dimension des filaments). Malheureusement, nous n'avons pas pu mesurer ces paramètres. Cela nécessiterait une étude dédiée conséquente. De par la grande variabilité de K en fonction de la concentration en biomasse, nous avons choisi d'encadrer ces valeurs en utilisant deux constantes pour l'équation (3.1). Les deux constantes sont respectivement égales à $9 \cdot 10^{-3}$ et $3 \cdot 10^{-2}$, ce qui correspond aux deux courbes continues de la figure 3.6.

Tableau 3.1 – Valeur de la puissance sur la concentration en biomasse dans l'équation (3.1) suivant le type de souche.

Référence	Exposant dans l'équation (3.1)	Souche
Albaek <i>et al.</i> (2011)	1,5-1,56	<i>A. oryzae</i>
Olsvik & Kristiansen (1994)	1,7	<i>A. niger</i>
Riley <i>et al.</i> (2000)	2,9	<i>P. chrysogenum</i>

III Choix et caractérisation des milieux modèles

III.A Les milieux modèles homogènes pour le transfert et le mélange global

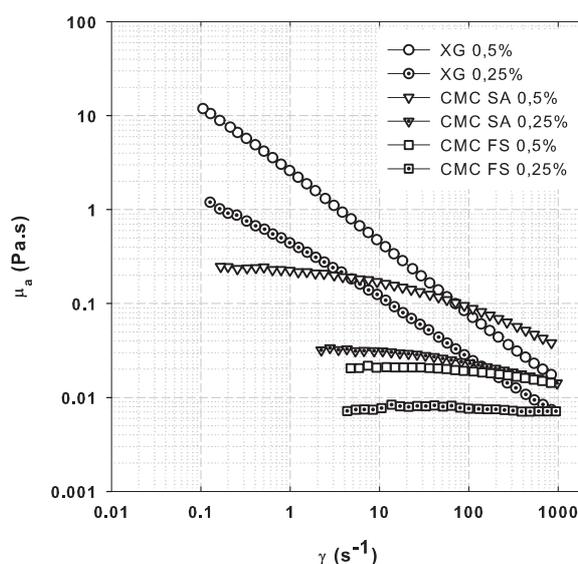


Figure 3.7 – Rhéogrammes des milieux modèles homogènes utilisés pour les mesures de $k_{l,a}$.

Durant l'étude préliminaire à la thèse, trois milieux modèles avaient été retenus pour leur rhéologie a priori proche du milieu réel :

- Gomme de Xanthane (XG) ;
- Carboxy-Methyl-Cellulose (CMC) ;
- Polyacrylamide Partiellement Hydrolysé (HPAM).

Les mesures réalisées sur ces milieux avaient permis de caractériser le comportement rhéologique des milieux (comportement rhéofluidifiant et viscoélastique). Les solutions de XG et HPAM ont les rhéogrammes les plus proches du milieu réel sur la plage $0,1 - 100 \text{ s}^{-1}$. Au delà, les trois milieux modèles testés, dont le CMC, ont des comportements similaires et proches du milieu réel en tendance, leur concentration doit cependant être ajustée pour atteindre une bonne gamme de viscosités. Les expériences de rhéologie oscillatoires ont montré (rapport interne [Augier et al. \(2009\)](#)) qu'à faible taux de cisaillement, le milieu biologique était élastique (comportement de type gel). Ce comportement est aussi vu par [Marten et al. \(1995\)](#) et est retrouvé dans les solutions de XG et HPAM. En revanche le CMC n'est quasiment pas élastique.

Dans une cuve agitée, le HPAM a tendance à remonter sur l'axe d'agitation.

Tableau 3.2 – Paramètres rhéologiques de la loi puissance (voir tableau 1.2) dans la gamme de taux de cisaillement comprise entre 10 et 300 s⁻¹.

Milieu	n	K (Pa.s ⁿ)
XG 0,5%	0,26	3,34
XG 0,25%	0,37	0,48
CMC 0,5% (S.A.)	0,65	0,44
CMC 0,25% (S.A.)	0,82	0,05
CMC 0,5% (F.S.)	0,90	0,03
CMC 0,25% (F.S.)	0,95	0,01

Cela est dû à l'apparition de contraintes normales (effet *Weissenberg*). Cet effet n'a jamais été observé sur le milieu biologique. Le HPAM a donc été écarté de la liste des milieux modèles pour notre étude. [Torres et al. \(1993\)](#) ont mesuré des contraintes normales dans des solutions de XG. Néanmoins, elles ne sont importantes que pour des concentrations supérieures à 1,5% en masse. Deux concentrations en polymères ont été choisies afin de modéliser la rhéologie du milieu biologique tout au long de la phase de croissance. Sur la figure 3.7, on a comparé les comportements rhéologiques des milieux modèles utilisés pour la caractérisation du transfert et du mélange dans les travaux de [Gabelle et al. \(2011\)](#). Excepté pour le CMC 0,25% (F.S.), tous les milieux peuvent être considérés comme ayant un comportement rhéologique de type non-Newtonien rhéofluidifiant (voir figure 1.8). Les comportements rhéologiques ont été modélisés par un modèle de Ostwald de Waele (loi puissance du tableau 1.2) (voir équation (51)) dans la gamme de taux de cisaillement (10 – 300 s⁻¹) représentatifs des conditions opératoires étudiées. Les paramètres rhéologiques des milieux étudiés dans [Gabelle et al. \(2011\)](#) sont présentés dans le tableau 3.2.

III.B Les milieux modèles homogènes pour le suivi de particules

Des premiers tests avaient été réalisés en suivi de particules pour des milieux comme du XG et du CMC. On a vu que le XG était trop opaque pour observer à travers la paroi de la cuve à une distance assez profonde. Pour le cas du CMC, on distingue bien le mobile d'agitation dans la cuve. Mais, le milieu est trouble et il n'est pas possible de faire une mise au point nette sur la mire de résolution. Par conséquent les acquisitions d'images avec ce fluide ne permettent pas de distinguer suffisamment les particules traçantes. Au laboratoire de génie chimique (LGC) de l'université de Liège, Emeline Verdin a travaillé sur un milieu appelé Zetag 7587, conçu spécifiquement pour faciliter l'assèchement des eaux d'égout et des boues industrielles sur des filtres-presses. Dans ce travail, elle a utilisé le Zetag en mélange dans de l'eau pour faire une étude hydrodynamique par suivi de particules. La cuve agitée dans laquelle les mesures

Tableau 3.3 – Description des mesures et des échantillons pour l'étude de la stabilité du Zetag dans le temps.

N° de mesure	N° d'échantillon	Heure du prélèvement	Heure de mesure
1	1	24	24
2	2	96	96
3	3	96	96
4	4	100	100
5	3	96	120
6	4	100	120
7	5	120	120
8	6	146	146

ont été réalisées présente des dimensions proches de celles de notre système. Nous avons donc utilisé ce même produit car il présente une rhéologie similaire au XG pour des concentrations proches. Contrairement à d'autres milieux synthétiques, le Zetag n'est pas stable dans le temps. Une première étape a donc consisté à quantifier l'évolution du produit et l'effet des conditions opératoires sur celui-ci. Une solution de Zetag 0,4% a été préparée dans la cuve de 70 L. Comme le montre le tableau 3.3, nous avons prélevé 6 échantillons sur une durée de 146 h. Les échantillons 3 et 4 ont été utilisés deux fois pour déterminer l'effet de l'agitation mécanique sur la rhéologie.

La figure 3.8 représente la viscosité apparente des prélèvements en fonction du temps de mesure pour trois taux de cisaillement. On observe une diminution de la viscosité apparente au cours du temps. La diminution est plus prononcée pour des taux de cisaillement faibles. Contrairement à ce que l'on aurait pu penser, il ne semble pas y avoir d'influence forte de l'agitation mécanique sur cette diminution. En effet, les viscosités apparentes des échantillons 3 et 4 sont très proches de celle mesurée pour l'échantillon 5 qui a subi une durée d'agitation supérieure. On peut donc dire que la diminution de viscosité apparente sur ce fluide ne dépend pas de l'agitation. Il y a une dégradation du fluide naturelle lorsqu'il est mis en solution. Sur quelques jours, la diminution reste acceptable pour des mesures en suivi de particules. Nous veillerons donc à travailler avec le même fluide sur des durées courtes (1 à 2 jours).

Les rhéogrammes sur le Zetag ont été réalisés par Dominique Anne-Archard avec le rhéomètre Haake Mars pour des concentrations massiques comprises entre 0,05 et 0,4%. Les mesures sont présentées dans la figure 3.9. Pour obtenir des données sur une grande plage de taux de cisaillement, les mesures ont été réalisées en deux temps. Une première mesure avec des paliers de temps très longs pour les faibles taux de cisaillement. Pour ces mesures, la convergence de la contrainte et du taux de cisaillement a été vérifiée en détail (ordre de la minute pour chaque point). Dans une seconde mesure, on s'intéresse à des taux de cisaillement plus importants pour lesquels la convergence de la contrainte

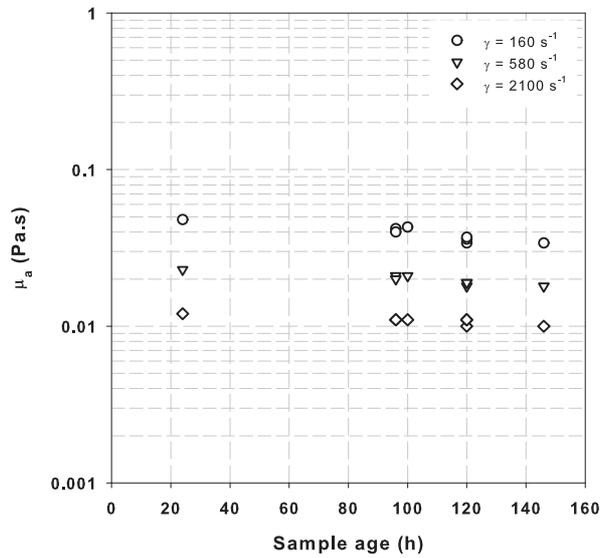


Figure 3.8 – Evolution de la viscosité du Zetag au cours du temps.

est rapide (quelques secondes). Pour des taux de cisaillements faibles, on arrive à voir le début des plateaux Newtoniens.

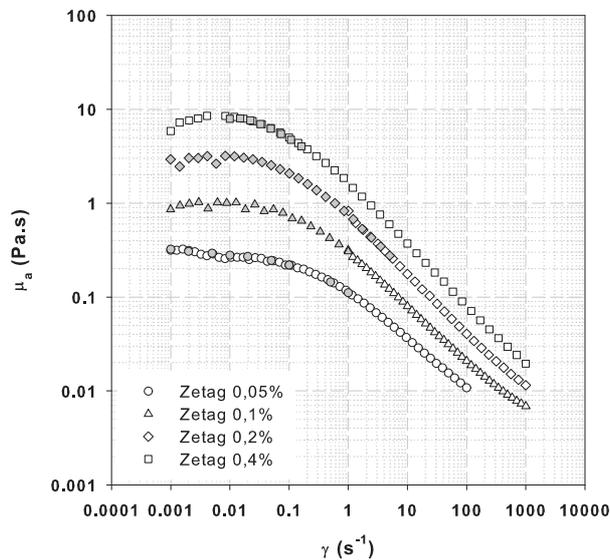


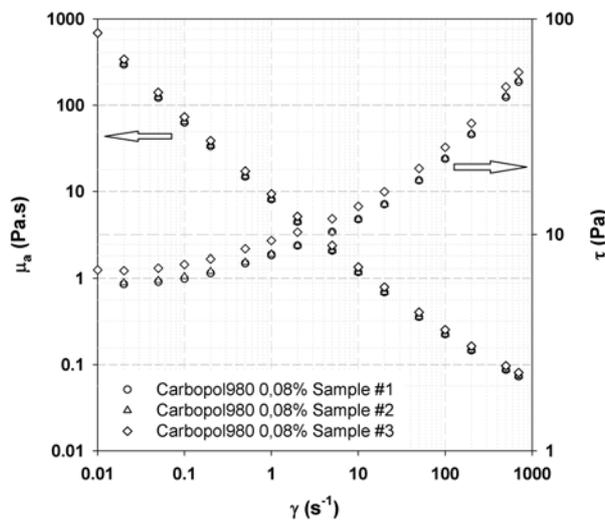
Figure 3.9 – Rhéogrammes des milieux Zetag pour l'étude en suivi de particules.

Du Carbopol®980 a aussi été utilisé pour les mesures en suivi de particules. Pour ce milieu, il est nécessaire de neutraliser la solution avec de la soude. Dans une cuve de 70 L, il est difficile de réaliser deux fois la même solution. C'est

Tableau 3.4 – Paramètres rhéologiques du Zetag sous forme d'une loi puissance.

Milieu	n	K (Pa.s ⁿ)	Gamme de taux de cisaillement
Zetag 0,05%	0,476	0,12	1,5-100 s ⁻¹
Zetag 0,1%	0,422	0,30	1-350 s ⁻¹
Zetag 0,2%	0,376	0,74	1-600 s ⁻¹
Zetag 0,4%	0,349	1,65	1-1000 s ⁻¹

pourquoi, pour ce fluide, la caractérisation sur le rhéomètre Haake Mars est effectuée sur le fluide ayant servi à la mesure. Ce choix est pertinent puisque lorsque le milieu est neutralisé, il possède une très grande stabilité dans le temps. Ainsi, on a gardé le même fluide pour toutes les mesures, et trois échantillons ont été prélevés et mesurés : un en début de manipulations, un au milieu de la campagne et un à la fin. Les rhéogrammes réalisés à l'IMFT sont présentés sur la figure 3.10. Ils ont été effectués avec une géométrie striée pour éviter les problèmes de glissement qui peuvent être rencontrés pour ce type de fluide. Pour plus de détails sur ce sujet, le lecteur pourra se reporter à l'étude de [Roberts & Barnes \(2001\)](#).

**Figure 3.10** – Rhéogramme du Carbopol 980 pour l'étude en suivi de particules.

Si on observe les viscosités apparentes en fonction du taux de cisaillement, on ne voit pas de différence entre les différents échantillons. En revanche, si on regarde l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, on remarque que l'échantillon 3 est plus visqueux que les deux premiers. Or, cet échantillon est celui prélevé à la fin de la campagne de manipulations. Cette faible différence peut donc être attribuée au prélèvement qui a dû être fait dans une zone non homogène du fluide. Sur la figure 3.10, on re-

Tableau 3.5 – Paramètres rhéologiques du modèle de Bingham pour le Carbopol ®980 dans une gamme de taux de cisaillement comprise entre 0,01 et 1000 s⁻¹.

Milieu	n	K [Pa.s ⁿ]	τ ₀ [Pa]
Carbopol ®980 0,08%	0,5	2,22	6,63

marque que pour des faibles taux de cisaillements (< 0,04 s⁻¹) la contrainte de cisaillement est constante. Le fluide possède donc un seuil en dessous duquel il ne s'écoule pas. On peut modéliser le comportement du fluide par un modèle de Bingham. Les paramètres rhéologiques du Carbopol 0,08% sont donnés dans le tableau 3.5. La contrainte seuil vaut 6,63 Pa.s.

Les rhéogrammes des milieux homogènes sont représentés sur la figure 3.11. A part le CMC, ils possèdent tous un caractère rhéofluidifiant proche. Le CMC quant à lui a un comportement moins rhéofluidifiant. Par conséquent, suivant le taux de cisaillement effectif dans la cuve, la viscosité apparente du milieu peut être supérieure ou inférieure entre le XG et le CMC. Dans la gamme de cisaillement attendue dans le réacteur agité, avec ces milieux, on est capable de couvrir une grande gamme de viscosité apparente à la fois pour les milieux utilisés pour le transfert global et le macro mélange (XG et CMC) mais aussi pour les milieux utilisés pour le suivi de particules (Zetag et Carbopol).

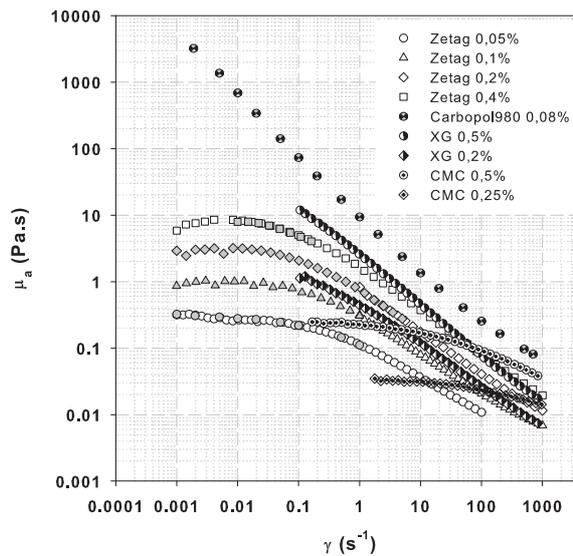


Figure 3.11 – Rhéogrammes complets des milieux modèles homogènes.

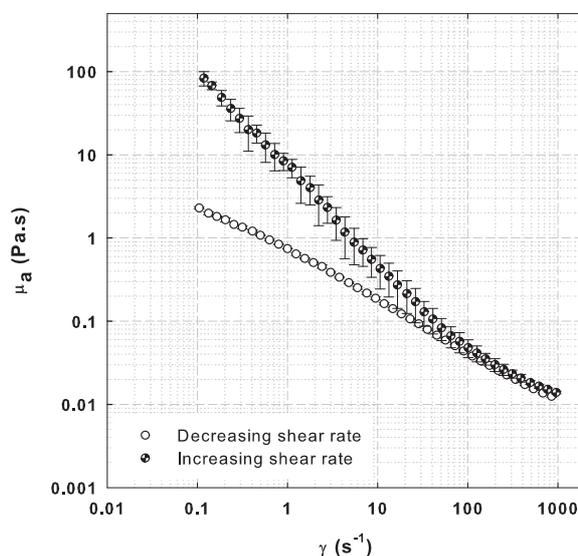


Figure 3.12 – Effet du pré-cisaillement sur les mesures des milieux modèles hétérogènes. Solution à $30 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ de fibres et 0,2% de XG.

III.C Les milieux modèles hétérogènes pour le transfert global

Dans la première partie de l'étude, des milieux modèles homogènes ont été utilisés pour représenter la viscosité du milieu de culture. Ces milieux sont très pratiques car ils sont faciles à préparer, à caractériser et il est possible de faire des acquisitions d'images car le milieu est transparent. Néanmoins, ces milieux ne représentent pas bien le milieu de culture par leur structure. Il a donc été décidé de créer des milieux modèles hétérogènes par ajout de fibres de cellulose. Ceci a déjà été vu dans la littérature dans les travaux de [Benchapattarapong et al. \(2005\)](#). Dans leur étude, ils ont utilisé des fibres de cellulose dans de l'eau pour représenter un champignon filamenteux. Dans notre cas, les viscosités désirées sont beaucoup plus importantes. De plus, en mélange dans de l'eau, les fibres sédimentent, ce qui n'est pas le cas des filaments des champignons. Ainsi nous avons choisi de faire un mélange entre des fibres et du XG. La concentration en XG a été choisie de manière à éviter la sédimentation des fibres. On a ajusté ensuite la concentration en fibres pour atteindre une rhéologie proche de celle du XG 0,5%. Une concentration en XG de 0,2% a été estimée. Elle rend le milieu assez visqueux pour empêcher les fibres de sédimer.

Comme le montre la figure 3.12, de même que pour le milieu de culture biologique, il y a un effet important du pré-cisaillement de l'échantillon. En effet, lorsque l'échantillon est pris au repos, les fibres de celluloses semblent emmêlées et conduisent à une mesure importante et bruitée de la viscosité apparente. En revanche lorsque le taux de cisaillement est décroissant, la mesure est plus

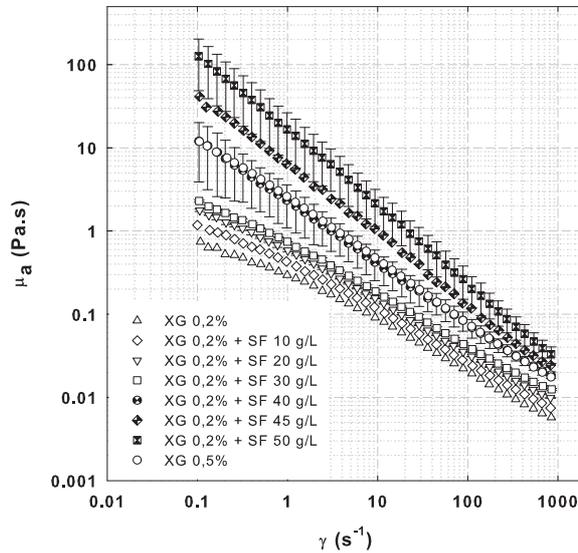


Figure 3.13 – *Rhéogrammes des milieux modèles hétérogènes.*

stable. C'est cette mesure qui est retenue pour la comparaison des milieux.

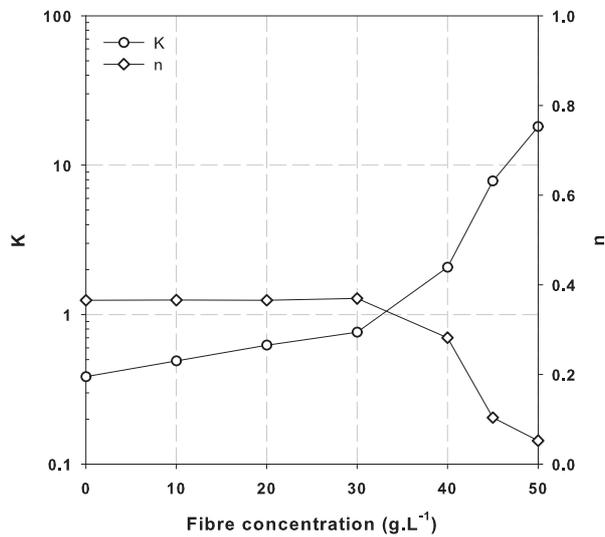


Figure 3.14 – *Evolution des paramètres rhéologiques des milieux hétérogènes en fonction de la concentration en fibres.*

Dans un premier temps, on a testé différentes concentrations en fibres de cellulose (entre 10 et 50 g·L⁻¹). Les rhéogrammes de ces milieux sont représentés sur la figure 3.13. On constate que la présence de fibre a bien un effet important sur le caractère rhéofluidifiant de la suspension. Pour les concentrations en

fibres inférieures à $30 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ il y a une bonne reproductibilité des mesures. En revanche, au dessus de cette valeur, il y a une forte variabilité de la viscosité apparente selon les préparations. Pour la concentration à $45 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, les barres d'erreurs ne sont pas affichées car une seule solution de ce type a été réalisée. La tenue mécanique de la suspension a aussi été testée. Les fibres supportent des taux de cisaillement supérieurs à 3000 s^{-1} sans modification radicale de la viscosité. On constate aussi que le milieu qui se rapproche le plus du XG 0,5% est la suspension de fibres de cellulose contenant $40 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ de fibres.

Sur la figure 3.14, on a représenté l'évolution des paramètres rhéologiques de la loi puissance pour les différentes suspensions. Sur ce graphique et pour des concentrations inférieures à $30 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, on observe une faible augmentation du facteur de consistance K . L'indice du fluide, lui, reste pratiquement constant aux alentours de 0,4. Au dessus de $30 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, on observe une très forte augmentation de K en fonction de la concentration en fibres et une forte diminution de n rendant le milieu de plus en plus rhéofluidifiant.

IV Conclusion sur le chapitre 3

L'analyse des cultures de croissance de champignons filamenteux de type *T. reesei* permet de montrer que pour atteindre des concentrations importantes ($>20 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$) de biomasse, des conditions importantes d'aération et d'agitation sont nécessaires. La forme morphologique prépondérante est la forme micellaire (filaments dispersés), ce qui confère au milieu son caractère non Newtonien rhéofluidifiant, fonction de la concentration en biomasse. Lors de la phase de production d'enzymes, on observe une baisse de la viscosité du fluide due à un changement de morphologie. L'analyse rhéologique de la phase filtrée du milieu biologique a permis de mettre en évidence le rôle des filaments sur la rhéologie du milieu.

Différentes géométries ont été utilisées pour déterminer la rhéologie du milieu biologique. Aucune d'elles n'est idéale. Les mobiles ayant un entrefer mince peuvent donner des mesures faussées lorsque des phénomènes de sédimentation, d'éjection de produit, d'interaction filaments/mobiles interviennent. Les géométries à mobiles d'agitation offrent une mesure plus représentative de ce qui se passe dans le réacteur mais ne donnent que des informations relatives sur la viscosité apparente (estimation du cisaillement par corrélation). L'effet du pré-cisaillement joue aussi un rôle. Au repos, le milieu forme un réseau emmêlé de type gel, caractéristique des suspensions, et possède une viscosité apparente importante et peu reproductible. Les mesures en décroissance de cisaillement ont donc été privilégiées.

En postulant un modèle rhéologique de type loi puissance, on peut déterminer l'évolution des paramètres rhéologiques K et n en fonction de la concentra-

tion en biomasse durant la phase de croissance. Au dessus de $10 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ l'indice du fluide reste proche de 0,4. Le facteur de consistance quant à lui évolue à la puissance 1,5 par rapport à la concentration en biomasse. Devant la disparité des données rhéologiques sur différentes cultures, il a été décidé d'encadrer la rhéologie du milieu.

Dans ce chapitre, on a vu les difficultés qui pouvaient être rencontrées lors de l'étude du milieu biologique. Ainsi, pour s'affranchir des problèmes de coûts, de reproductibilité, de temps de préparation et d'opacité des milieux, des milieux polymères modèles vont être utilisés pour effectuer une étude hydrodynamique. Ces milieux sont choisis de manière à représenter le mieux possible les milieux biologiques précédemment étudiés du point de vue de la rhéologie. Aussi, des quantités importantes de milieux pourront être préparées dans des réacteurs de plus grands volumes. Trois types de milieux ont été déterminés selon leur utilisation. Les milieux modèles homogènes comme le CMC et XG sont choisis à deux concentrations (0,25 et 0,5%). Un milieu modèle hétérogène (mélange de XG et de fibres) a été créé pour représenter un milieu ayant une structure plus proche du milieu biologique. La concentration en fibres a été choisie de façon à offrir une rhéologie proche de celle du XG à 0,5%. Ces deux types de milieux modèles seront utilisés pour l'étude du transfert de matière et du mélange macroscopique. Deux milieux homogènes choisis pour leur transparence ont été étudiés : le Zetag et le Carbopol. Par rapport au Zetag, le Carbopol présente l'avantage d'avoir une très bonne stabilité dans le temps. Ces deux milieux sont utilisés pour les essais en suivi de particules.

Une fois les milieux étudiés, qu'ils soient biologiques ou modèles, les questions qui se posent sont relatives aux capacités de mélange et de transfert de matière dans ce type de milieu. Les études de la littérature amènent à penser que la rhéologie du milieu a un effet négatif sur le transfert et le mélange. Il est donc nécessaire de quantifier ces diminutions possibles et comprendre quelles pourraient être leurs évolutions avec le changement d'échelle. L'étude en milieux modèles peut nous permettre de comprendre les grandes tendances de ces évolutions en effectuant des mesures dans différents milieux représentatifs de différents stades de la croissance. Plusieurs tailles de réacteur sont nécessaires pour comprendre quels sont les paramètres clés qui interviennent lors du changement d'échelle. Il est aussi important, lorsque cela est possible, de tester et valider les lois établies en milieux modèles avec des essais en milieux de croissance de champignons filamenteux.

Caractérisation du transfert de matière et de l'hydrodynamique dans les cuves agitées en présence de milieux de différentes rhéologies

Dans ce chapitre, nous avons étudié en premier lieu la puissance dissipée ainsi que l'influence de l'aération sur la puissance dissipée en milieu à rhéologie complexe. Pour chaque configuration une attention particulière a été apportée à la mesure du couple mécanique. Les corrélations établies à partir de cette base de données ont ensuite été utilisées dans les corrélations de transfert de matière pour estimer la puissance dissipée aérée.

Le temps de mélange en milieux complexes a été mesuré dans les deux cuves par deux méthodes (stage Aurélien Carvalho) : une méthode conductimétrique et une méthode visuelle. L'effet de l'aération a aussi été étudié. Ces résultats sont originaux car il n'existe aujourd'hui aucune autre donnée publiée concernant les fluides complexes. L'influence du type de mobile sur la formation de cavernes dans un fluide à seuil a aussi été étudiée dans une cuve de 70 L. Cette étude a été réalisée en partie par Daniela Florez lors d'un stage cours.

La rétention de gaz et le transfert de matière dans les deux réacteurs ont été déterminés dans l'eau et les milieux complexes. Des corrélations ont ensuite été établies pour prédire ces grandeurs en fonction des conditions opératoires. Différentes méthodes de calcul du taux de cisaillement représentatif ont été testées. Les gammes d'agitation et d'aération étudiées dans ce travail sont plus larges que ce qui existe à ce jour dans la littérature. Ces conditions opératoires sont plus représentatives des conditions industrielles. La base de données pour les conditions de fortes aérations a été établie lors du stage de fin d'études de Sofia Da-Silva.

Un modèle hydrodynamique adapté a été utilisé pour traiter les données des sondes à oxygène et donner une valeur fiable du transfert de matière. L'effet séparé de la vitesse de transfert et de l'aire interfaciale dans des fluides à rhéologie complexe a aussi été investigué en mesurant la taille des bulles à différents endroits à l'intérieur de la cuve. Cette étude permet d'estimer les diminutions

respectives de la vitesse de transfert et de l'aire interfaciale en fonction de la rhéologie des milieux. Les mesures ont été réalisées à trois tailles de réacteurs (T_{30} , T_{60} et T_{45}). Siham Oubbouhou a réalisé les mesures de tailles de bulles sur les maquettes T_{30} et T_{60} de l'IFPEN lors d'un stage de recherche.

Le transfert de matière a aussi été mesuré en condition de culture de champignons filamenteux par une méthode de bilan sur la phase gaz. Ces mesures ont été comparées au cours du temps avec les corrélations établies en milieux modèles. La bonne concordance entre mesures et prédictions met en évidence la pertinence du choix des milieux modèles pour représenter les milieux de culture et pour étudier le changement d'échelle de ce type de fermentation.

I Puissance dissipée

La puissance dissipée est un paramètre clé dans l'étude des réacteurs agités. Cette grandeur détermine à la fois la majeure partie des coûts opératoires de l'unité mais influence aussi les transferts de matière et de chaleur ainsi que le mélange. De plus comme on l'a vu précédemment, la puissance dissipée volumique est un paramètre d'extrapolation qui est parfois maintenu constant.

Il existe un grand nombre d'études concernant la mesure de la Diminution Relative de Puissance (DRP ou P_g/P_0) en réacteur agité et aéré (Michel & Miller, 1962; Harnby *et al.*, 1997; Hudcova *et al.*, 1989; Tatterson, 1991; Paul *et al.*, 2004). Cette grandeur est définie comme la diminution de la puissance dissipée en présence de gaz. Les modèles de prédiction de la DRP sont le plus souvent établis pour des milieux proches de l'eau ou des milieux visqueux Newtoniens. Un nombre plus restreint d'études sont consacrées aux milieux non-Newtoniens (Luong & Volesky, 1979; Hudcova *et al.*, 1989; Albaek *et al.*, 2008). Pour cette raison, il est apparu essentiel de s'intéresser dans ce travail à la détermination précise de P_g et P_g/P_0 car c'est à partir de ces grandeurs que seront établies des corrélations pour la prédiction du transfert de matière.

Récemment, Ascanio *et al.* (2004) ont fait le point sur les différentes méthodes de mesure de la puissance dissipée dans les réacteurs agités. Ils attirent l'attention sur le fait que beaucoup d'erreurs se retrouvent dans la littérature concernant l'estimation de la puissance dissipée à cause d'une mauvaise mesure. Par exemple, pour des réacteurs de petite taille (< 30 L), même en utilisant des couple-mètres mécaniques, les frictions qui ne participent pas à la dissipation sont difficiles à déduire de la mesure.

I.A Puissance dissipée sans aération

Les premiers essais ont consisté à mesurer finement les nombres de puissance dans les milieux modèles pour toutes les configurations utilisées dans ce travail, et cela pour les deux réacteurs T_{30} et T_{60} . Pour ces essais, on s'est assuré que le nombre de puissance était constant dans la gamme de vitesses étudiée. Les résultats sont donnés dans le tableau 4.1. On remarque que la turbine de Rushton possède un nombre de puissance proche de 4 sur les deux réacteurs. Les autres mobiles ont un nombre de puissance compris entre 0,5 et 2. Ces résultats sont en accord avec le travail de [Nienow et al. \(1996\)](#). On se rend compte ici de l'importance de mesurer de façon précise le nombre de puissance de chaque mobile dans chaque réacteur. En effet, même si les réacteurs sont homothétiques et que les mobiles sont de même type, chaque configuration possède un nombre de puissance propre. Par exemple, entre les deux cuves, le nombre de puissance de l'hélice Mixel TT varie de 0,64 à 0,56 alors que le fabricant l'estime entre 0,7 et 1.

Tableau 4.1 – Nombres de puissance non aérés (déduits de la mesure de couple mécanique) mesurés à la vitesse maximale d'agitation sans aspiration du gaz par la surface.

Configuration	$Np_0 (T_{30})$	$Np_0 (T_{60})$
R (Turbine de Rushton)	3,93	3,97
PB (4 pales inclinées)	1,63	1,44
TT (Mixel TT)	0,64	0,56
RPB (Turbine de Rushton + 4 pales inclinées)	5,22	5,93
RTT (Turbine de Rushton + Mixel TT)	4,55	5,28
TTTT (Mixel TT + Mixel TT)	1,03	1,13
RR (Turbine de Rushton + turbine de Rushton)	6,80	-
A315 Down-Flow	0,85	-
A315 Up-Flow	0,85	-

On a trouvé que la puissance dissipée par deux agitateurs était égale à la somme de la puissance dissipée individuellement par chaque agitateur (erreur 8%) :

$$Np_{0A+B} \approx Np_{0A,seul} + Np_{0B,seul}. \quad (4.1)$$

Ces résultats sont en accords avec les travaux de [Hudcova et al. \(1989\)](#) car le rapport entre la distance entre les deux agitateurs et le diamètre de l'agitateur ($\Delta c/D$) est supérieur à 2. De plus, bien que pour certaines configurations (milieux visqueux), le nombre de Reynolds calculé par l'équation (1.13) est inférieur à 10000, et donc que le régime est supposé transitoire (turbulent-laminaire), le nombre de puissance reste constant.

I.B Puissance dissipée avec aération

Pour le cas des systèmes aérés et pour la plupart des mobiles d'agitation, la puissance dissipée (pour une vitesse donnée) est inférieure au cas monophasique. Ceci est dû à la présence de cavités de basse pression qui se forment derrière les pales des agitateurs (voir figure 1.11). Dans ce travail, le régime de dispersion complète (voir figure 1.12) où $N > N_{CD}$ (Nienow, 1990) a été étudié. N_{CD} peut être estimé par la corrélation de Nienow (1990) : l'engorgement est évité si $Fl_G < 30Fr(D/T)^{3.5}$ pour une configuration R. Cette condition a été vérifiée pour la plupart des mesures.

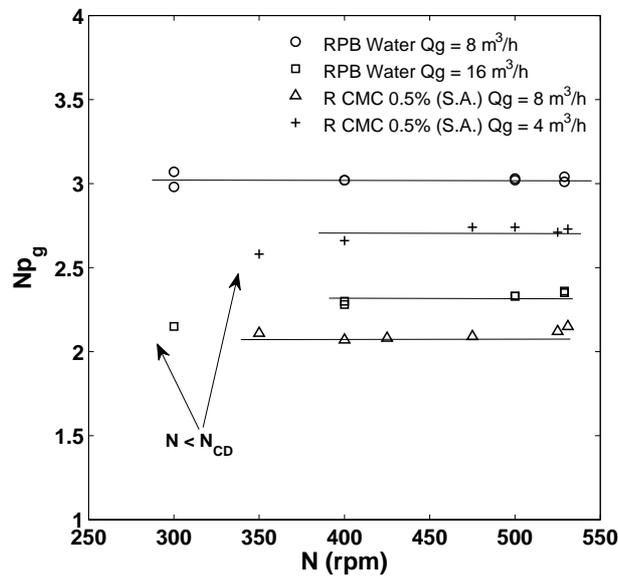


Figure 4.1 – Evolution du nombre de puissance aéré pour différents débits de gaz.

Sur la figure 4.1, le nombre de puissance a été mesuré pour un débit fixé de gaz et pour différentes vitesses d'agitation. Le nombre de puissance aéré reste constant lorsque la vitesse d'agitation reste supérieure à N_{CD} . Des résultats similaires ont été trouvés dans les travaux de Nocentini *et al.* (1988) et Abrardi *et al.* (1990). En dessous de N_{CD} , une baisse de la puissance dissipée a été observée. Cette baisse est induite par une augmentation du nombre d'aération ($Fl_G = Qg/ND^3$). Comme il a été vu précédemment (voir chapitre 1 partie II.B.B), Fl_G est souvent utilisé pour décrire la diminution de puissance. Or, d'après sa définition, Fl_G diminue avec une augmentation de la vitesse de rotation et augmente avec le débit de gaz. Les résultats de la figure 4.1 montrent que dans le régime de dispersion complète ($N > N_{CD}$), la DRP ne dépend pas de la vitesse de rotation. Par conséquent, les corrélations utilisant Fl_G comme critère peuvent conduire à des prédictions erronées pour certaines valeurs de N ou lorsque l'on change d'échelle (N diminue souvent en augmentant l'échelle). Pour être utilisé, le nombre d'aération (Fl_G) doit contenir une vitesse d'agita-

tion représentative de la dispersion complète fixée pour chaque configuration. C'est pourquoi, on introduira la vitesse optimale, N_{opt} , qui sera utilisée dans le calcul de Fl_G . Pour la suite de notre étude, il est considéré que Np_g est indépendant de la vitesse d'agitation pour chaque configuration (mobile(s), réacteur) et débit de gaz.

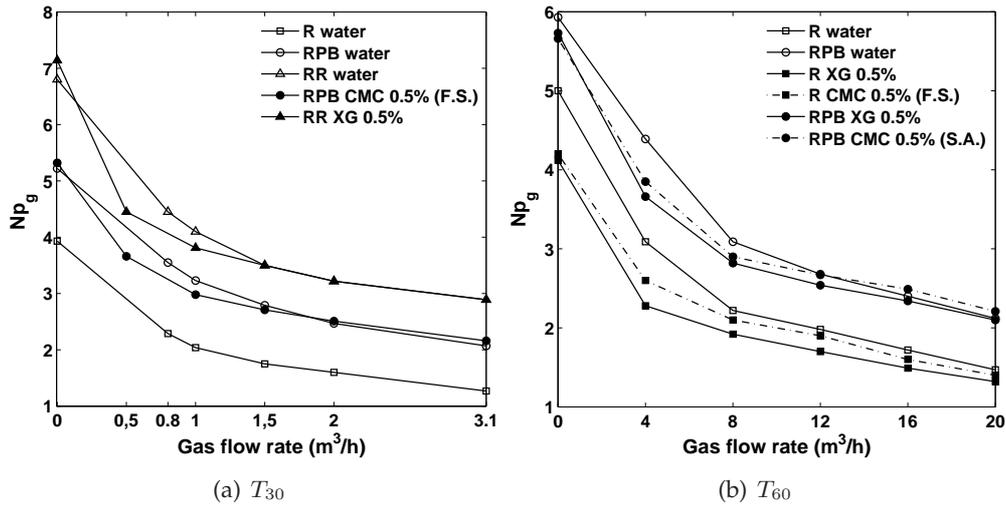


Figure 4.2 – Nombres de puissance aérés en fonction du débit de gaz pour différentes configurations et milieux.

L'effet de la rhéologie sur la puissance dissipée volumique en présence de gaz est présenté sur la figure 4.2. A faibles débits de gaz, il y a une petite influence de la rhéologie sur la valeur de Np_g . Considérant la précision de la mesure, on peut dire que dans les conditions de forte agitation, il y a très peu d'influence de la rhéologie du milieu quel que soit le réacteur (T_{30} et T_{60}). Le faible effet de la rhéologie sur P_g a déjà été abordé dans la littérature (Luong & Volesky, 1979; Machon *et al.*, 1980). On peut penser que dans la zone proche du mobile, la viscosité turbulente masque l'effet de la rhéologie. Ainsi, pour établir des corrélations pour la prédiction du $k_L a$, nous utiliserons les mesures de puissance en eau (plus de données disponibles).

La figure 4.2 montre également que pour une configuration RPB, on peut estimer le nombre de puissance aéré de la façon suivante :

$$Np_{g_{RPB}} \approx Np_{0PB} + P_g/P_{0R,seul} \cdot Np_{0R,seul} \quad (4.2)$$

Cette méthode de calcul permet d'estimer rapidement le nombre de puissance aéré pour une configuration bi-étagée avec un mobile du haut ayant un faible nombre de puissance. Pour une configuration en turbines de Rushton bi-étagée, cette méthode ne fonctionne plus car on ne peut plus faire l'hypothèse que le mobile supérieur n'est pas impacté par le gaz. Hudcova *et al.* (1989) ont mesuré de façon indépendante la valeur de la DRP pour chaque mobile dans une configuration bi-étagée avec deux turbines de Rushton. Ils ont montré que la DRP

du mobile du bas était égale à celle du mobile seul (DRP minimale de 0,5) mais que la diminution de puissance du mobile du haut était inférieure à celle du mobile seul (DRP minimale de 0,7). On a dans ce cas :

$$Np_{gRR} \approx (1 + \lambda) P_g/P_{0,R,seul} \cdot P_g/P_{0,R,seul}, \quad (4.3)$$

avec $\lambda \approx 1,4$ pour la configuration RR.

Ce résultat s'explique par le fait que c'est principalement le mobile inférieur qui disperse le gaz. C'est donc autour de celui-ci que se forment préférentiellement les cavités de basse pression qui diminuent la puissance dissipée à même vitesse d'agitation. Pour les mobiles des étages supérieurs, ils opèrent dans des zones où le gaz est mieux réparti. Ils sont donc moins impactés par une diminution de leur puissance.

Sur la figure 4.3, sont représentés les résultats bruts de DRP en fonction de la vitesse superficielle de gaz sur les deux tailles de cuves et pour les différentes configurations. Les données sont présentées en classant les mobiles par rapport au mobile inférieur. On peut remarquer que pour les trois types de configuration, la valeur de la DRP semble être limitée à une valeur proche de 0,35 (notamment pour la configuration R en T_{30} où de fortes vitesses superficielles ont été testées). Pour les configurations ayant pour mobile inférieur une turbine de Rushton (figure 4.3a), on constate que la baisse de puissance est plus rapide sur le réacteur T_{30} à même vitesse superficielle. Sur la figure 4.3b, les configurations composées de mobiles Mixel TT ayant un rapport D/T allant de 0,33 à 0,66 sont étudiées. Pour le réacteur T_{30} , on remarque que même si l'on passe d'une configuration mono à bi-étagée ou que le diamètre du mobile change, la diminution de P_g/P_0 est similaire. Dans le réacteur T_{60} , pour un rapport de diamètre égal à 0,33, il n'y a pas d'effet de la configuration mono ou bi-étagée. Dans ce réacteur, on note que pour des vitesses superficielles inférieures à $0,01 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, la DRP est moins importante pour un rapport de diamètre de 0,53 que de 0,33. Pour des vitesses superficielles supérieures à $0,01 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, les DRP sont similaires quel que soit le rapport de diamètre. Pour les mobiles PB (voir figure 4.3c), on remarque une influence du diamètre du mobile sur la DRP dans T_{30} et dans T_{60} . À même rapport de diamètre, on retrouve une valeur proche de DRP en fonction de la taille du réacteur.

Ces différents résultats montrent que l'analyse en vitesse superficielle n'est pas idéale pour comparer les données de DRP à plusieurs tailles de cuves. La représentation en débit de gaz en vvm a aussi été testée mais ne permet pas non plus de réconcilier les données tout comme la représentation en Fl_G pour les raisons évoquées précédemment.

De nombreuses corrélations ont été proposées depuis les années 60 pour prédire la diminution de puissance due à l'aération, P_g/P_0 . Dans un premier temps, les systèmes mono-étagés munis d'une turbine de Rushton ont été étudiés (Calderbank & Moo-Young, 1959; Michel & Miller, 1962; Loiseau *et al.*, 1977; Luong & Volesky, 1979). Ensuite, les réacteurs multi-étagés ont été traités (Hudcova *et al.*, 1989; Abrardi *et al.*, 1990; Bouaifi & Roustan, 2001). On pourra se

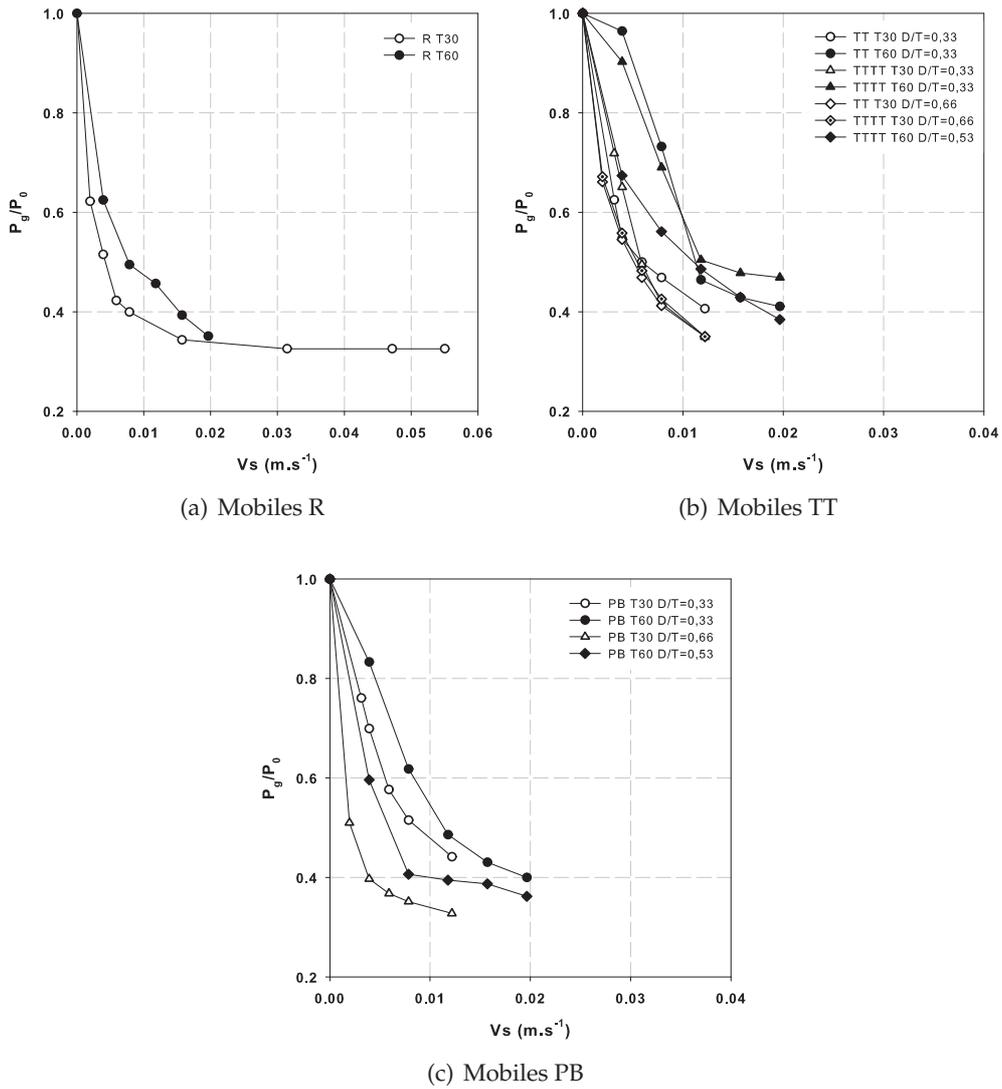


Figure 4.3 – Rapport entre la puissance dissipée monophasique et la puissance dissipée aérée pour différents mobiles de fond de cuve (R, TT et PB) en fonction de la vitesse superficielle de gaz.

référer à l'ouvrage de [Paul et al. \(2004\)](#) pour plus de détails. Malgré ce grand nombre de données, il est difficile de trouver une corrélation unique qui soit valable pour toutes les configurations. Néanmoins, il semble que P_g/P_0 dépend de la géométrie du réacteur, de la taille du réacteur, du type de distributeur d'air, du rapport D/T et du type d'agitateur. Les corrélations précédentes ont été utilisées mais conduisent à des erreurs de l'ordre de 40%. De plus, la plupart de ces corrélations ne sont pas valables pour des débits de gaz nuls. Ainsi, il a été décidé de trouver une autre corrélation qui permette de prédire P_g/P_0 pour les deux tailles de réacteurs et pour les configurations R, TT et PB. La corrélation proposée est la suivante :

$$P_g/P_0 = \max \left[0,35 ; \exp \left(-15,36 \cdot Qg^{0,62} \cdot T^{-1,7} \cdot \left(\frac{D}{T} \right)^{0,51} \cdot Np_{0,ls}^{0,16} \right) \right] \quad (4.4)$$

avec $Np_{0,ls}$ le nombre de puissance monophasique du mobile de fond de cuve.

Cette corrélation permet de prédire nos données expérimentales à 10% en moyenne. Comme le montre la figure 4.4, les fortes valeurs de P_g/P_0 sont difficiles à prédire par cette corrélation. Les données ont aussi été comparées avec les données de [Bouaifi & Roustan \(2001\)](#) qui ont étudié un grand nombre de configurations de mobiles dans un réacteur bi-étagé. Avec les différences de configurations géométriques, on peut considérer que les valeurs obtenues par la corrélation sont en bon accord avec les données de [Bouaifi & Roustan \(2001\)](#). L'équation (4.4) est bornée à 0,35 car cela correspond à la valeur limite de la DRP pour les mobiles étudiés.

Bien que la corrélation (4.4) soit satisfaisante pour prédire la DRP pour les mobiles R, PB et TT, elle semble moins adaptée à d'autres types de mobiles comme le Lightnin A315 (erreur 25%). Comme le montre le tableau 4.1, le nombre de puissance du mobile Lightnin A315 en pompage ascendant et descendant est proche de celui du mobile Mixel TT. Or, sur la figure 4.5, on constate que leur diminution de puissance est très différente. Le mode de pompage ascendant entraîne une diminution plus contenue de la DRP. Pour un débit de gaz égal à $6 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$, la DRP en mode ascendant est de 0,69 alors qu'en mode descendant elle est égale à 0,46. Ces résultats, qui sont en accord avec les études de [Hari-Prajitno et al. \(1998\)](#) et [Galindo & Nienow \(1992\)](#), montrent que les valeurs seuils obtenues pour ce type de mobile sont très différentes de celles observées précédemment. La DRP de cette classe de mobile ne peut donc pas être prédite par une corrélation du type de l'équation (4.4). Il a donc été décidé d'établir un nouveau modèle spécifique à chaque type de configuration. On a vu qu'une des grandeurs adimensionnelles la plus utilisée était le nombre d'aération Fl_G . Ce nombre rend compte de l'état d'aération dans le réacteur. Il dépend de la vitesse d'agitation, du débit de gaz et du diamètre du mobile. Précédemment, on a montré qu'en condition de forte agitation ($N > N_{CD}$, régime de dispersion complète), la DRP ne dépendait pas de la vitesse de rotation. Ainsi, pour bien prédire la DRP il faudrait utiliser, dans le calcul de Fl_G , une

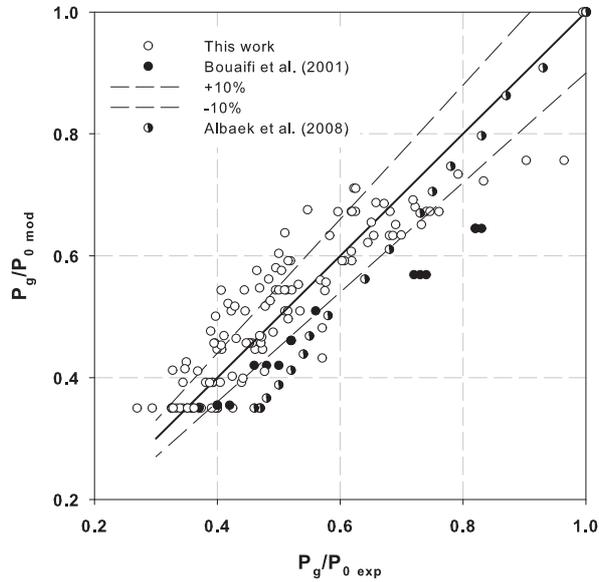


Figure 4.4 – Comparaison entre les valeurs de P_g/P_0 calculées par la corrélation (4.4) et les données expérimentales.

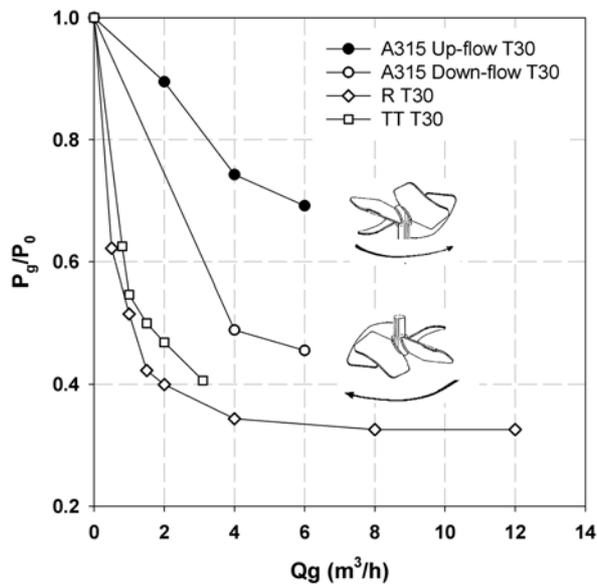


Figure 4.5 – Evolution de la DRP en fonction du débit de gaz en T_{30} pour le mobile Lightning A315 en pompage ascendant et descendant.

vitesse caractéristique de la configuration d'agitation et non pas la valeur de la mesure. On pourrait utiliser, dans l'expression de Fl_G , la valeur du N_{CD} pour la vitesse d'agitation. Or, dans la littérature, il n'existe que des corrélations pour prédire le N_{CD} pour des configurations classiques (Rushton ou pales inclinées). Une autre façon de faire est de calculer pour chaque configuration une vitesse d'agitation qui rende compte d'une agitation intense pour laquelle la DRP ne dépende plus de la vitesse d'agitation. On choisit d'introduire la vitesse optimale (N_{opt}) qui correspond à la vitesse d'agitation monophasique pour laquelle on a une puissance dissipée volumique égale à $5000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$. Cette vitesse dépend donc essentiellement du nombre de puissance, du volume du réacteur et du diamètre du mobile. Sur la figure 4.6, on compare la valeur de la vitesse d'agitation N_{CD} et N_{opt} en fonction du nombre d'aération, noté Fl_G^* (calculé pour $N = N_{opt}$), pour une configuration avec une seule turbine de Rushton. On constate sur cette figure que la vitesse optimale est toujours supérieure à la vitesse minimale de dispersion complète. On est donc sûr qu'à partir de cette vitesse, on a indépendance entre Fl_G^* et N . Pour les autres configurations, il semble que ce critère reste valable. Il serait intéressant de vérifier sa validité pour d'autres types de mobiles.

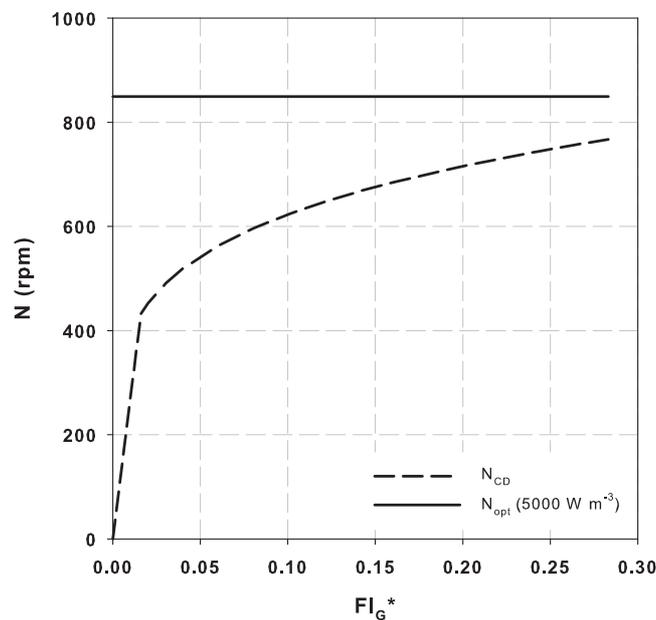


Figure 4.6 – Comparaison entre la vitesse de rotation optimale N_{opt} (N à $5000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$) et la vitesse minimale de dispersion complète (N_{CD}) en fonction du nombre d'aération Fl_G^* .

Dans notre étude, nous avons testé un certain nombre de mobiles ayant des rapports D/T allant de 0,33 à 0,66. Suivant la valeur de ce rapport, la dimi-

nution de puissance est plus ou moins importante. Cette diminution n'est pas prise en compte dans le nombre d'aération. Il faut donc ajouter cette grandeur adimensionnelle dans la corrélation. De plus, à partir d'une certaine condition d'aération (Fl_G^*), la valeur de la DRP devient constante. Il est donc nécessaire de borner l'équation à une valeur limite qui dépend du mobile.

Ainsi, l'équation suivante est proposée :

$$\frac{P_g}{P_0} = \max \left[P_g/P_{0 \text{ lim}} ; \exp \left(-K \cdot Fl_G^{*0.55} \cdot \left(\frac{D}{T} \right)^\alpha \right) \right] \quad (4.5)$$

Elle permet de prédire la valeur de la DRP selon la configuration du mobile inférieur pour des configurations bi-étagées. Cette corrélation comporte trois constantes qui dépendent du type de mobile inférieur. La première constante ($P_g/P_{0 \text{ lim}}$) rend compte de la limite lorsque la DRP devient constante (grandes cavités). Les deux autres expriment la diminution de la puissance dissipée selon le type de mobile et la valeur plus ou moins prononcée par rapport à D/T . Le tableau 4.2 donnent les valeurs de ces différentes constantes. Pour la turbine de Rushton, l'effet de D/T sur le DRP n'a pas été déterminé. Néanmoins, avec ce type de mobile, le rapport D/T est souvent fixé à 0,33.

Tableau 4.2 – Constantes du modèle pour la prédiction de la DRP

Mobile inférieur	K	α	$P_g/P_{0 \text{ lim}}$	P_g/P_0 ($Fl_G = 0,1$) (Paul <i>et al.</i> , 2004)	erreur (%)
R	-4,4	-	0,33	0,4	8
PB	-27,4	3	0,33	0,4	6
A315D	-11,5	2	0,45	0,7	9
A315U	-4,58	2	0,69	-	3

Pour les configurations ayant pour mobile inférieur une turbine de Rushton ou une pale inclinée, on retrouve une DRP (0,33) proche de celle rapportée par Paul *et al.* (2004) (0,4). En revanche, avec un Lightnin A315D comme mobile inférieur, une grosse différence est observée par rapport aux données de Paul *et al.* (2004). En configuration mono-étagée avec un mobile A315D ayant un rapport $D/T = 0,5$, la valeur de la diminution maximale de puissance mesurée est de 0,45. Les données de Bouaifi & Roustan (2001) viennent confirmer cette mesure puisque dans leurs travaux, ils mesurent une valeur de P_g/P_0 minimale égale à 0,42 pour une configuration bi-étagée A315D-PB ($D/T = 0,44$) et 0,44 pour une configuration bi-étagée A315D-A315D ($D/T = 0,34$). De plus, Galindo & Nienow (1992) obtiennent une valeur de DRP seuil égale à 0,5 pour un système mono-étagé équipé d'un mobile Lightnin A315D.

Sur la figure 4.7, on a représenté la DRP en fonction du produit Fl_G^* et du rapport D/T pour les différentes familles de configurations. Les configurations en Mixel *TT* ne sont pas représentées car il n'a pas été trouvé d'amélioration significative par rapport à l'équation (4.4). Dans un premier temps, on a utilisé

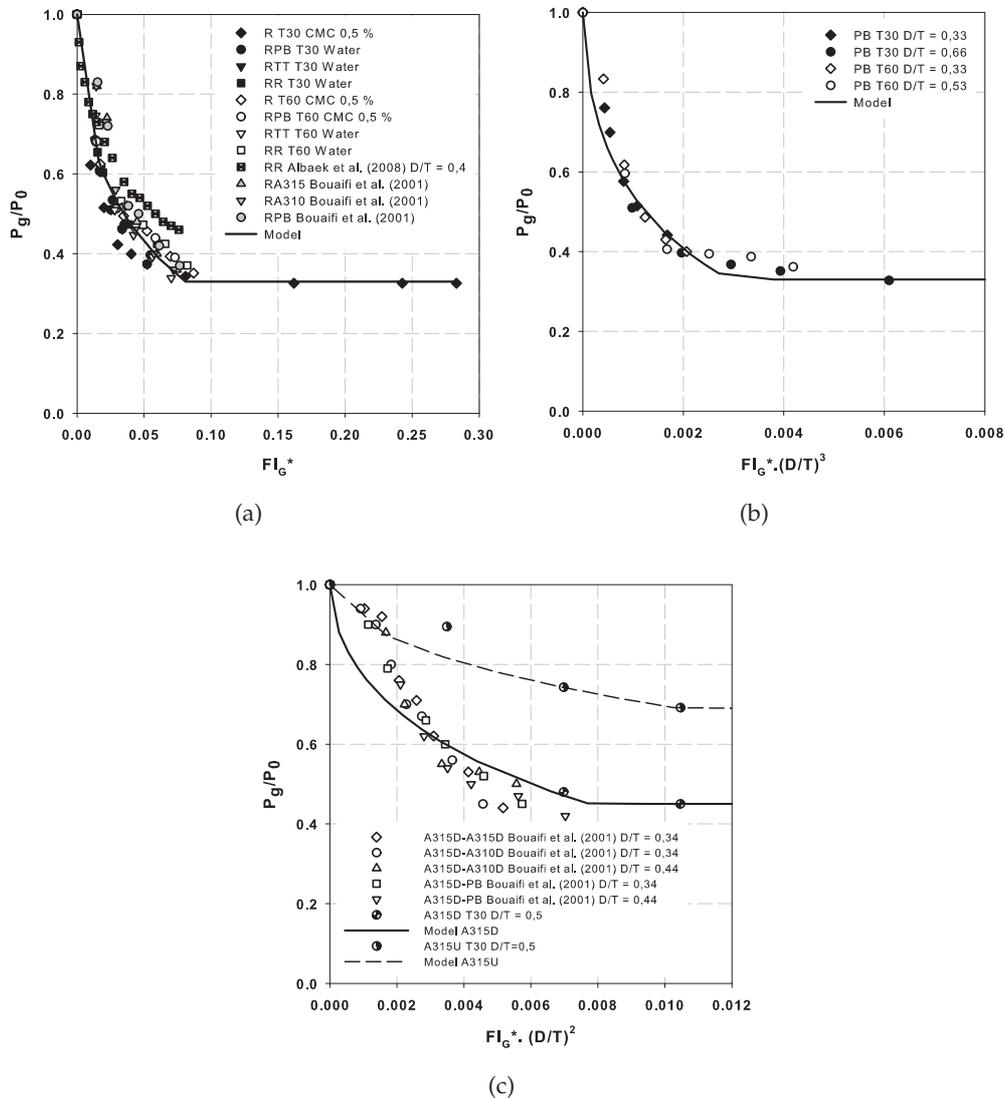


Figure 4.7 – Comparaison entre la prédiction de P_g/P_0 et les données expérimentales selon les configurations. Les configurations sont classées par rapport au mobile inférieur : a) turbine de Rushton, b) pales inclinées, c) Lightnin A315D et A315U.

nos données expérimentales et celles obtenues par Bouaifi & Roustan (2001) pour trouver l'effet du nombre d'aération sur la DRP. Pour toutes les configurations, on retrouve une puissance proche de 0,55 sur Fl_G^* . Cette valeur a donc été conservée quelle que soit la configuration. Ensuite, pour chacune des autres configurations, une puissance pour le rapport des diamètres a été choisies. Elle permet de rassembler le plus possible les données. Pour les mobiles axiaux on retrouve la même valeur égale à 2. Pour les mobiles intermédiaires (pales inclinées) on trouve un effet plus important du diamètre (puissance égale à 3). Dans

les travaux de [Bouaifi & Roustan \(2001\)](#) qui ont étudié une configuration RPB avec un $D/T = 0,44$, on trouve que la diminution de puissance est similaire à une configuration ayant un rapport standard ($D/T = 0,33$).

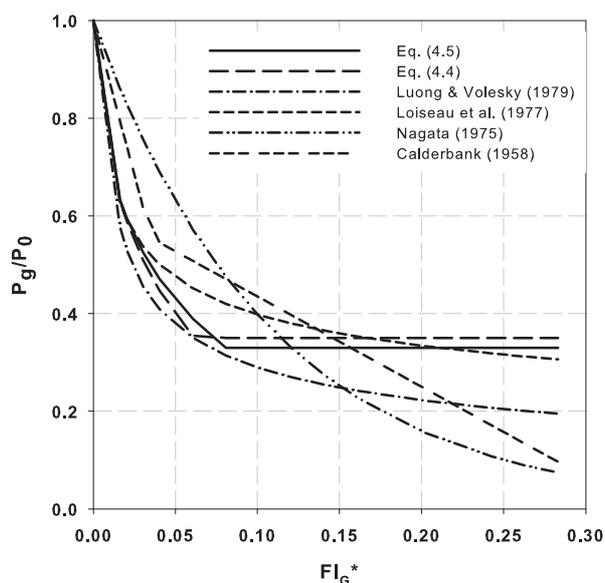


Figure 4.8 – Comparaison entre le modèle de prédiction de la DRP et les modèles les plus utilisés dans la littérature ([Calderbank, 1958](#); [Nagata, 1975](#); [Loiseau et al., 1977](#); [Luong & Volesky, 1979](#)) pour une configuration R mono-étagée.

Dans le tableau 4.2, on a représenté les erreurs de prédiction selon la corrélation (4.5). Cette équation permet d'améliorer la précision de la DRP par rapport à l'équation (4.4). De plus, les données de [Bouaifi & Roustan \(2001\)](#) sont aussi utilisées dans ce modèle. Elles permettent de compléter les données en Rush-ton et de développer une corrélation valable pour des mobiles de type Lightning A315.

Dans la figure 4.8, pour la turbine de Rushton, les deux modèles développés dans ce travail ont été comparés (voir les équations (4.4) et (4.5)) avec les modèles les plus connus issus de la littérature. Si on regarde la prédiction pour des nombres d'aération inférieurs à 0,1 (cas d'une aération classique), on se rend compte qu'à part le modèle de [Nagata \(1975\)](#), tous les modèles donnent des résultats similaires. En revanche pour des valeurs du nombre d'aération supérieures à 0,1 (cas d'une aération extrême) pour lesquelles les conditions d'aération n'ont pas été validées, on se rend compte que tous les modèles, excepté celui de [Loiseau et al. \(1977\)](#), donnent des valeurs beaucoup plus basses que les données mesurées dans cette étude. Ainsi, les modèles développés dans ce travail sont capables de prédire la DRP dans des conditions d'aération proches de celles qui sont utilisées industriellement. En revanche ils ne restent valables

que pour des réacteurs ayant des rapports H/T proches de 2. En effet, lorsque le rapport H/T augmente, la diminution de puissance exercée par le mobile du bas est compensée par les autres mobiles. Des données sont disponibles dans la littérature pour des réacteurs avec quatre étages de mobiles et un grand volume (22 m^3) (Vrabel *et al.*, 2000) et montrent que la diminution de puissance est plus faible lorsqu'on augmente le nombre de mobiles.

II Mélange

II.A Temps de mélange

II.A.A Temps de mélange sans aération

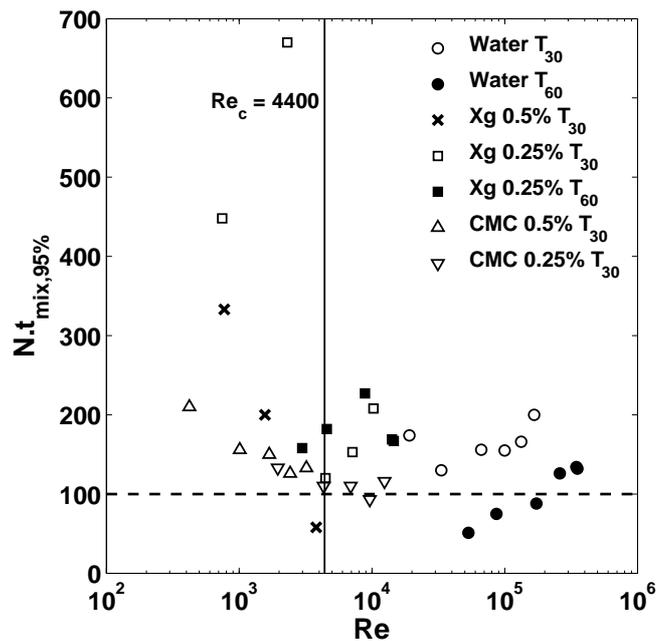


Figure 4.9 – Evolution du produit $N \cdot t_{mix,95\%}$ en fonction du nombre de Reynolds. Conditions non aérées, configuration RPB en eau et en milieux modèles dans T_{30} et T_{60} .

Dans notre étude, le temps de mélange en monophasique en présence de milieux non-Newtoniens a été étudié. Sur la figure 4.9, on a représenté la valeur de $N \cdot t_{mix,95\%}$ en fonction du nombre de Reynolds pour les différents milieux et dans les deux réacteurs. Pour des nombres de Reynolds supérieurs à 4000, les données peuvent être mises sous la forme classique (voir équation (1.16)).

La constante dépend des configurations géométriques telles que D/H et D/T . Toutefois, nous ne pouvons conclure quant aux coefficients sur ces rapports car ils ne varient pas sur les deux tailles de réacteurs et nous n'avons testé qu'une seule configuration (*RPB*). La valeur de la constante est estimée à environ 100. Pour des nombres de Reynolds inférieurs à 4000, les temps de mélange sont bien supérieurs à ceux donnés par l'équation $N \cdot t_{mix,95\%} = 100$, notamment pour le XG 0,25% T_{30} . Expérimentalement, on constate des zones mortes (Galindo & Nienow, 1992; Saeed & Ein-Mozaffari, 2008) qui conduisent à des temps de mélange très longs et peu reproductibles. Sur la figure 4.10, on a représenté les données sous la forme du temps de mélange en fonction de la vitesse de rotation du mobile. Ces résultats sont en accord avec la corrélation donnée par Cooke *et al.* (1988) en réacteurs multi-agités (voir équation (1.19)). De plus, dans cette étude, les auteurs observent également un changement de comportement pour des nombres de Reynolds inférieurs à 4400. Comme le nombre de Reynolds augmente avec la taille du réacteur, à iso P_g/V , ces deux études analogues tendent à prouver que les mesures de temps de mélange effectuées à des nombres de Reynolds inférieurs à 4000 ne sont pas pertinentes pour l'extrapolation des bioréacteurs. Aussi, il semble que lorsque le nombre de Reynolds est supérieur à 4000, il n'y a pas d'effet du milieu sur le temps de mélange.

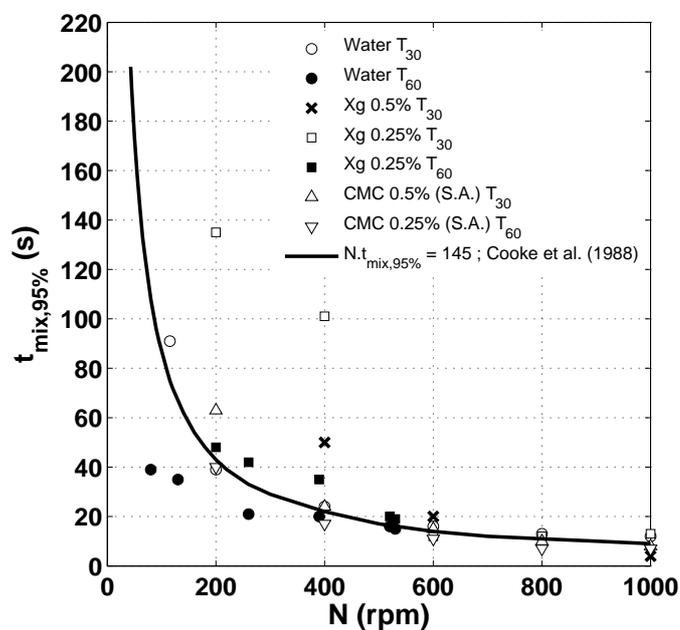


Figure 4.10 – Temps de mélange monophasique à 95% de l'homogénéité. La ligne continue représente la corrélation de Cooke *et al.* (1988) (équation (1.19)).

II.A.B Temps de mélange en aération

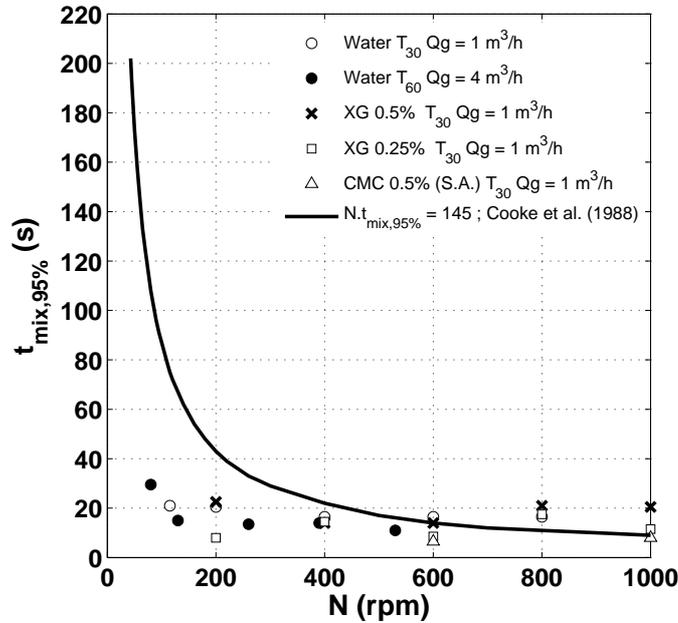


Figure 4.11 – Temps de mélange aérés à 95% de l'homogénéité.

A ce jour, il n'existe pas de données publiées traitant du temps de mélange en milieux aérés et pour des rhéologies complexes. Ainsi, nous ne pourrions donc pas comparer nos résultats à d'autres données. Les mesures précédentes ont été réalisées sous aération avec une vitesse superficielle de gaz égale à $7,8 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ sur les deux réacteurs. Sur la figure 4.11, on peut voir que pour de faibles vitesses de rotation, les temps de mélange sont fortement diminués par rapport au cas monophasique. Ceci est confirmé par des observations qui montrent qu'à faible vitesse de rotation, le mélange est induit par le mouvement d'ascension des bulles. Par contre, à forte vitesse de rotation on constate un faible impact de la rhéologie sur le temps de mélange car il reste proche de 15 s. On remarque qu'il est augmenté par rapport au cas sans aération. Les hausses de valeurs de temps de mélange s'expliquent par une diminution de la puissance dissipée de l'ordre de 30 à 40%. Cet effet négatif de l'aération sur le temps de mélange (à fort N) a déjà été observé dans la littérature (Cooke *et al.*, 1988; Gao *et al.*, 2000; Zhao *et al.*, 2001) pour de l'eau.

Des photos de visualisation après injection du traceur dans T_{30} sont présentées en figure 4.12 après 4 s d'injection, en eau, en CMC 0,5% et XG 0,5% aéré et non-aéré. La vitesse de rotation est la même pour les quatre exemples et est fixée à 400 rpm. Les photos montrent que le temps de mélange en eau et CMC est comparable même si le CMC est plus visqueux. Le mélange dans la solu-



Figure 4.12 – Visualisation 4 s après injection du traceur pour T_{30} et RPB à 400 rpm. De gauche à droite : Eau, CMC 0,5% (S.A.), XG 0,5%, XG 0,5% à $V_s = 7,8 \cdot 10^{-3} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ (Gabelle et al., 2011).

tion de XG non-aéré est non homogène puisqu’une zone morte est observée sur le dessus du réacteur. Ceci montre que le mélange axial est faible dans ce cas. On observe une forte différence pour le cas aéré. La présence de gaz a un effet positif sur le mélange. La présence des bulles entraîne des recirculations qui améliorent le mélange.

Pour conclure sur le temps de mélange en milieux non-Newtoniens, on remarque un fort effet de la rhéologie pour des faibles nombres de Reynolds en milieux non-aérés. En revanche lorsque le nombre de Reynolds est supérieur à 4000 ou en présence de gaz, on n’observe pas d’influence significative de la rhéologie sur l’homogénéisation dans le réacteur. La corrélation de [Cooke et al. \(1988\)](#) est donc préconisée dans ce cas.

II.B Cavernes dans un fluide à seuil

Dans le cas de la production de protéines par des champignons filamenteux, on a vu que suivant le type de morphologie, le milieu de culture pouvait avoir un comportement viscoplastique. Dans certains cas, et plus particulièrement pour le cas des fluides à seuil, on peut observer la formation de deux zones, une totalement mélangée (caverne) autour du mobile et une à l’extérieur de celle-ci où le fluide ne s’écoule pas. Le terme caverne a été utilisé pour la première fois par [Wichterle & Wein \(1975\)](#) pour leur étude sur des suspensions rhéofluidifiantes de particules.

[Solomon et al. \(1981\)](#) ont modélisé la caverne comme étant un cylindre. Dans leur étude, ils supposent que la puissance dissipée est transmise au fluide jusqu’à la limite de la caverne. A cet endroit, la contrainte de cisaillement est supposée être égale à la contrainte seuil du fluide, l’écoulement principal au sein

de la caverne étant majoritairement axial. [Elson et al. \(1986\)](#) ont ensuite modifié ce modèle en donnant une forme plus appropriée à la caverne (cylindre avec bord arrondis). [Amanullah et al. \(1998\)](#) ont développé un modèle mathématique selon une forme de caverne torique. Enfin, [Wilkens et al. \(2005\)](#) proposent un modèle empirique basé sur un tore elliptique en négligeant les forces axiales. Ils prédisent séparément la valeur du diamètre et celle de la hauteur de la caverne. Le tableau 4.3 liste les différents modèles pour la prédiction de la taille des cavernes.

Tableau 4.3 – Modèles pour la prédiction des cavernes

Modèle	Référence
$(D_c/D)^3 = (4/\pi^3) \cdot (\rho N^2 D^2 / \tau_0) \cdot N p_0$	Solomon et al. (1981)
$(D_c/D)^3 = (1,36/\pi^2) \cdot (\rho N^2 D^2 / \tau_0) \cdot N p_0$	Elson et al. (1986)
$(D_c/D)^2 = (1/\pi) \cdot (\rho N^2 D^2 / \tau_0) \cdot \sqrt{N_f^2 + \left(\frac{4 N p_0}{3\pi}\right)^2}$	Amanullah et al. (1998)
$D_c = cst1 \left(\frac{\rho N p_0 N^2 D^5}{2\pi\tau_0}\right)^{1/3}, H_c = cst2 \left(\frac{N p_0 N^2 D^5}{2\pi\tau_0}\right)^{1/3}$	Wilkens et al. (2005)

La turbine de Rushton et le mobile à pales inclinées ont été caractérisés par [Solomon et al. \(1981\)](#) en termes de taille de caverne en fonction de la puissance dissipée apportée au fluide. Il est prouvé que l'on peut augmenter la taille de la caverne, à même puissance dissipée si l'on augmente le diamètre de l'agitateur. Galindo et al. [Galindo & Nienow \(1992\)](#) et [Galindo et al. \(1996\)](#) ont étudié la formation de cavernes pour les mobiles Intermig et Lightnin A315. Ils ont montré que pour le mobile A315, le sens du pompage a un effet important sur le volume de la caverne avec un avantage pour le pompage vers le haut. Le mobile Scaba 6SRGT se comporte lui de façon très similaire à la turbine de Rushton de même diamètre. La simulation numérique est aussi utilisée pour prédire la formation de cavernes dans un fluide à seuil en configuration d'agitation mon-étagée avec des mobiles Scaba 6SRGT de différents diamètres ([Pakzad et al., 2008a,b, 2012](#)). Dans ces études, un bon accord est trouvé entre les simulations et les données de [Galindo & Nienow \(1993\)](#). Néanmoins, le choix de la définition de la limite de la caverne peut être sujet à discussion (1% de la vitesse en bout de pale).

Dans notre étude, nous avons voulu étudier la formation des cavernes avec deux mobiles différents : une turbine de Rushton et un mobile axial Lightnin A315. Les cavernes sont mesurées en prenant des photos de la cuve. Une solution de 2 mL de 0,25% de bleu de méthylène est injectée dans le jet du mobile afin de pouvoir distinguer la partie du fluide en mouvement. Le volume de la caverne est calculé en faisant l'hypothèse d'une forme de caverne cylindrique. Un exemple de photographies prises pendant la mesure est présentée dans la figure 4.13 pour les deux mobiles d'agitation.

Sur la figure 4.14a, est représenté le rapport entre le diamètre de la caverne et du mobile d'agitation en fonction de la contrainte adimensionnelle. La contrainte adimensionnelle est calculée en considérant un nombre de puis-

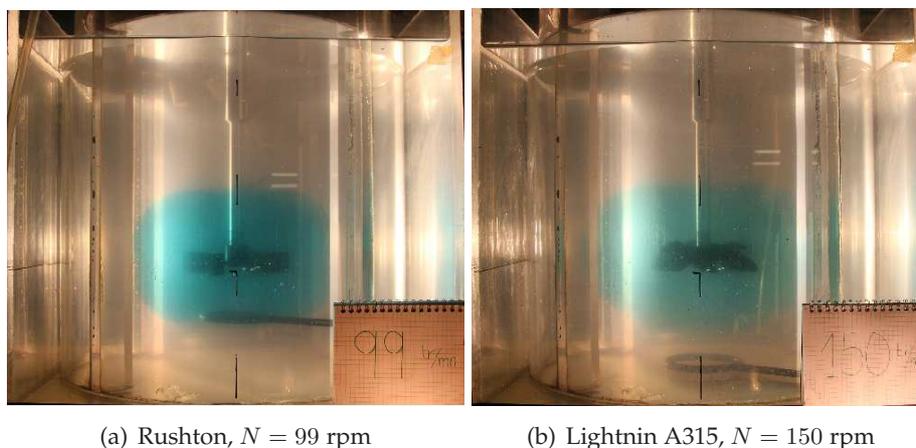


Figure 4.13 – Photos des cavernes dans du Carbopol980 à 0,08%.

sance constant pour les deux mobiles (0,8 pour le mobile A315 et 5 pour la turbine de Rushton). On constate que pour $D_c < T$ l'augmentation du diamètre de la caverne est différente suivant les mobiles. Pour le mobile A315 la pente donnée est de 0,28. Cette valeur est légèrement différente de la valeur de $1/3$ donnée par les équations de Solomon *et al.* (1981) et Elson *et al.* (1986). Néanmoins, dans les travaux de Galindo & Nienow (1992) qui ont étudié ce même mobile, la pente est égale à 0,25. Pour la turbine de Rushton, on trouve dans ce travail une pente égale à 0,47. Cette valeur est aussi différente de la pente théorique. Néanmoins on retrouve les mêmes tendances que dans les travaux de Galindo *et al.* (1996) qui trouvent une constante de 0,52 pour la turbine de Rushton.

Comme le soulignent Galindo & Nienow (1992), le nombre de puissance du mobile A315 n'est pas constant sur la plage de nombre de Reynolds comprise entre 1 et 1000. En effet, pour un nombre de Reynolds égal à 10, le nombre de puissance du mobile A315 n'est plus de 0,8 mais plutôt de 10. Si l'on rapporte la valeur mesurée par Galindo & Nienow (1992) dans l'expression de la contrainte adimensionnelle, on obtient la figure 4.14b. Dans ce cas, on retrouve le même comportement que la turbine de Rushton avec une pente proche de 0,47. Pour la turbine de Rushton, le nombre de puissance est maintenu constant car pour un nombre de Reynolds égal à 10 (nombre de Reynolds minimum pour nos expériences), le nombre de puissance vaut 3,5. Cette valeur même différente ne modifie pas beaucoup la valeur de la contrainte adimensionnelle. Dans le cas du mélange d'un fluide à seuil, il est intéressant de comparer entre mobiles le volume de la caverne en fonction de la puissance dissipée volumique. En effet, la puissance dissipée est la grandeur associée aux coûts opératoires d'une installation de fermentation (avec l'aération). Si le but est de minimiser le volume des zones mortes au sein du réacteur en minimisant les coûts opératoires, on va choisir le mobile qui offre le volume de caverne le plus grand à même puissance

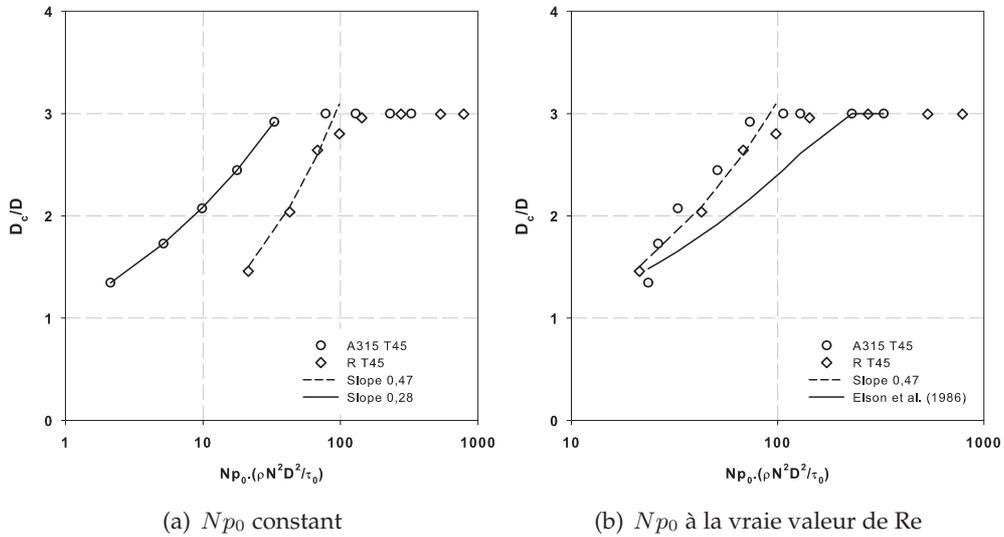


Figure 4.14 – Diamètre adimensionnel de la caverne en fonction de la contrainte adimensionnelle.

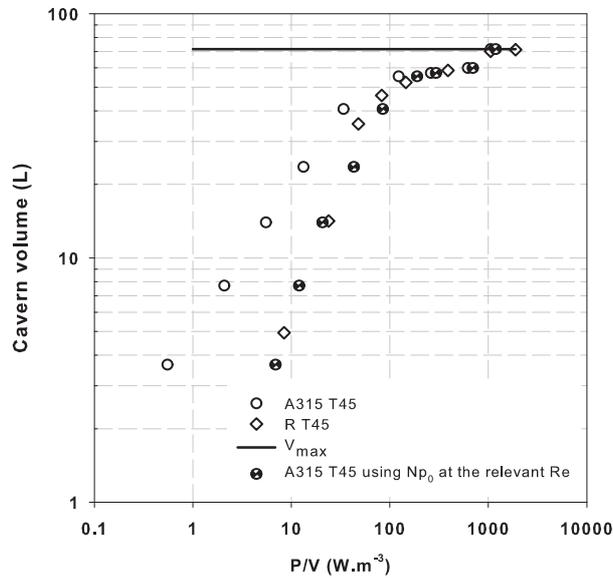


Figure 4.15 – Evolution du volume de la caverne en fonction de la puissance dissipée volumique. La ligne continue représente le volume du réacteur.

dissipée volumique. Sur la figure 4.15, on a représenté l'évolution du volume de la caverne en fonction de la puissance dissipée volumique pour les deux mobiles. En symboles vides, on a représenté le calcul en prenant des nombres de puissance constants pour le calcul de la puissance dissipée. Dans ce cas, on

constate qu'il y a une grande différence entre les mobiles. Dans un deuxième temps, on a utilisé comme précédemment la valeur du nombre de puissance mesuré par Galindo & Nienow (1992) dans la bonne gamme de nombres de Reynolds. On constate à ce moment là que le volume de la caverne est identique à même puissance dissipée. Une approche similaire est développée dans les travaux de Galindo *et al.* (1996) qui étudient les différences de volumes de cavernes entre une turbine de Rushton et un mobile Intermig. Dans leurs travaux, en supposant un nombre de puissance constant, ils observent une légère différence en volume de caverne par rapport à la puissance dissipée.

III Rétention gazeuse globale

La rétention gazeuse a été mesurée durant deux campagnes de manipulations. Durant la première partie du travail (en 2010), deux vitesses superficielles de gaz ont été étudiées (3, 9 et 7, 8 mm·s⁻¹) dans les mêmes configurations évoquées dans ce chapitre (voir tableau 4.1). Dans la seconde campagne de mesures, lors du stage de S. Da-Silva (en 2011), des vitesses superficielles allant jusqu'à 60 mm·s⁻¹ ont été utilisées en configuration R. Il est intéressant de noter que pour de fortes vitesses superficielles (>10 mm·s⁻¹), la rétention gazeuse est importante, et l'erreur de mesure associée à la lecture du niveau dans le réacteur, diminue fortement. Dans cette étude nous nous sommes limités à une approche descriptive tout en essayant d'apporter des éléments de compréhension sur les divers comportements observés.

III.A Rétention gazeuse en eau

La détermination de la rétention gazeuse en eau est un bon moyen de déterminer les performances d'un réacteur. Elle dépend principalement du débit de gaz, de la vitesse d'agitation et des configurations géométriques étudiées. De même que pour le transfert de matière, il est connu que la rétention gazeuse est corrélée à la puissance dissipée volumique et à la vitesse superficielle du gaz.

Sur la figure 4.16, on a représenté la rétention gazeuse, ϵ_G , en fonction de la puissance dissipée volumique pour différentes valeurs de vitesse superficielle de gaz en configuration R. On remarque que la puissance dissipée a un effet positif sur la rétention gazeuse. Cette augmentation peut être attribuée à la diminution de la taille des bulles avec P_g . A même puissance dissipée, on a une augmentation de ϵ_G avec la vitesse superficielle. Pour une vitesse superficielle égale à 3, 9 mm·s⁻¹, on a la même valeur de rétention en T_{30} et en T_{60} . Plus la vitesse superficielle augmente plus les rétentions mesurées sur les deux réacteurs diffèrent.

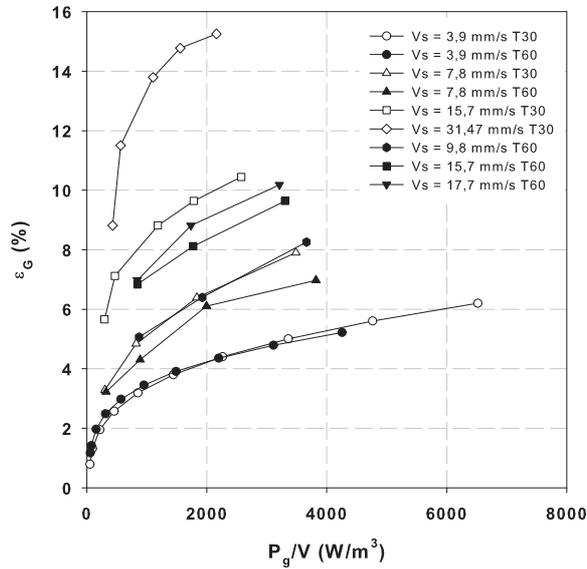


Figure 4.16 – Evolution de la rétention gazeuse en fonction de la puissance dissipée volumique à différentes vitesses superficielles de gaz en configuration R.

Les données mesurées en eau peuvent être corrélées de la façon suivante :

$$\epsilon_G \text{ (en \%)} = cst (P/V)^\alpha (V_s)^\beta, \quad (4.6)$$

avec $cst = 6,0$, $\alpha = 0,32$ et $\beta = 0,49$. La corrélation permet de prédire les valeurs de rétention gazeuse à 9% en moyenne. La corrélation de Bouaifi *et al.* (2001) a aussi été testée. Elle permet de prédire nos données expérimentales en eau à 13% en moyenne. La corrélation (4.6) est établie pour toutes les configurations de mobiles exceptées A315D et A315U. Même si des différences sont observées entre les réacteurs T₃₀ et T₆₀, une seule corrélation a été établie. Les coefficients de l'équation (4.6) montrent la forte dépendance de la rétention à la vitesse superficielle. Dans cette étude, V_s varie entre 3,9 et 60 mm·s⁻¹ et P_g/V varie entre 50 et 6500 W·m⁻³. Cette corrélation couvre une grande gamme de vitesse superficielle. Dans la plupart des études publiées, la vitesse superficielle étudiée se situe en dessous de 10 mm·s⁻¹ et pour des tailles de réacteurs inférieures à 70 L. Comme on l'a dit précédemment, à l'échelle industrielle, l'aération est maximisée. On peut voir des valeurs de débit de gaz comprises entre 0,3 et 1 vvm. Pour ces débits de gaz, les vitesses superficielles sont de l'ordre du cm·s⁻¹ pour des réacteurs de plusieurs centaines de mètres cubes.

Considérant l'erreur associée à la mesure, à même puissance dissipée volumique, il n'a pas été trouvé d'effet du mobile sur la rétention gazeuse. Dans les travaux de Bouaifi *et al.* (2001), des différences sont observées pour des configurations constituées d'un mobile Lightnin A315 comme mobile inférieur. Ils rapportent une augmentation de ϵ_G de l'ordre de 15%, à iso P_g/V , par rapport

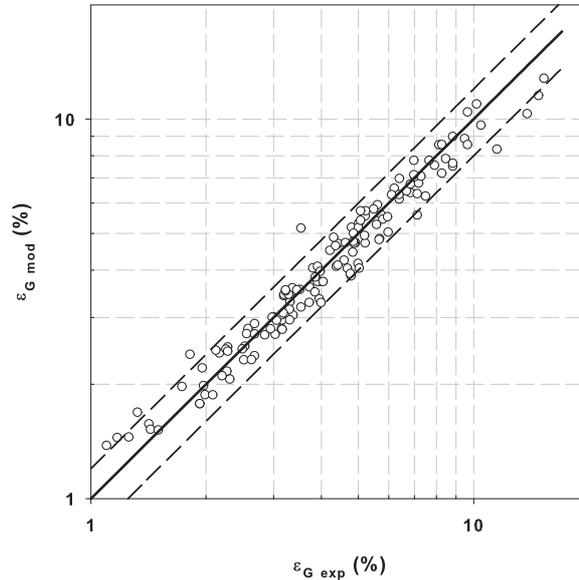


Figure 4.17 – Diagramme de parité entre la mesure de rétention gazeuse en eau et la prédiction par la corrélation (4.6). Les traits discontinus représentent une erreur de $\pm 20\%$.

aux configurations équipées d'une turbine de Rushton en bas. En revanche, dans leur étude, Bouaifi *et al.* (2001) montrent que même si des différences sont observées au niveau de ϵ_G , les $k_L a$ mesurés à même puissance dissipée et vitesse superficielle sont proches. Des résultats similaires ont été observés pour la configuration A315D, mais ces données n'ont pas été utilisées pour établir la corrélation sur le taux de gaz.

III.B Rétention gazeuse en milieux modèles

Pour une vitesse superficielle égale à $16 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, on a représenté sur un même graphique (voir figure 4.18) la rétention gazeuse mesurée pour l'eau, le CMC 0,5% et le XG 0,5% pour les deux tailles de réacteurs en configuration R. Comme on l'a vu pour le cas de l'eau, on constate que pour cette valeur de V_s , la rétention gazeuse est systématiquement inférieure sur T_{60} par rapport à T_{30} . De plus, à même puissance dissipée, la rétention gazeuse est diminuée de 25% en CMC 0,5% et de 50% en XG 0,5%.

Sur la figure 4.19a, on a étudié l'influence de la configuration d'agitation sur la rétention gazeuse pour deux valeurs de vitesses superficielles dans T_{30} pour du XG 0,5%. On observe que pour des configurations composées d'une turbine de Rushton comme mobile inférieur, il n'y a pas d'influence de la configuration

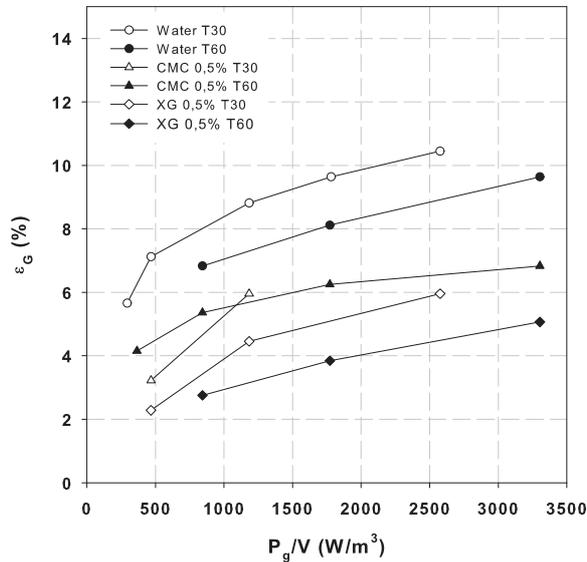


Figure 4.18 – Rétention gazeuse en fonction de la puissance dissipée volumique pour une vitesse superficielle égale à $16 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

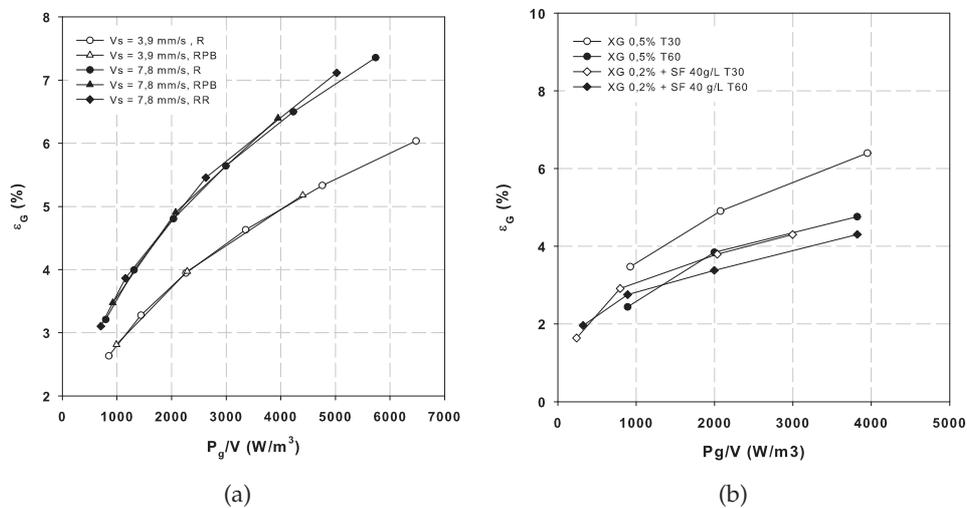


Figure 4.19 – Effet du mobile et de la structure du fluide sur la rétention gazeuse : (a) Trois configurations de mobiles pour $V_s = 3,9 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et $V_s = 7,8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. (b) Effet de la structure du milieu sur T_{30} et T_{60} pour $V_s = 7,8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

mono ou bi-étagé sur la valeur de ϵ_G à même puissance dissipée volumique. On a vu dans le chapitre 3 que les rhéogrammes du XG 0,5% et du mélange XG 0,2% et fibres de cellulose à $40 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ (noté XG02SF40) étaient très proches. L'effet de la présence de fibres sur la rétention peut donc être observé en comparant

la rétention gazeuse pour ces deux fluides modèles présentant une structure différente (fluide homogène, suspension hétérogène). Sur la figure 4.19b, est représentée la rétention gazeuse pour ces deux fluides modèles pour les deux tailles de cuves et pour une vitesse superficielle égale à $7,8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. On observe que les rétentions gazeuses sont légèrement inférieures pour le XG02SF40 par rapport au XG 0,5%. De plus, on observe aussi une diminution de ϵ_G par rapport à l'augmentation de la taille de la cuve. Ainsi, la présence de fibres semble avoir un effet négatif sur la rétention gazeuse.

Tableau 4.4 – Constantes des milieux dans l'équation (4.7).

Milieu	constante
Eau	6,0
CMC	4,7
XG	3,6
SFXG	3,33

Précédemment, on a vu qu'il y avait un effet important du milieu sur la valeur de la rétention gazeuse. Dans un premier temps, on a donc établi une corrélation sous la forme de l'équation (4.6) qui permette de prédire la valeur de la rétention gazeuse en fonction des conditions opératoires. La corrélation se présente sous la forme suivante :

$$\epsilon_G \text{ (en \%)} = cst_{milieu} (P/V)^{0,32} (V_s)^{0,49} . \quad (4.7)$$

Les différentes constantes par milieu obtenues après régression des données sont rapportées dans le tableau 4.4. Ces valeurs en sont la traduction chiffrée de l'effet du milieu sur la rétention gazeuse dans le réacteur. Les valeurs obtenues en eau et en CMC sont relativement proches. En revanche pour le XG et le XG02SF40 on constate une forte diminution de la rétention gazeuse par rapport à l'eau. De même l'effet négatif de la présence de fibres sur la rétention gazeuse est confirmé par la valeur de la constante qui est inférieure en XG02SF40 par rapport au XG 0,5%.

Sur la figure 4.20, on a représenté les valeurs prédites par l'équation (4.7) en fonction des données expérimentales. Les valeurs sont prédites avec une erreur égale à 15% en moyenne et 11% sur les données en T_{60} .

L'effet négatif de la viscosité sur la rétention gazeuse peut aussi être modélisé en ajoutant la viscosité apparente dans l'équation (4.6) :

$$\epsilon_G \text{ (en \%)} = cst (P/V)^\alpha (V_s)^\beta (\mu_a)^\chi . \quad (4.8)$$

Dans cette équation, il est nécessaire de déterminer la viscosité apparente caractéristique de la rétention de gaz. Peu d'études existent concernant la prédiction du taux de gaz pour des milieux à rhéologie complexe. L'équation de Metzner & Otto (1957) a été utilisée pour calculer un taux de cisaillement moyen

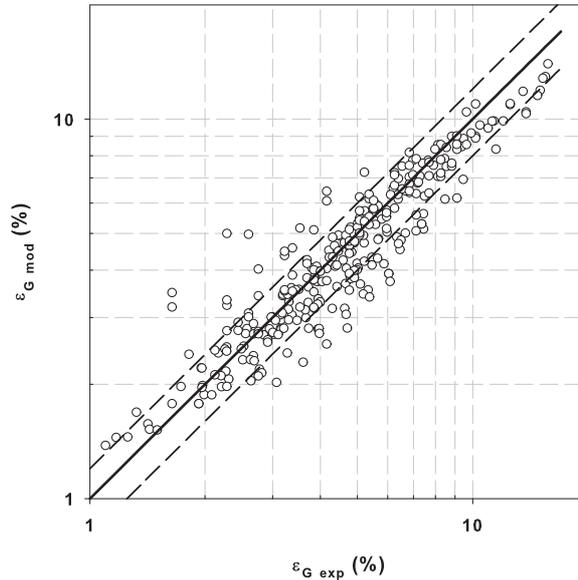


Figure 4.20 – Diagramme de parité entre la mesure de la rétention gazeuse et la prédiction par l'équation (4.7).

dans la cuve. Cette façon de procéder ne permet pas de prendre en compte fidèlement les effets des différents fluides sur la rétention globale. Pour les conditions étudiées, le cisaillement moyen donné par la corrélation de Metzner & Otto (1957) est de l'ordre de 100 s^{-1} . Or, si l'on regarde les rhéogrammes des milieux (voir figure 3.7), la viscosité apparente correspondante entraîne une inversion de l'ordre des rétentions de gaz suivant les milieux. Pour rendre compte de l'influence de la rhéologie sur la rétention de gaz il faut prendre un cisaillement faible. Ainsi, nous avons choisi de calculer la viscosité apparente à partir d'un taux de cisaillement fixé à $0,01 \text{ s}^{-1}$ pour toutes les données. D'autres valeurs dans une gamme $0,001 - 1 \text{ s}^{-1}$ fonctionnent également. En faisant la régression des données expérimentales sur l'équation (4.8), on trouve les valeurs suivantes pour les constantes : $cst = 4,24$, $\alpha = 0,32$, $\beta = 0,49$ et $\chi = -0,05$. Dans l'équation (4.8), l'effet de la viscosité apparente semble faible, néanmoins, les valeurs de viscosités apparentes calculées pour des taux de cisaillement égaux à $0,01 \text{ s}^{-1}$ sont assez différentes.

La comparaison entre le modèle de l'équation (4.8) et les données expérimentales est faite sur la figure 4.22. On constate que les données sont relativement bien prédites si l'on considère les multiples configurations testées. L'erreur moyenne est de 19%. Si l'on observe la prédiction sur le réacteur T_{60} , l'erreur est de 11% en moyenne.

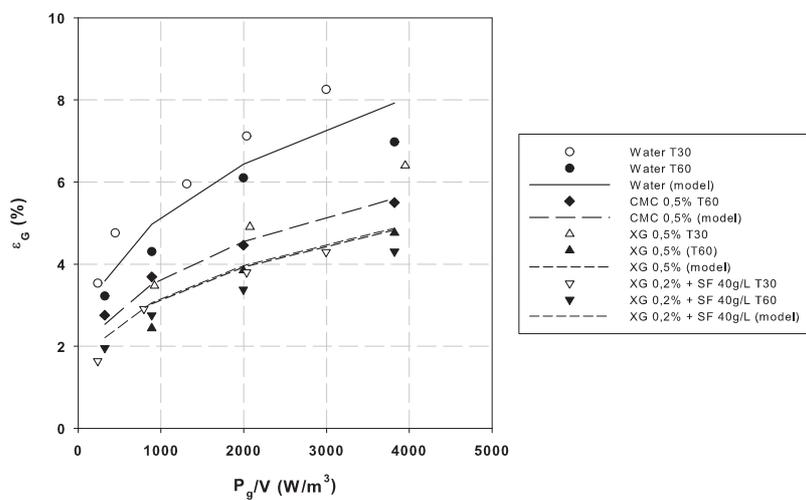


Figure 4.21 – Comparaison entre les mesures de rétention gazeuse et la prédiction par l'équation (4.8) pour une vitesse superficielle égale à $7,9 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

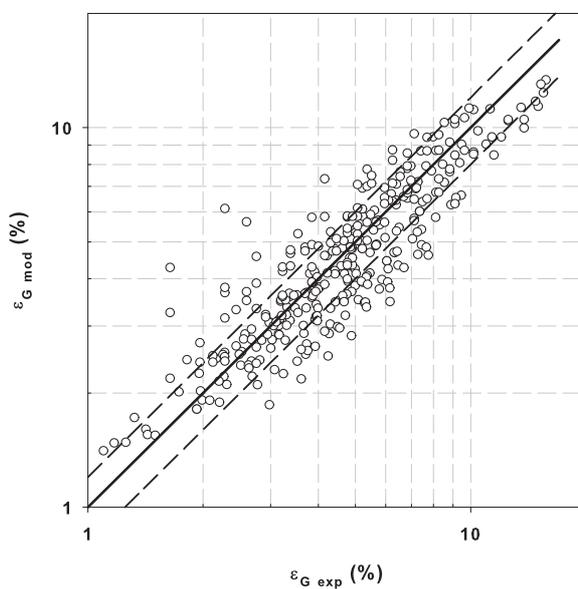


Figure 4.22 – Diagramme de parité entre la mesure de la rétention gazeuse et la prédiction par la corrélation de l'équation (4.8). Les traits discontinus représentent une erreur de $\pm 20\%$.

IV Transfert de matière en milieux modèles

En annexe VII, les différentes méthodes de mesure pour l'estimation du $k_l a$ sont présentées. La méthode utilisée dans ce travail pour caractériser le transfert dans les fluides complexes est une méthode dynamique « start-up » proposée par [Nocentini \(1990\)](#). Dans un premier temps, on désoxygène le liquide en faisant buller de l'azote dans le réacteur. Lorsque la concentration en oxygène dans le liquide est nulle, on arrête à la fois l'aération et l'agitation pour faire ressortir les bulles de gaz. Ensuite, on redémarre successivement l'agitation puis l'aération. La sonde est placée à proximité du jet de la turbine pour le cas mono-étagé et au centre du réacteur pour le cas bi-étagé. Pour que la mesure soit la plus fidèle possible, l'hydrodynamique globale est prise en compte dans l'analyse de la courbe de réoxygénation. [Gogate & Pandit \(1999\)](#) ont présenté les différents modèles pour le calcul du $k_l a$.

Dans notre étude, nous avons choisi d'utiliser un modèle qui considère le liquide comme étant parfaitement mélangé et le gaz comme ayant un écoulement piston. A titre d'exemple, nous allons comparer ce modèle avec le modèle le plus simple et le plus utilisé dans la littérature dans lequel on considère le liquide comme parfaitement mélangé et le gaz étant à la composition d'entrée (pas d'appauvrissement). Ce modèle est souvent utilisé car il permet d'obtenir une solution analytique en exponentielle décroissante directement identifiable par rapport aux mesures expérimentales. Sur la figure 4.23, on a testé l'application de ces deux modèles pour le traitement des données de la sonde en configuration de cuve agitée et sans agitation (colonne à bulles). Premièrement, on constate que les deux modèles arrivent parfaitement à prédire la remontée en oxygène dans le réacteur, et ce, quel que soit le type de configuration. Néanmoins, la valeur de $k_l a$ déduite diffère sensiblement selon le modèle hydrodynamique choisi. Pour la cuve agitée, lorsque le $k_l a$ est inférieur à 70 h^{-1} , les deux modèles donnent des valeurs qui sont proches. En revanche, pour des $k_l a$ supérieurs, la différence s'accroît d'autant plus que la vitesse superficielle du gaz est faible. En effet, lorsque les vitesses superficielles augmentent, on a une augmentation de la coalescence qui minimise les effets d'écoulements non idéaux. Pour le cas de la colonne à bulle, on a correspondance entre les valeurs obtenues avec les deux modèles. Les valeurs de $k_l a$ en colonne à bulles sont toujours inférieures à 70 h^{-1} et les vitesses superficielles utilisées sont importantes.

Cette exemple illustre l'importance d'utiliser un modèle approprié pour déterminer fidèlement la valeur du $k_l a$. Lorsque le réacteur a un grand volume ($> 100 \text{ L}$) et que le transfert est important ($> 70 \text{ h}^{-1}$), il est impératif d'utiliser ce type de modèle pour exploiter les données des sondes à oxygène. Le temps de réponse de la sonde (2,5 s pour passer de 0 à 100% de la saturation) n'est pas pris en compte dans le modèle car ce temps est négligeable devant le temps de transfert ($1/k_l a$). Théoriquement, ce temps de réponse dépend du coefficient

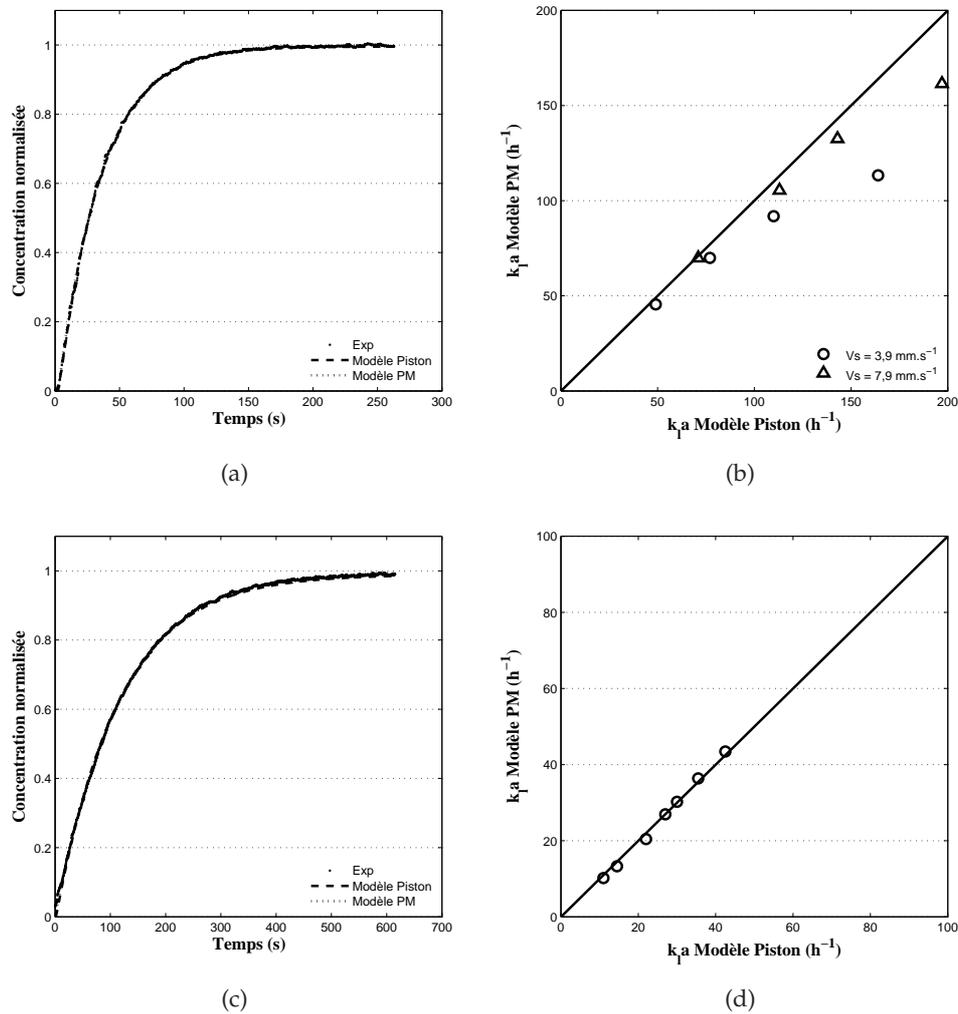


Figure 4.23 – Comparaison des modèles de traitement pour le calcul du k_La à partir des données expérimentales de la sonde à oxygène : a) réacteur T_{60} , Eau, RBP, 300 rpm, $7,9 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, b) comparaison des modèles en cuve agitée, c) Réacteur T_{60} , CMC 0,5%, $9,8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, d) Comparaison des modèles en colonne à bulles.

de diffusion de l'oxygène dans le fluide. On pourrait s'attendre à un effet de la viscosité apparente sur le coefficient de diffusion. Cependant, [Ho et al. \(1988\)](#) ont montré que dans la gamme de concentrations étudiées, le coefficient de diffusion de l'oxygène était le même dans l'eau, le CMC et le XG.

IV.A Transfert de matière global en eau

Plusieurs corrélations sont disponibles dans la littérature pour la prédiction du transfert de matière global. Elles sont souvent établies pour une configura-

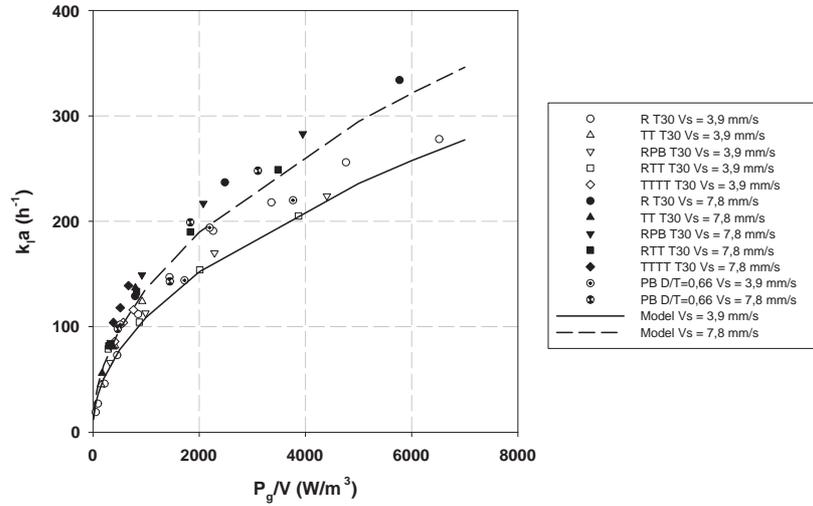


Figure 4.24 – Mesure du $k_l a$ en eau dans T_{30} pour deux vitesses superficielles et plusieurs configurations de mobiles. Les traits représentent la prédiction par l'équation (1.29).

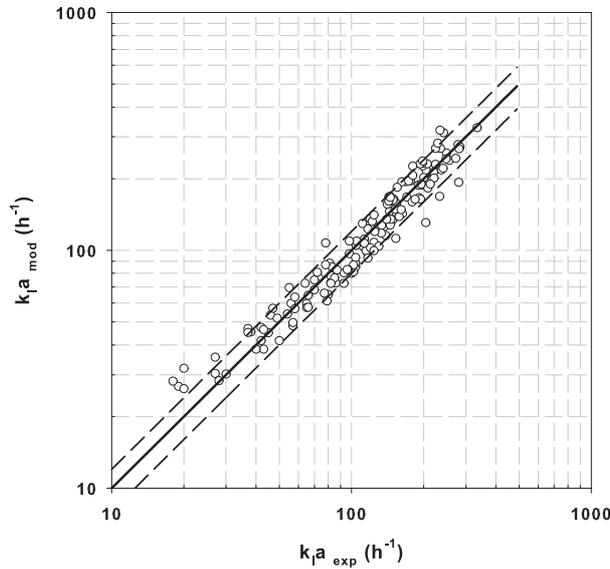


Figure 4.25 – Diagramme de parité représentant les valeurs de $k_l a$ prédits par la corrélation (1.29) de type I et les valeurs expérimentales pour le cas de l'eau.

tion donnée (agitation et taille de réacteur). Dans cette étude, les mesures de transfert de matière ont été réalisées dans deux réacteurs, T_{30} et T_{60} , et pour un grand nombre de configurations de mobiles (simple ou double). Pour chaque réacteur, à même puissance dissipée volumique, P_g/V et à même vitesse su-

Tableau 4.5 – Corrélations pour la prédiction du k_{la} en eau.

Référence	Corrélation type I	T [m]	Erreur [%]
Nocentini <i>et al.</i> (1993)	$k_{la} \text{ (h}^{-1}\text{)} = 54 (P_g/V)^{0,59} (V_s)^{0,55}$	0, 232	47
Moucha <i>et al.</i> (1995)	$k_{la} \text{ (h}^{-1}\text{)} = 64,8 (P_g/V)^{0,58} (V_s)^{0,588}$	0, 19	37
Linek <i>et al.</i> (1996)	$k_{la} \text{ (h}^{-1}\text{)} = 32,4 (P_g/V)^{0,637} (V_s)^{0,54}$	0, 19	32
Linek <i>et al.</i> (1987)	$k_{la} \text{ (h}^{-1}\text{)} = 18 (P_g/V)^{0,593} (V_s)^{0,4}$	0, 29	18
Vasconcelos <i>et al.</i> (2000)	$k_{la} \text{ (h}^{-1}\text{)} = 21,6 (P_g/V)^{0,66} (V_s)^{0,51}$	0, 392	27
Bouaifi & Roustan (1998)	$k_{la} \text{ (h}^{-1}\text{)} = 79,2 (P_g/V)^{0,5} (V_s)^{0,6}$	0, 43	18
van't Riet (1979)	$k_{la} \text{ (h}^{-1}\text{)} = 93,6 (P_g/V)^{0,4} (V_s)^{0,5}$	0, 14-1, 15	17

perficielle, V_s , on a trouvé que le k_{la} était quasiment indépendant de la configuration (voir figure 4.24). Ce résultat est en accord avec l'étude de Bouaifi & Roustan (1998) qui ont étudié un grand nombre de configurations de mobiles dans un réacteur bi-étagés. Même si l'on a pu noter une légère diminution du transfert dans T_{60} par rapport à T_{30} (inférieures à 10%), on a décidé d'établir une unique corrélation pour toutes les configurations et taille de réacteur. Les données expérimentales ont été utilisées pour déterminer les constantes de l'équation (1.29) avec une erreur moyenne de 13%. Sur la figure 4.25, on a tracé le diagramme de parité des données mesurées et prédites par la corrélation. Dans l'équation (1.29), les constantes sont égales à (k_{la} en h^{-1}) : $cst = 23,3$, $\alpha = 0,48$ et $\beta = 0,32$. Les données ont ensuite été comparées aux corrélations de la littérature du tableau 1.4. On observe des différences allant de 17 à 47% en moyenne.

Ces différences peuvent être attribuées aux différentes conditions d'études et méthodes de mesures. Par exemple, Bouaifi & Roustan (1998) ont mesuré des k_{la} jusqu'à des vitesses superficielles égales à $18 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ mais la puissance dissipée volumique ne varie que de 200 à $1850 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$. Pour les autres études, les puissances dissipées volumique peuvent atteindre $6000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$ mais les vitesses superficielles sont limitées à $10 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. De plus, les réacteurs multi-étagés ($H/T > 3$) sont connus pour offrir des rétentions gazeuses plus importantes et le transfert de matière peut être amélioré. La méthode utilisée pour mesurer le k_{la} peut aussi jouer un rôle important dans les différences observées. Par exemple, Moucha *et al.* (1995) ont utilisé une méthode d'échelon de pression. La taille du réacteur peut aussi avoir une importance. Il existe peu de données concernant des réacteurs ayant un volume supérieur à 100 L. Dans notre étude, deux tailles de réacteur ont été étudiées (de 20 à 340 L). Les vitesses superficielles varient entre 3, 9 et $63 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et la puissance dissipée volumique entre 100 et $6500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$.

IV.B Transfert de matière global en milieux modèles

Lorsqu'on réalise l'aération d'un fluide visqueux, on peut observer la formation de petites bulles stagnantes. Ces bulles ont un diamètre de l'ordre de

1 mm et peuvent avoir un temps de séjour très important. Selon [Heijnen *et al.* \(1980\)](#), ces petites bulles sont à l'équilibre avec le liquide. Dans nos expériences, la rétention maximale observée pour ces petites bulles est de 0.4% (rétention résiduelle après arrêt de l'aération) pour le XG et négligeable pour le CMC. Considérant ces mesures, l'erreur maximale commise sur la détermination du $k_L a$ est de l'ordre de 15% si on suppose le milieu comme étant coalescent. Or, on peut penser que dans nos milieux (tension de surface entre 65 et $75 \cdot 10^{-3} \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$), la coalescence est importante, ce qui aurait pour effet une diminution de cette erreur. De plus, on a mesuré successivement le transfert de matière pour les mêmes conditions d'aération et d'agitation en faisant varier le temps laissé pour faire ressortir les petites bulles du milieu. Sur ces mesures, on n'a pas remarqué d'influence de ces petites bulles sur la valeur mesurée du $k_L a$.

Une autre façon de prendre en compte la présence de petites bulles est de considérer qu'elles participent au transfert de matière ([Muller & Davidson, 1992](#); [Shetty *et al.*, 1992](#); [Kantak *et al.*, 1995](#); [Khare & Niranjana, 1995](#)). Avec cette approche, davantage d'informations sont nécessaires sur la taille des bulles, la coalescence et le taux de gaz pour distinguer la contribution respective des petites et des grosses bulles au $k_L a$. Pour ces raisons, il a été décidé de négliger leur influence sur le transfert de matière.

De même que pour la partie « rétention de gaz », les résultats qui vont suivre sont issus de deux campagnes expérimentales. La première en 2010, où plusieurs configurations de mobiles à deux vitesses superficielles de gaz ($V_s = 3, 9$ et $7, 8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$) ont été testées. Lors de la seconde campagne expérimentale (stage S. Da Silva), la configuration R a été utilisées et des vitesses superficielles allant jusqu'à $60 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ont été mises en œuvre. Durant la première partie du travail et de même qu'en eau, aucune différence entre les configurations n'a été constatée lorsque la puissance dissipée et la vitesse superficielle étaient maintenues constantes. Ce résultat a été étendu à des mobiles ayant un grand diamètre par rapport au diamètre de la cuve ($D/T = 0, 53$ et $0, 66$).

Pour les forts débits de gaz et une agitation modérée, les corrélations donnaient systématiquement une valeur sous-estimée du transfert de matière globale. Dans ce cas, le réacteur se comporte plus comme une colonne à bulle et l'agitation a un faible impact sur le transfert de matière. [Roels & Heijnen \(1980\)](#) ont estimé la puissance dissipée produite par l'injection du gaz dans le réacteur. Cette expression s'exprime sous cette forme :

$$P_{air} = \frac{V_s \cdot RT_p V}{\frac{22,4}{1000} \cdot H} \cdot \ln \left(1 + \frac{\rho g H}{p_0} \right). \quad (4.9)$$

Cette expression dépend fortement du débit de gaz et de la hauteur de liquide au repos. Ainsi, dans le calcul de la puissance dissipée, nous avons ajouté les puissances produites par l'agitation mécanique et par l'injection du gaz :

$$P_g = P_{air} + P_{g,agit}. \quad (4.10)$$

Cette méthode permet d'avoir une meilleure prédiction du transfert pour les faibles puissances dissipées mécaniques et fortes aérations. Cependant, pour la plupart des conditions opératoires testées dans cette étude, on a $P_{air} \ll P_{g,agit}$.

IV.B.A Transfert de matière global en milieux visqueux homogènes

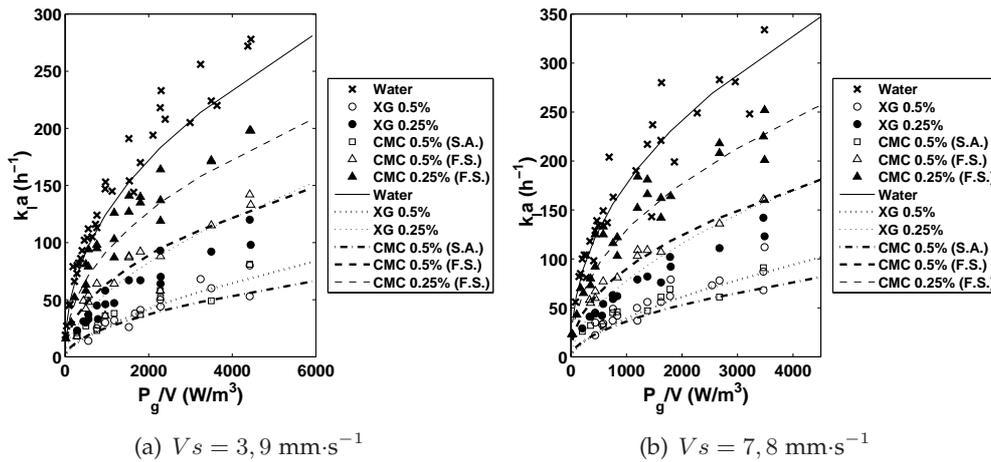


Figure 4.26 – Mesure du coefficient de transfert de matière k_{1a} en fonction de la puissance dissipée volumique pour les différents milieux étudiés dans T_{30} pour deux vitesses superficielles de gaz. Les traits continus représentent la prédiction par l'équation (4.11).

Sur la figure 4.26a et 4.26b, les valeurs de k_{1a} mesurées dans le réacteur T_{30} sont reportées pour les différents milieux étudiés. Sur ces figures, on peut observer l'effet négatif de l'augmentation de la viscosité du milieu sur le transfert de matière. Les valeurs obtenues en eau sont deux à trois fois supérieures à celles en milieux modèles visqueux. Pour le milieu XG, on remarque que le k_{1a} est plus important pour le XG 0,25% que pour le XG 0,5%. Par contre, bien que les rhéogrammes soient différents, on n'observe pas de différences significatives entre le XG 0,5% et CMC 0,5% (S.A.) qui ont des viscosités apparentes proches pour des cisaillements de l'ordre de 100 s^{-1} .

La figure 4.27 montre l'impact de la taille du réacteur sur le transfert de matière. Pour une vitesse superficielle de gaz égale à $7,8 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, on observe une forte diminution (pouvant aller jusqu'à 50% au maximum, notamment pour les milieux les plus visqueux XG 0,5% et CMC 0,5% (S.A.).

Pour modéliser ces résultats par une corrélation, les trois méthodes de calcul du taux de cisaillement moyen ont été testées (équations (1.32), (1.33), (1.34)) dans une corrélation du type de l'équation (1.30). La corrélation proposée par Kawase & Mooyoung (1988), équation (1.31), a aussi été testée. Pour déterminer les paramètres de ces corrélations, seules les données en eau sur les deux réacteurs et les données en milieux modèles sur le réacteur T_{30} sont utilisées.

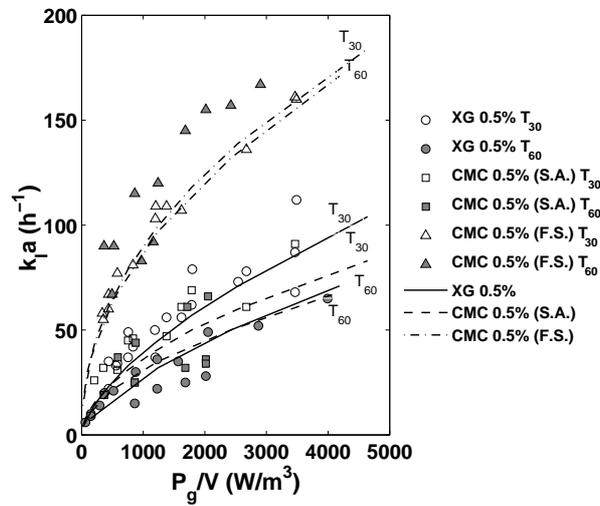


Figure 4.27 – Comparaison entre les mesures de $k_L a$ dans le réacteur T_{30} et T_{60} pour les milieux modèles et une vitesse superficielle égale à $7,8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

Cette méthode nous a permis de tester la pertinence des corrélations établies pour extrapoler les valeurs du $k_L a$ en milieux visqueux.

Tableau 4.6 – Comparaisons des corrélations obtenues suivant les différentes corrélations pour le calcul du cisaillement moyen. (*) avec un facteur correctif de 1,15

Données utilisées pour le calcul	Equation	Taux de cisaillement	Puissance			Erreur moyenne (%)	
			P_g/V	Vs	μ_a	Données utilisées pour la corrélation	Prédiction pour les données en T_{60}
Eau T_{30} / Eau T_{60} / Milieux modèles T_{30}	Eq. (1.30)	Metzner & Otto (1957)	0,45	0,50	-0,32	17	50
Eau T_{30} / Eau T_{60} / Milieux modèles T_{30}	Eq. (1.30)	Henzler & Kauling (1985)	0,42	0,48	-0,32	17	54
Eau T_{30} / Eau T_{60} / Milieux modèles T_{30}	Eq. (1.30)	Calderbank & Moo-Young (1959)	0,45	0,50	-0,31	16	50
Pas de régression	Eq. (1.31)	Calderbank & Moo-Young (1959)	0,45	0,50	-0,32	33*	41*

Le tableau 4.6, montre que la façon dont est calculé le taux de cisaillement moyen n'a pas d'importance pour établir une corrélation de $k_L a$. Pour les trois méthodes, l'exposant χ (associé à la viscosité apparente) vaut $-0,31$ ou $-0,32$. Cette valeur est relativement plus basse que ce que l'on peut trouver dans la littérature. Nishikawa *et al.* (1981) trouvent une valeur de $-0,5$, Yagi & Yoshida (1975) prédisent une valeur à $-0,4$, Ranade & Ulbrecht (1978) obtiennent $-0,41$ et, plus récemment, Cabaret *et al.* (2008) trouvent une valeur entre $-0,25$ et $-0,5$ dans un système bi-étagé, selon la position de l'arbre d'agitation.

Lorsqu'on utilise ces corrélations pour prédire les données obtenues dans le réacteur T_{60} , on obtient des erreurs de l'ordre de 50% pour les trois méthodes de calcul. La relation de Kawase & Mooyoung (1988) donne une erreur moins importante (33% pour T_{30} et 41% pour T_{60}). Cette corrélation semble être plus appropriée pour prédire le $k_L a$ à l'extrapolation pour des milieux complexes. En revanche, elle ne permet pas de bien prédire les milieux faiblement visqueux comme l'eau et le CMC 0,25% F.S..

Si l'on décide de prendre à la fois les données des réacteurs T_{30} et T_{60} , sous la forme de l'équation (1.30) et en utilisant la corrélation de Metzner & Otto (1957) pour calculer le cisaillement moyen, on obtient les constantes suivantes (pour un $k_L a$ en h^{-1}) : $cst = 2,17$; $\alpha = 0,48$, $\beta = 0,32$ et $\chi = -0,35$. Le diagramme de parité de cette corrélation est présenté en figure 4.28a. Cette corrélation permet de prédire nos résultats expérimentaux à 15% en moyenne et 20% sur les données en T_{60} .

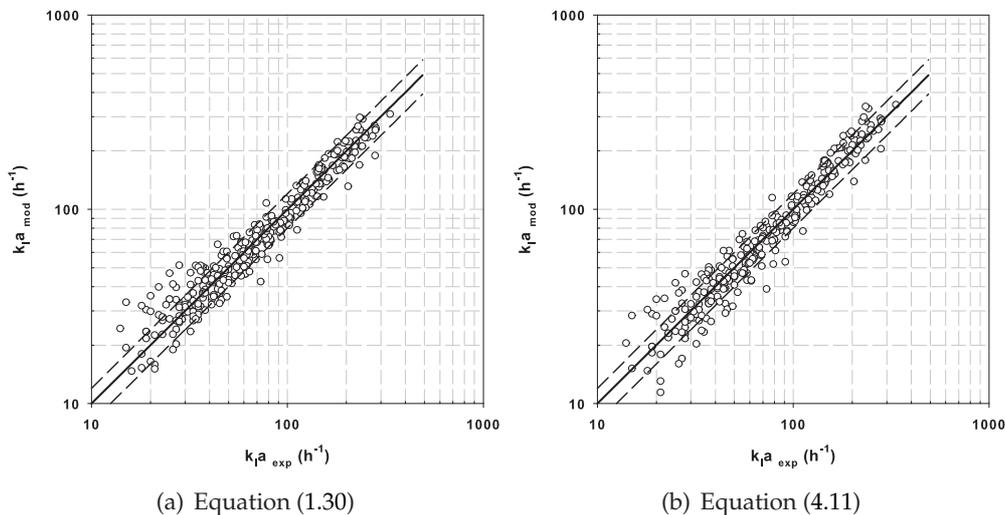


Figure 4.28 – Diagrammes de parité entre les valeurs de $k_L a$ mesurées et les valeurs prédites : (a) par l'équation (1.30) de type II, (b) par l'équation (4.11) de type III, pour les milieux modèles homogènes. Les traits discontinus représentent une erreur de $\pm 20\%$.

Une seconde corrélation est aussi proposée (corrélation de type III). Elle permet de représenter de manière plus fidèle nos données expérimentales sur les

deux tailles de réacteurs. Dans cette équation, le terme, μ_a^χ , est remplacé par $(1 + \mu_a/\mu_c)^\chi$:

$$k_{l,a} = cst (P/V)^\alpha (Vs)^\beta \left(1 + \frac{\mu_a}{\mu_c}\right)^\chi, \quad (4.11)$$

avec μ_c , une viscosité critique. Cette viscosité critique est déterminée par régression des données expérimentales en utilisant la corrélation de [Metzner & Otto \(1957\)](#) pour calculer le taux de cisaillement moyen. Lorsque la viscosité apparente au sein du réacteur est inférieure à cette valeur, la viscosité a un faible effet sur le transfert de matière. Dans le cas contraire, la viscosité a un effet prononcé sur le $k_{l,a}$.

La régression sur les données expérimentales donne les valeurs suivantes (pour un $k_{l,a}$ en h^{-1}) : $cst = 31,4$, $\alpha = 0,48$, $\beta = 0,32$, $\chi = -0,51$, et $\mu_c = 0,0020 \text{ Pa}\cdot\text{s}$. Cette corrélation permet de mieux prédire les données expérimentales sur les deux tailles de cuve.

Sur la figure 4.28b, on a comparé les données expérimentales et les données prédites par l'équation (4.11). La prédiction donne des valeurs à 15% en moyenne sur les données totales et 20% sur les données en réacteur T_{60} . Avec ce type de modèle, les données dans le réacteur T_{60} sont mieux reproduites qu'avec un modèle classique.

D'après le tableau 4.6, pour les échelles étudiées, il n'y a pas de différence significative lorsqu'on utilise les différentes corrélations pour le calcul du taux de cisaillement moyen dans le réacteur. Ainsi, même si cette méthode est moins utilisée dans la littérature, nous allons établir une corrélation permettant de prédire le $k_{l,a}$ en milieux complexes en utilisant la corrélation de [Henzler & Kauling \(1985\)](#) pour le calcul du taux de cisaillement moyen. Sous la forme de l'équation (1.30), le $k_{l,a}$ en h^{-1} peut être prédit en utilisant les constantes suivantes : $cst = 1,39$, $\alpha = 0,48$, $\beta = 0,32$, $\chi = -0,41$. La prédiction donne des valeurs à 18% en moyenne sur les données en T_{30} et T_{60} .

IV.B.B Transfert de matière global en milieu hétérogène

Sur la figure 4.29, on a représenté les valeurs mesurées de $k_{l,a}$ dans le réacteur T_{60} pour le XG 0,5% et le XG02SF40 pour des vitesses superficielles de gaz allant de 3,9 à 17,7 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$. On constate qu'à même vitesse superficielle de gaz, le transfert de matière est plus important dans le XG02SF40 que dans le XG 0,5%. Pourtant, comme le montre le rhéogramme de la figure 3.13, les deux fluides possèdent un comportement rhéologique proche. Ce résultat a déjà été vu dans les travaux de [Benchapattarapong et al. \(2005\)](#) (seul exemple connu dans la littérature) pour un mélange de CMC et de fibres de cellulose. Ainsi, si la viscosité du fluide est créée par les fibres, la diminution du transfert de matière est moins importante.

La régression sur les données expérimentales sous la forme de l'équation (4.11) donne les valeurs suivantes (pour un $k_{l,a}$ en h^{-1}) : $cst = 28,20$, $\alpha = 0,48$,

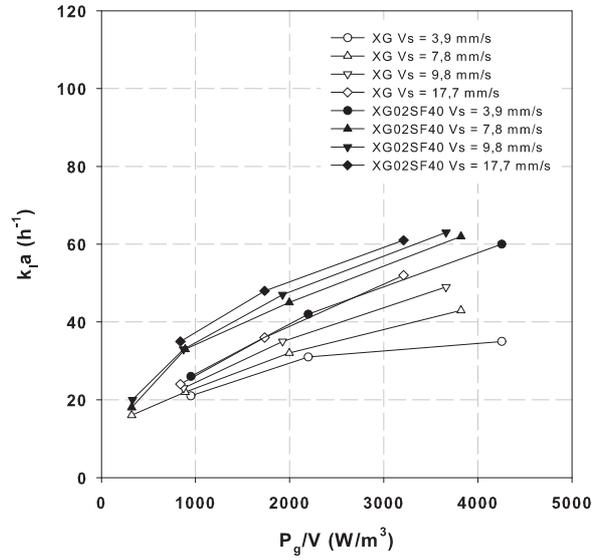


Figure 4.29 – Effet de la structure du milieu sur le transfert de matière dans le réacteur T_{60}

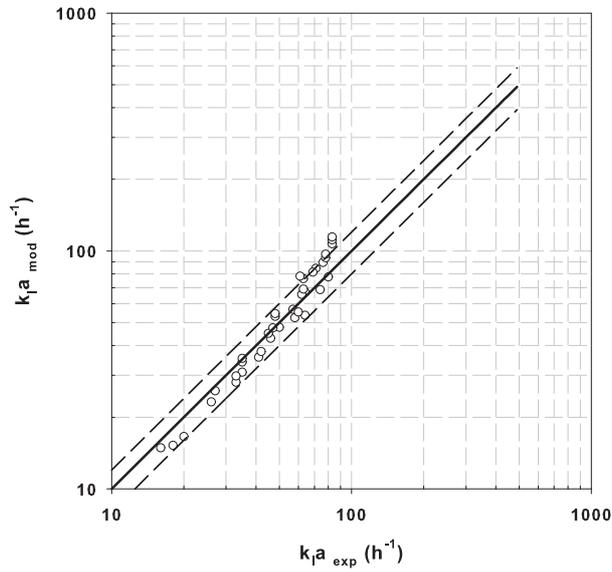


Figure 4.30 – Diagramme de parité entre les valeurs de $k_L a$ mesurées le XG02SF40 et le $k_L a$ prédit par la corrélation de type III. Les traits discontinus représentent les erreurs à $\pm 20\%$.

$\beta = 0,32$, $\chi = -0,42$, et $\mu_c = 0,0020$ Pa.s. Les données sont prédites avec une erreur moyenne de 13%.

Sur la figure 4.31, on a représenté les valeurs de $k_L a$ pour le XG02SF40 dans

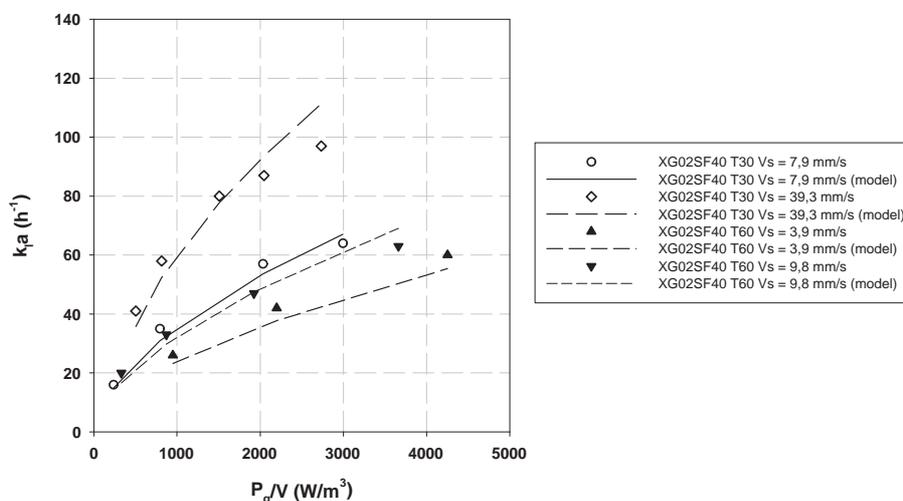


Figure 4.31 – Effet de la taille du réacteur sur le transfert de matière. Les traits représentent la prédiction par l'équation (4.11).

les deux réacteurs (T_{30} et T_{60}). De même que pour les fluides homogènes, on remarque une diminution du transfert de matière avec la taille du réacteur. En effet, pour une vitesse superficielle de gaz égale à $9,8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ dans le réacteur T_{60} , on remarque que le k_{La} est moins important que celui mesuré pour une vitesse superficielle pourtant plus faible ($7,9 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$) dans T_{30} . On constate aussi qu'en utilisant l'équation (4.11), il est possible de prédire ce comportement.

IV.B.C Transfert de matière sans agitation (colonne à bulles)

A l'échelle industrielle, les cultures sont souvent conduites à forte aération (extrapolation à v_{vm} constant proche de 1). Les vitesses superficielles de gaz qui en découlent sont de l'ordre du $\text{cm}\cdot\text{s}^{-1}$. De plus, mécaniquement, il est parfois difficile d'atteindre des puissances dissipées volumique supérieures à $1000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$. Du point de vue du transfert de matière, le réacteur peut avoir un comportement qui se rapprocherait plus de la colonne à bulles faiblement agitée. Pour cette raison, il a été décidé d'étudier le cas limite, où l'agitation est générée seulement par l'aération (cas de la colonne à bulles). Des essais ont donc été réalisés en absence d'agitation mécanique. Dans ce cas, seule la vitesse superficielle du gaz varie. Sur la figure 4.32, on a représenté la valeur du k_{La} mesuré dans les deux réacteurs et pour les trois milieux étudiés (Eau, CMC 0,5% et XG 0,5%). Dans un premier temps, on remarque que pour l'eau et le CMC 0,5%, il n'y a pas d'effet de la taille du réacteur sur le k_{La} à même vitesse superficielle. Ensuite, contrairement au cas de la cuve agitée, il y a une grande différence entre les valeurs obtenues en CMC 0,5% et le XG 0,5%.

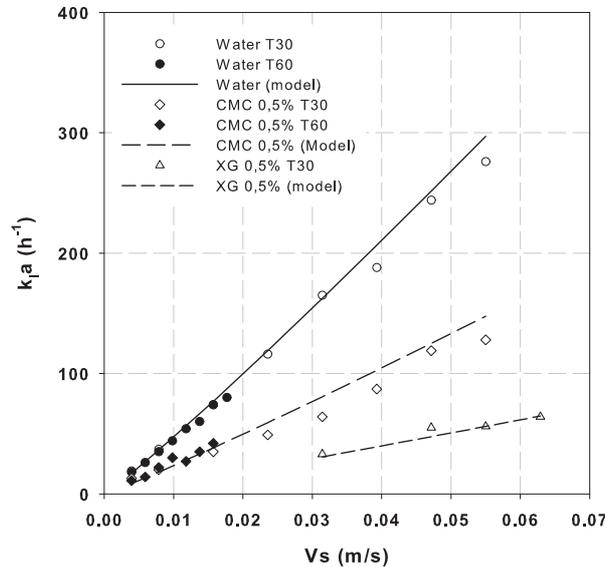


Figure 4.32 – Mesure du transfert de matière en fonction de la vitesse superficielle dans T_{30} et T_{60} pour les différents fluides utilisés. Les traits représentent la prédiction du $k_L a$ par l'équation (4.12).

Comme on l'a montré pour le cas du réacteur agité, pour établir une corrélation pour la prédiction du $k_L a$ en milieux complexes et sous la forme de l'équation (1.42), il faut estimer le taux de cisaillement moyen au sein du réacteur. Dans le premier chapitre, les différentes méthodes (voir tableau 1.5) pour calculer le cisaillement moyen en fonction de la vitesse superficielle et/ou des paramètres rhéologiques des fluides avait été présentées.

Dans notre étude, nous avons testé ces différentes méthodes. La méthode de [Thomasi et al. \(2010\)](#), conduit à des valeurs de taux de cisaillement moyen de l'ordre de 1000 s^{-1} . Ces valeurs semblent aberrantes puisque par la suite on verra que même en configuration « cuve agitée », les valeurs mesurées du taux de cisaillement dans le jet de l'agitateur n'atteignent pas cette gamme de taux de cisaillement. Les autres méthodes ([Schumpe & Deckwer, 1987](#); [Chisti & Mooyoung, 1989](#)) donnent des valeurs plus réalistes de la valeur du taux de cisaillement moyen. Néanmoins, en utilisant ces formulations, il n'a pas été possible de produire une corrélation acceptable pour tous les milieux (erreurs supérieures à 26% en moyenne et supérieures à 50% pour le XG). Aussi, comme des différences importantes de transfert entre le XG et le CMC sont observées, il a été décidé de fixer la valeur du taux de cisaillement à $0,01 \text{ s}^{-1}$ de la même façon que pour la corrélation pour la rétention gazeuse.

Cette façon de procéder permet de minimiser l'erreur lors de la prédiction du transfert de matière sous la forme de l'équation (1.42). Sur la figure 4.33a, on a représenté le diagramme de parité des mesures de $k_L a$ sans agitation et les

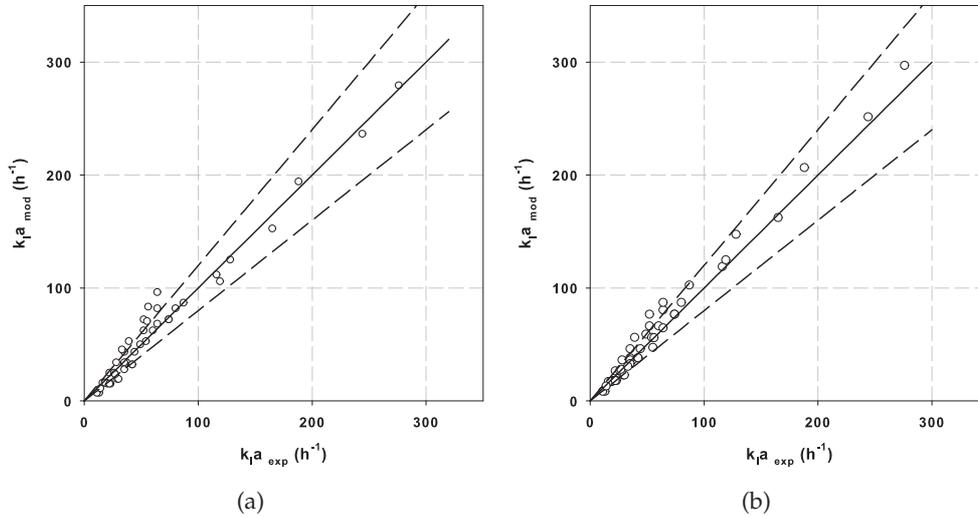


Figure 4.33 – Diagrammes de parité entre les valeurs de $k_l a$ mesurées sans agitation et les valeurs prédites par les équations (a) : équation (1.42) type II et (b) : équation (4.12) type III.

données prédites par la corrélation sous la forme de l'équation (1.42) en utilisant une valeur de taux de cisaillement fixée à $0,01 \text{ s}^{-1}$. Les constantes obtenues sont les suivantes ($k_l a$ en h^{-1}) : $cst = 3032$, $\beta = 1,08$ et $\chi = -0,11$. Cette corrélation permet de prédire les données avec une erreur égale à 20% en moyenne. Par rapport au cas agité, l'effet de la vitesse superficielle est beaucoup plus important ($0,32$ en cuve agitée). En revanche on constate un effet plus faible sur la viscosité apparente ($-0,34$ en cuve agitée). En regardant en détail la prédiction de l'équation (1.42), on s'aperçoit, que la prédiction est la moins bonne pour le XG. Il a donc été décidé d'utiliser une corrélation de la forme de l'équation (4.11) adaptée pour la prédiction sans agitation :

$$k_l a = cst (Vs)^\beta \left(1 + \frac{\mu_a}{\mu_c} \right)^\chi . \quad (4.12)$$

Sur la figure 4.33b, on a représenté la prédiction des données de $k_l a$ sous la forme de l'équation (4.12). Pour cette corrélation, on obtient les constantes suivantes ($k_l a$ en h^{-1}) : $cst = 6824$, $\beta = 1,08$, $\chi = -0,26$, et $\mu_c = 0,125 \text{ Pa}\cdot\text{s}$. Cette corrélation permet de prédire les données expérimentales avec une erreur égale à 14% en moyenne. La grande différence avec l'équation (4.11) de type III est la valeur de la viscosité critique qui est beaucoup plus faible que dans le cas où le réacteur est agité. En effet, en fixant le cisaillement à une valeur de $0,01 \text{ s}^{-1}$, cela conduit à des valeurs beaucoup plus importantes de viscosités apparentes.

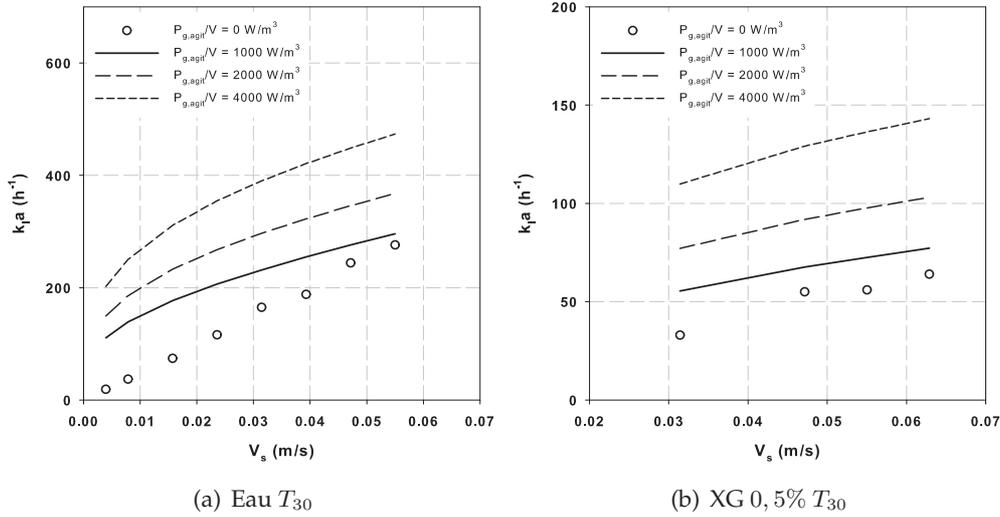


Figure 4.34 – Effet de la puissance dissipée fournie par l'agitation mécanique sur le transfert de matière.

IV.B.D Comparaison entre la colonne à bulles et la cuve agitée

Sur la figure 4.34, on montre l'effet de la puissance dissipée délivrée par l'agitation mécanique sur le transfert de matière pour le cas de l'eau et du XG 0, 5% dans le réacteur T_{30} . Dans les deux cas, pour des vitesses superficielles de gaz supérieures à $0,04 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, on constate un faible gain en transfert de matière lorsque la puissance dissipée fournie par l'agitation est égale à $1000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$. En revanche, lorsque la puissance dissipée fournie par l'agitation est égale à $4000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$, le transfert de matière est multiplié par 2 par rapport au cas où l'agitation mécanique est faible.

IV.C Estimation indépendante de la vitesse de transfert de matière et de l'aire interfaciale

Pour estimer les effets séparés de la vitesse de transfert et de l'aire interfaciale, nous avons besoin de connaître trois grandeurs ($k_L a$, d_{32} et ϵ_G) reliées par la relation suivante :

$$k_L a = k_L \cdot a = k_L \cdot \frac{6 \cdot \epsilon_G}{d_{32} \cdot (1 - \epsilon_G)}. \quad (4.13)$$

Cette relation montre la difficulté liée à la détermination des effets séparés de la vitesse de transfert et de l'aire interfaciale. En effet, peu importe la technique utilisée, les erreurs associées à la détermination de chaque grandeur vont

Tableau 4.7 – Conditions opératoires pour les mesures de transfert de matière locales.

Configurations	Qg ($\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$)	N (rpm)	P_g/V^a ($\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$)	V_s ($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$)
1	0,4	297	551	0,7
2	0,4	489	2457	0,7
3	1	297	489	1,7

a. Calculée à partir de l'équation (4.4).

s'additionner. Il importe alors de minimiser chacune d'elles.

Les résultats qui vont suivre réunissent deux études. Premièrement une étude a été réalisée au LISBP sur la cuve T_{45} avec le dispositif présenté dans le chapitre 2 en partie II.E page 55. Ces travaux ont fait l'objet d'une conférence nationale. Ensuite, en 2012, des essais complémentaires dans les mêmes conditions opératoires ont été réalisés à l'IFPEN de Solaize dans les réacteurs T_{30} et T_{60} . Ces essais sont réalisés avec des outils expérimentaux moins précis que ceux présentés précédemment mais complètent de façon intéressante les résultats. Dans cette partie, nous décrirons principalement les résultats issus de la première étude (symboles à demi remplis sur les figures).

IV.C.A Estimation de la taille des bulles

Selon le dispositif présenté précédemment (voir II.E), la taille des bulles a été mesurée dans la cuve T_{45} dans quatre zones différentes. Pour cette étude, de l'eau, du CMC 0,25% et CMC 0,5% ont été utilisés. Seul le CMC a été retenu comme milieu non-Newtonien car il est assez transparent pour pouvoir observer les bulles avec netteté. Les conditions opératoires sont présentées dans le tableau 4.7.

Chaque bulle est considérée assimilée à un ellipsoïde aplati. Le diamètre de Sauter est ensuite calculé à partir de la surface et du volume estimés pour chaque ellipsoïde selon :

$$d_{32} = \frac{\sum_{i=1}^{n \text{ bulles}} V_i}{\sum_{i=1}^{n \text{ bulles}} S_i}. \quad (4.14)$$

La figure 4.35 présente deux exemples de photographies obtenues dans la zone 3 pour de l'eau et du CMC 0,5% dans les conditions 1. Après traitement des images on obtient une convergence pour le diamètre de Sauter à partir de 300 bulles environ (voir figure 4.36). Pour toutes les zones, la convergence a été vérifiée.

Sur la figure 4.37 on représente l'évolution du diamètre moyen en fonction de la puissance dissipée volumique dans le réacteur. On constate une faible diminution de la taille moyenne des bulles en fonction de la puissance dissipée

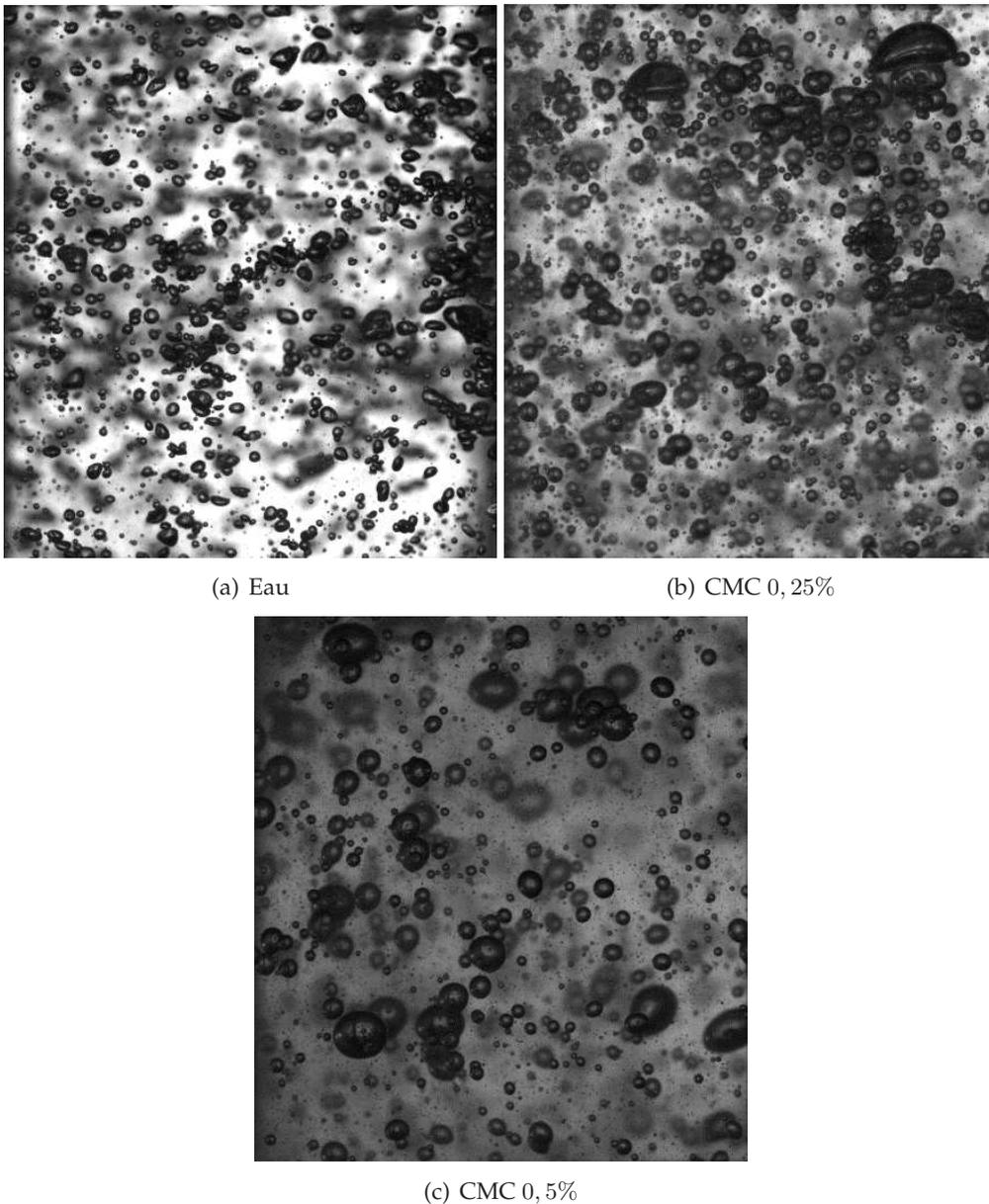


Figure 4.35 – Images de bulles en zone 3, $Q_g = 0,4 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$, $N = 300 \text{ rpm}$.

(habituellement une puissance de $-0,4$ sur P_g/V , d'après le modèle de Hinze-Kolmogorov). Par ailleurs, on observe qu'entre les conditions 1 et 3, à vitesse d'agitation fixée, l'augmentation du débit de gaz a pour effet une augmentation sensible de la taille moyenne des bulles. Ceci est lié d'une part à une légère diminution de la puissance dissipée mais aussi à une augmentation sensible de la coalescence du fait d'un plus grand nombre de bulles. Pour les essais complémentaires, on trouve globalement une taille de bulle moins importante que précédemment. Ceci peut s'expliquer par le fait que les bulles sont mesurées dans

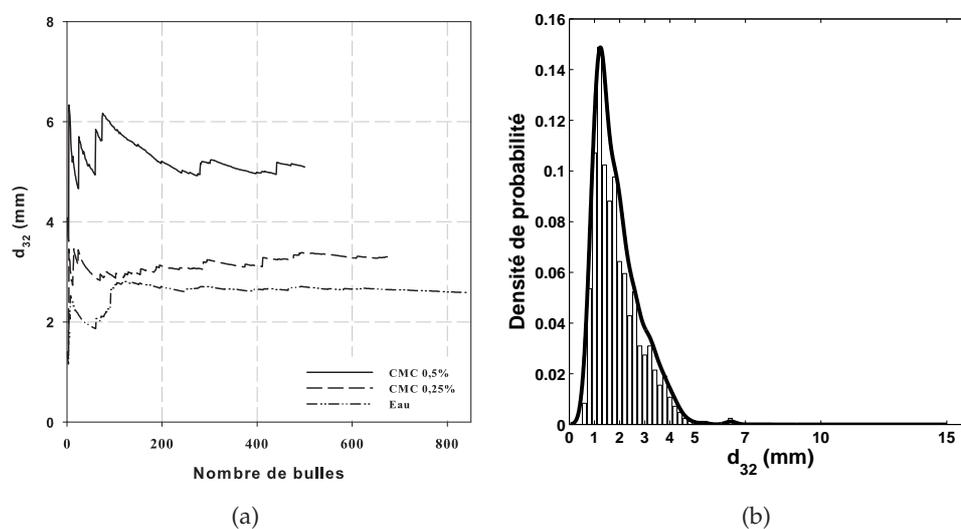


Figure 4.36 – Convergence en diamètre de Sauter et distribution en taille de bulle (Eau, zone 3).

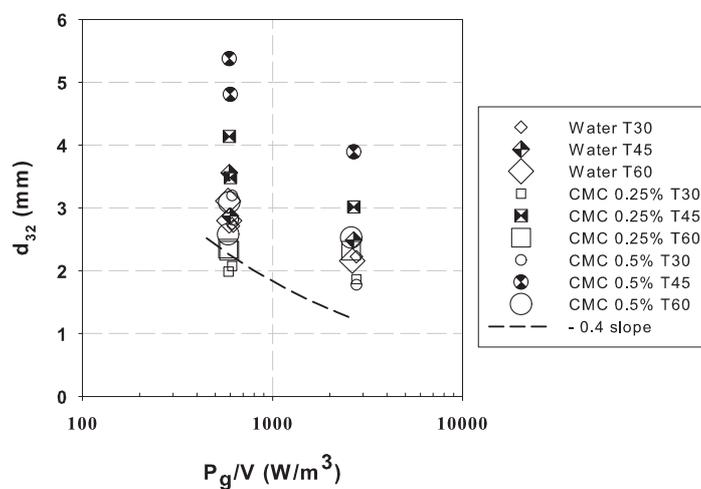


Figure 4.37 – Mesure du diamètre de Sauter moyen pour trois valeurs de puissance dissipée volumique.

moins de zones et à une distance plus proche de la paroi. Néanmoins, les tendances sont respectées. On trouve une diminution faible de la taille des bulles avec la puissance dissipée. On observe aussi une augmentation de la taille des bulles par rapport à la viscosité des fluides. Les bulles sont plus grosses lorsque la viscosité apparente est plus importante.

IV.C.B Estimation du transfert de matière global et de la rétention gazeuse

Pour cette étude, le $k_l a$ est estimé par la corrélation de l'équation (4.11) de type III établie dans ce chapitre. Même si les conditions opératoires sont assez différentes de celles utilisées pour établir la corrélation (pour prédire le $k_l a$), nous avons observé que les mesures expérimentales et les valeurs prédites étaient proches (voir figure 4.38). Ceci confirme la validité de notre corrélation (4.11). Pour estimer la rétention gazeuse, nous avons aussi utilisé la corrélation déterminée précédemment. En effet, dans ces conditions opératoires, la rétention gazeuse est très faible (quelques pour cent) et il est très difficile de la mesurer de façon précise.

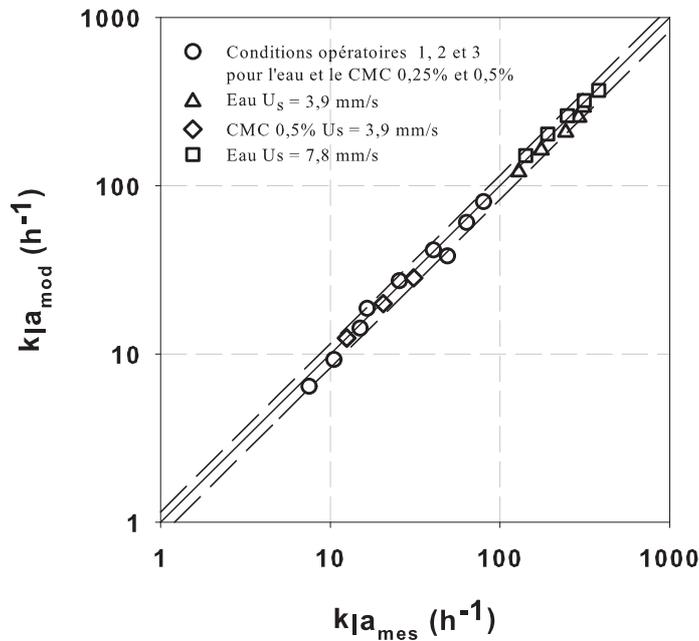


Figure 4.38 – Diagramme de parité entre les valeurs prédites par la corrélation et celles mesurées dans la cuve T_{45} . Les lignes discontinues représentent les erreurs à $\pm 15\%$.

Dans chacune des zones et pour les trois configurations, le diamètre de Sauter a été calculé. Ensuite, le taux de gaz de chaque zone est estimé à partir du taux de gaz global et de la distribution spatiale du taux de gaz mesuré par Bombac *et al.* (1997). Une aire interfaciale par zone est déduite. L'aire interfaciale globale est obtenue par moyenne pondérée par le volume respectif des 4 zones. La figure 4.39 montre qu'il existe un lien fort entre l'aire interfaciale globale et la puissance dissipée volumique. En effet, l'aire interfaciale prend en compte à la fois les effets de la diminution de la taille des bulles mais aussi l'effet de l'augmentation du taux de gaz. Les différences obtenues selon les différentes

campagnes de mesures sont dues principalement aux différences observées précédemment sur la taille des bulles. En revanche la variabilité de l'aire interfaciale par rapport à la puissance dissipée est principalement la conséquence de l'augmentation de la rétention globale prise en compte par la corrélation.

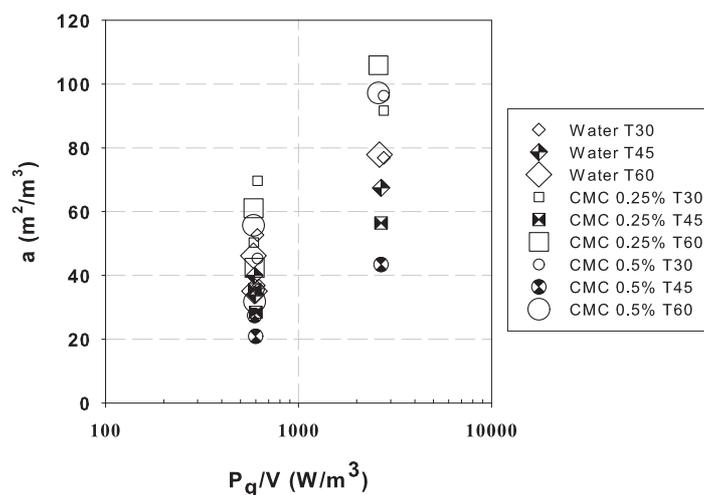


Figure 4.39 – Mesure de l'aire interfaciale en fonction de la puissance dissipée volumique.

IV.C.C Estimation de la vitesse de transfert

A partir de l'aire interfaciale et du $k_l a$ calculés pour chaque condition et pour les trois fluides, on peut désormais calculer la valeur du k_l global. Cette valeur est reportée dans la figure 4.40 et son évolution suivant la puissance dissipée est présentée. Sur cette figure, les données des deux campagnes sont relativement en accords. La vitesse de transfert obtenue est quasiment constante et proche de $4 \cdot 10^{-4} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Ensuite, la vitesse de transfert est divisée par 2 pour le CMC 0,25% et par 4 pour le CMC 0,5% par rapport aux données en eau. Cependant, l'augmentation attendue du k_l avec la puissance dissipée est difficile à observer sur la figure 4.40.

Si on compare ces données avec les valeurs obtenues par les équations (1.26) et (1.28) (voir figure 4.41), on se rend compte que les valeurs prédites par l'équation (1.26) sont supérieures aux données expérimentales. Néanmoins, l'effet de la viscosité semble être assez bien pris en compte. Les valeurs prédites par l'équation (1.28) sont inférieures aux données obtenues en eau et sont proches pour des milieux complexes. Pour autant, les erreurs expérimentales cumulées sur chacun des paramètres (permettant de déterminer le k_l) ne permettent pas de conclure avec certitude quant à la pertinence de l'un ou l'autre des modèles. Cela dit, l'effet de la viscosité sur la vitesse de transfert a clairement été indiqué

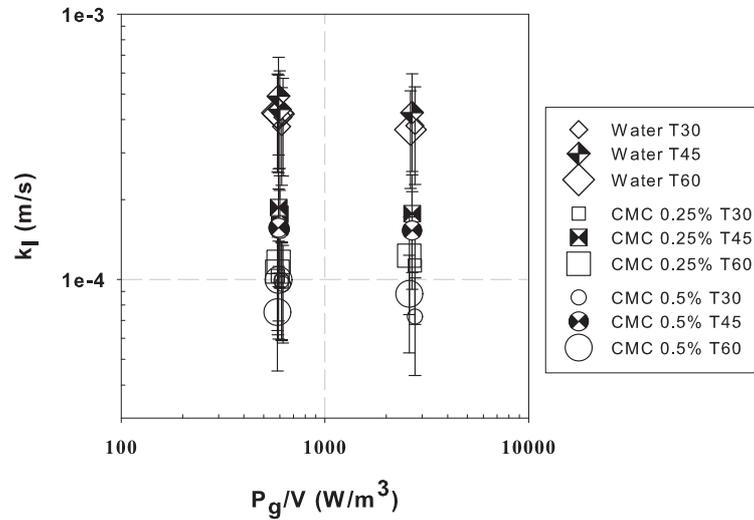


Figure 4.40 – Estimation de la vitesse de transfert en fonction de la puissance dissipée volumique.

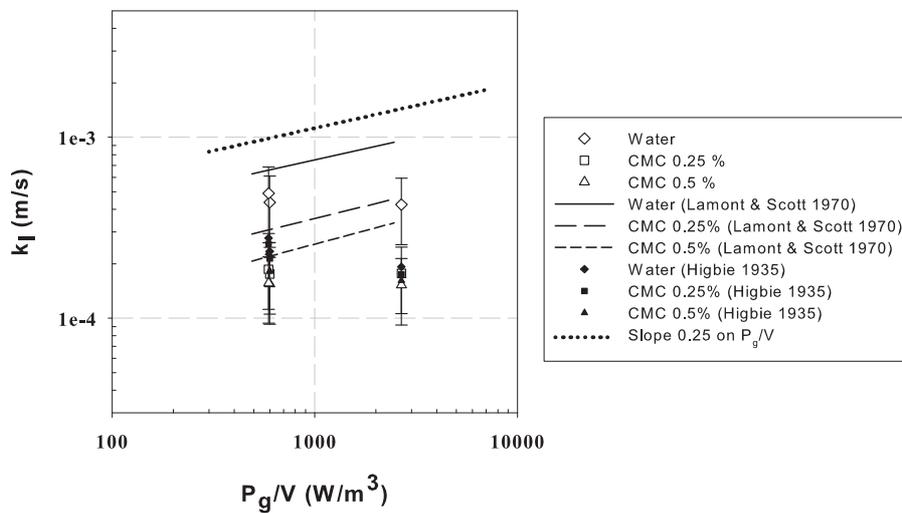


Figure 4.41 – Comparaison des valeurs de k_l mesurées et celles prédites par les équations (1.26) et (1.28).

dans ce travail. Comme le montre la figure 4.42, le k_l est fortement impacté par la viscosité du milieu bien que la puissance dissipée dans le fluide soit importante.

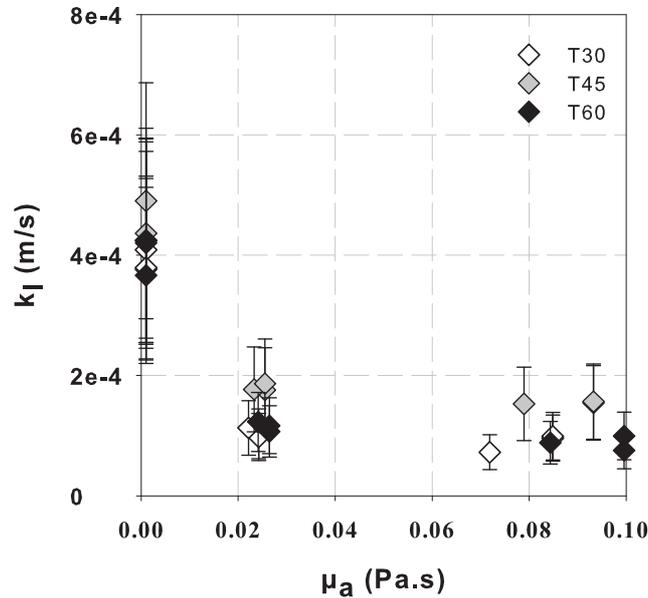


Figure 4.42 – Evolution de la vitesse de transfert en fonction de la viscosité apparente du fluide.

V Transfert de matière en condition de culture

V.A Validation de la mesure de puissance par mesure du transfert en eau

Comme il est difficile d'estimer avec précision la puissance dissipée dans un petit réacteur, dans le fermenteur de 20 L, le nombre de puissance aéré en eau a été mesuré, lors d'une campagne expérimentale dédiée, pour les trois configurations d'agitation. Le $k_l a$ en eau est également mesuré pour ces configurations. Les valeurs de $k_l a$ mesurées sont comparées à la prédiction du $k_l a$ en eau en utilisant une corrélation dans laquelle les mesures de nombres de puissance aérés sont utilisées pour calculer la puissance dissipée volumique P_g/V . Les nombres de puissance des trois configurations ont été déterminés pour une gamme de débit de gaz allant de 0 à 40 L·min⁻¹. Ils sont présentés dans la figure 4.43a. Pour la configuration utilisée pour la croissance, un nombre de puissance égal à 1,5 est obtenu, ce qui est faible. Néanmoins, il faut considérer que la géométrie est non standard (une contre pale) et que les mobiles sont proches les uns des autres (Hudcova *et al.*, 1989). Pour un débit de gaz maximal, la puissance dissipée est réduite de 30% par rapport au cas non aéré. Sur la figure 4.43b, on a comparé les valeurs de $k_l a$ mesurées en eau, et les valeurs prédites par

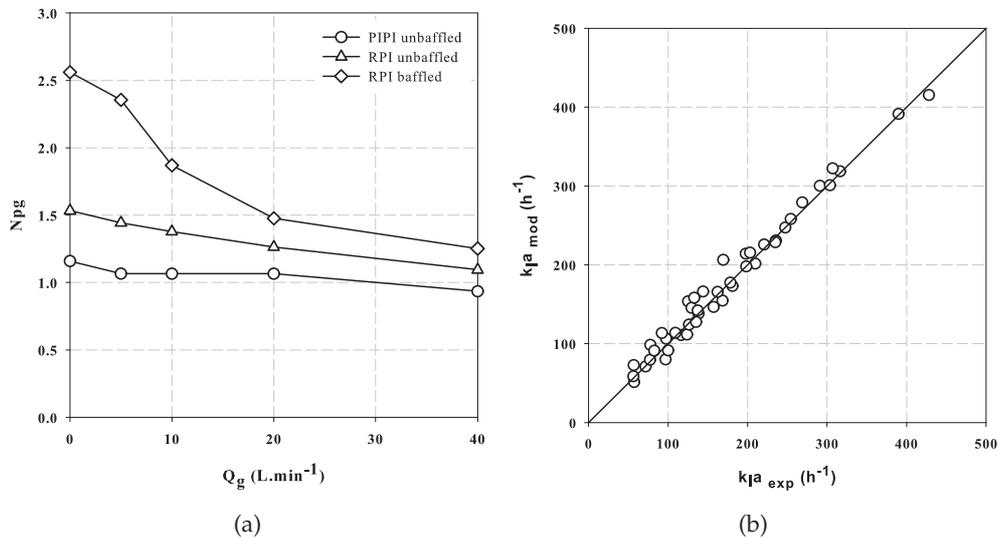


Figure 4.43 – Mesures de nombres de puissance aérés en eau pour les trois configurations testées et diagramme de parité entre les mesures de $k_{l,a}$ en eau et les valeurs prédites par l'équation (4.11).

la corrélation précédente (voir équation (4.11)) pour les trois configurations de mobiles. On trouve un bon accord entre les mesures et les valeurs prédites. Les différences sont de l'ordre de 7% en moyenne. Ce résultat indique que la mesure du couple mécanique est bonne. Comme vu dans la partie I.B page 80, il est acceptable d'utiliser la mesure de N_{p_g} en eau pour prédire la puissance dissipée dans une certaine gamme de viscosité et d'agitation intense. Ainsi, les valeurs de N_{p_g} sont utilisées pour calculer la puissance dissipée en présence de gaz P_g au cours de la croissance du champignon.

V.B Transfert de matière global en cours de culture

Comme le montre la figure 3.1 page 60, les vitesses d'agitation et d'aération sont choisies de manière à atteindre une concentration en oxygène dissous de l'ordre de 40% pendant la première phase de la croissance. Ensuite, après $t = 40$ h, même si l'aération et l'agitation sont à leur niveau maximum, la consommation en oxygène des micro-organismes est si grande que la concentration en oxygène dissous tombe à une valeur très faible vers $t = 50$ h. Sur la figure 4.44, les valeurs de $k_{l,a}$ mesurées par bilan matière au cours de la croissance sont représentées. Le $k_{l,a}$ augmente jusqu'à $t = 40$ h suite à une augmentation des conditions d'agitation et d'aération. Pendant cette période, la concentration en oxygène dissous est maintenue au dessus de 20%. Sur cette même figure, on a ajouté la valeur du $k_{l,a}$ prédit par la corrélation précédente

valable en eau. Avant $t = 25$ h, la valeur prédite par la corrélation et la mesure ne sont pas en accord. Ceci est dû à la présence de glucose ($80 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$). Comme le montre [Jamnongwong et al. \(2010\)](#), la présence de glucose peut entraîner une diminution du k_l de l'ordre de 50% par rapport à de l'eau pure pour des concentrations proches de $100 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. De plus, lorsque la consommation d'oxygène est faible, la méthode de mesure du transfert par bilan gazeux n'est pas très précise ($F^{\text{entrée}}$ et F^{sortie} sont proches). A $t = 40$ h, le débit de gaz maximum est atteint ($20 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$) ainsi que la vitesse maximale d'agitation (1200 rpm). A ce moment, la concentration en biomasse est proche de $12 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. Entre $t = 40$ h et $t = 55$ h, le $k_l a$ diminue de 200 à 150 h^{-1} et la concentration en biomasse passe de 12 à $25 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$. Pendant cette période, le milieu est devenu de plus en plus visqueux et rhéofluidifiant. Cela démontre l'effet négatif de la viscosité sur le transfert de matière. A $t = 55$ h, le $k_l a$ mesuré est 2,5 fois plus faible que celui prédit par la corrélation en eau.

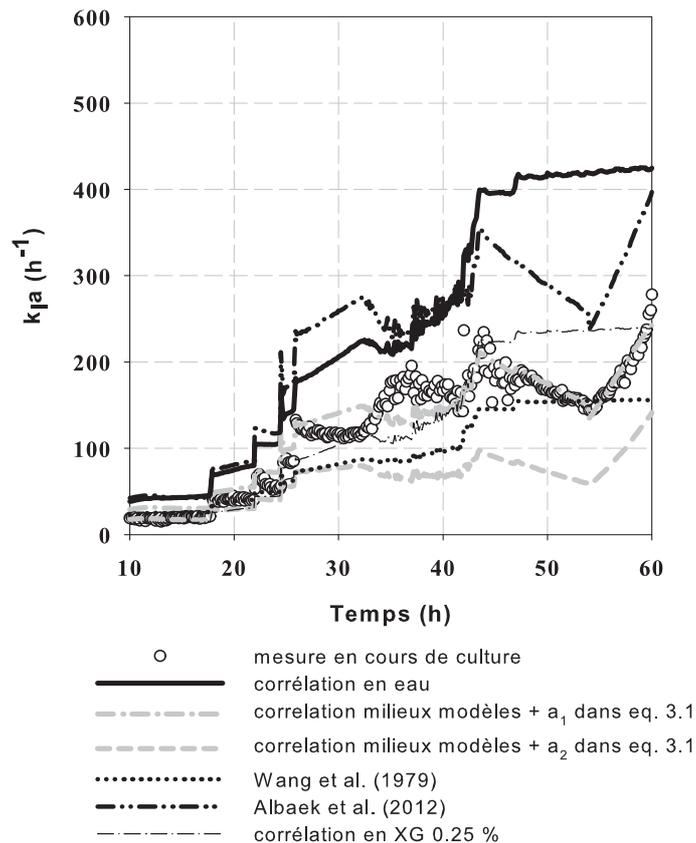


Figure 4.44 – Comparaison entre le $k_l a$ mesuré durant la croissance du champignon et les valeurs prédites par différentes corrélations issues de la littérature ; D'après [Gabelle et al. \(2012\)](#).

Des corrélations établies pour des milieux non-Newtoniens ont aussi été utilisées pour comparaison avec les mesures en ligne de transfert de matière. On remarque qu'en prenant comme constante a_2 dans l'équation (3.1) pour le calcul de la viscosité apparente dans l'équation (4.11), on sous-estime le $k_l a$ de près de 50%. En revanche, si on utilise la constante a_1 dans l'équation (3.1), il y a un bon accord entre la prédiction et la mesure de transfert de matière par bilan. Dans les deux cas, la dynamique de remontée du transfert due à la diminution de la viscosité (passage en phase de production) est bien prise en compte par l'équation (4.11). La corrélation de Wang *et al.* (1979) sous-estime la valeur du $k_l a$ durant la première partie de la croissance mais prédit une valeur proche de la mesure pour les périodes où les viscosités sont importantes. La corrélation de Albaek *et al.* (2012) suit bien les tendances mais surestime fortement les valeurs mesurées. Enfin, les valeurs de transfert en milieux modèles XG 0, 25% et 0, 5% sont rapportées sur la figure 4.44. Les valeurs de $k_l a$ prédites pour ces milieux encadrent les mesures dans le milieu de culture (pour les fortes concentrations en champignons).

VI Conclusion sur le chapitre 4

Dans ce chapitre, on a étudié en premier lieu la puissance dissipée ainsi que l'influence de l'aération sur la puissance dissipée en milieu complexe. Les nombres de puissance monophasique des différentes configurations ont été déterminés. Pour une configuration identique, on retrouve des petites différences de valeur de nombre de puissance suivant la taille du réacteur. Ceci peut être attribué à une conception différente des mobiles par le fabricant. L'influence de l'aération sur le nombre de puissance a été étudiée. On a montré que dans les gammes de puissances pratiquées, il y avait peu d'influence de la rhéologie sur le nombre de puissance et donc sur la puissance dissipée. Ainsi, la base de données de mesures en eau (plus complète) a été utilisée pour déterminer deux types de corrélations permettant de prédire la baisse de puissance due à l'aération en fonction de la taille du réacteur. La première équation permet de prédire de façon générale la perte de puissance pour différentes configurations de mobiles. La seconde équation possède des constantes spécifiques à une configuration selon le mobile de fond de cuve. Elle a été pensée de façon à être plus représentative du changement d'échelle. Les corrélations proposées donnent des prédictions satisfaisantes pour différentes données issues de la littérature pour des configurations bi-étagés. Pour les configurations multi-étagées avec des rapports hauteur sur diamètre de réacteur supérieurs à trois, ces corrélations sous-estimeront certainement la perte de puissance. Plus le nombre d'étages d'agitation augmente, plus la diminution de puissance par mobile s'atténue avec la hauteur.

L'étude sur le temps de mélange en monophasique a confirmé les résultats des quelques études traitant du temps de mélange en milieux complexes. Au dessous d'un nombre de Reynolds critique (autour de 4000), on observe une augmentation radicale du temps de mélange due à la présence de zones mortes dans le réacteur. Lorsque que le nombre de Reynolds est supérieur à cette valeur critique, on retrouve des temps de mélange qui sont inversement proportionnels à la vitesse de rotation du mobile. L'ajout de gaz a pour effet d'augmenter l'efficacité du mélange. En effet, dans les mêmes conditions d'agitation, l'aération a pour effet de supprimer les zones mortes le cas échéant. A notre connaissance, cette étude est la première à quantifier le temps de mélange aéré en milieux à rhéologie complexe. En présence de gaz, le formalisme en $1/N$ n'est pas préconisé puisqu'on a observé que pour les fortes vitesses d'agitation, on avait une augmentation du temps de mélange par rapport au cas monophasique. Ceci peut s'expliquer par une diminution de la puissance dissipée à même vitesse de rotation. Pour prédire le temps de mélange en milieux complexes, on peut donc utiliser des lois établies en eau tout en préférant les formalismes prenant la racine cubique de la puissance dissipée plutôt que la vitesse d'agitation.

Pour un fluide à seuil, la présence de caverne a été étudiée. Pour le même fluide, deux mobiles d'agitation ayant des fonctionnements différents ont été utilisés. Ce travail montre que les modèles de la littérature permettent de prédire de manière convenable nos données expérimentales à la condition d'utiliser un nombre de puissance qui est fonction du nombre de Reynolds. Avec cette façon de procéder, on a montré qu'à même puissance dissipée volumique, le volume de la caverne était le même pour les deux mobiles.

La rétention de gaz dans les deux réacteurs a été déterminée par la mesure de l'élévation du niveau. Cette méthode donne des résultats fiables lorsque les taux de gaz sont importants. Il a été montré que la configuration de mobile et la taille du réacteur n'avaient pas d'effet sur la rétention gazeuse lorsque la puissance dissipée volumique et la vitesse superficielle du gaz étaient identiques. En revanche, le caractère rhéofluidifiant du fluide a un effet négatif sur le taux de gaz. De même, à même rhéologie, la présence de fibres dans le milieu diminue encore plus la rétention gazeuse. Les données expérimentales peuvent être corrélées à la puissance dissipée volumique et à la vitesse superficielle du gaz en prenant une constante par milieu. En fixant une valeur de taux de cisaillement comprise entre 0.001 et 1 s^{-1} , on peut calculer une viscosité apparente qui permet de corréler l'influence de la rhéologie sur la rétention de gaz.

En utilisant un modèle hydrodynamique adapté, on peut utiliser les données de sondes rapides pour estimer le coefficient de transfert de matière $k_L a$ en milieux complexes. De même que pour la rétention de gaz, le type de mobile n'a pas d'influence sur le transfert de matière global à même puissance dissipée et vitesse superficielle. En revanche, pour des vitesses superficielles de gaz inférieures à $8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, on observe une baisse significative de performance

lorsqu'on augmente la taille du réacteur. Cet effet s'atténue lorsque les vitesses superficielles sont importantes (supérieures à $8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$). Bien que les viscosités apparentes soient très différentes pour le XG et le CMC pour des taux de cisaillements inférieurs à 30 s^{-1} ou supérieurs à 300 s^{-1} , on retrouve des valeurs similaires de $k_l a$. La présence de fibres a un effet positif sur le transfert de matière à même rhéologie. L'étude du cas limite sans agitation (colonne à bulles) a permis de montrer des effets très différents par rapport au cas avec agitation. En effet, sans agitation, le $k_l a$ mesuré en XG est très inférieur à celui mesuré en CMC à même vitesse superficielle, ce qui n'est pas le cas lorsque l'agitation est intense. Ceci indique que le taux de cisaillement caractéristique du transfert se situe dans une gamme inférieure à 30 s^{-1} .

L'effet séparé de la vitesse de transfert et de l'aire interfaciale dans des fluides à rhéologie complexe a été déterminé en mesurant la taille des bulles à différents endroits à l'intérieur de la cuve. Cette étude montre que malgré la validation de chacune des mesures, il reste des incertitudes fortes sur la détermination de la vitesse de transfert. La disparité des modèles issus de la littérature en est une manifestation. Néanmoins, on a montré que la diminution du transfert en milieux visqueux était due à la fois à une diminution de la vitesse de transfert k_l mais aussi de l'aire interfaciale. De plus, on a montré qu'il n'y avait pas d'effet d'échelle sur la valeur du k_l puisque des mesures dans deux autres tailles de réacteur présentaient les mêmes tendances.

Le transfert de matière a aussi été mesuré en condition de culture de champignons filamenteux par une méthode de bilan. Il a été montré que l'augmentation de la viscosité du milieu avait pour effet une diminution des performances de transfert de matière. Des corrélations établies dans des milieux modèles peuvent permettre de prédire le transfert de matière de manière acceptable. Cette diminution du transfert de matière peut entraîner des limitations pour les micro-organismes et donc des possibles dérives métaboliques. Sans atteindre ce cas extrême entraînant la perte de la culture, lorsque le transfert d'oxygène est faible, la réaction biologique est ralentie, ce qui augmente le temps d'utilisation du réacteur. On se rend compte dans cette étude que la performance du réacteur est intimement liée aux conditions opératoires (vitesse d'agitation et débit de gaz). La caractérisation de la puissance dissipée est primordiale pour analyser les résultats avec des corrélations établies dans d'autres conditions expérimentales.

Bien que les corrélations établies en milieux complexes permettent de prédire de façon raisonnable le transfert de matière en condition de culture, des réserves doivent être prises quant à la validité de ces corrélations pour la prédiction du transfert à plus grande échelle. On a vu dans ce chapitre que pour les échelles étudiées, il n'avait pas été possible de faire le choix d'un modèle de calcul pour le taux de cisaillement représentatif de la viscosité apparente du fluide. Néanmoins, on a vu qu'à même puissance dissipée on avait le même $k_l a$. Ce résultat contredit la corrélation de Metzner & Otto (1957) qui prédit des

taux de cisaillements moyens proportionnels à N . Un doute existe encore sur le choix d'un taux de cisaillement donné par une équation validée en laminaire ou un cisaillement plutôt turbulent. Des mesures à des tailles beaucoup plus importantes pourraient permettre de répondre mieux à cette question. Avant de démarrer ce genre d'études coûteuses, il est essentiel d'approfondir ce sujet et de quantifier le taux de cisaillement dans des fluides ayant une rhéologie proche d'un milieu de culture biologique. La connaissance de l'écoulement à l'intérieur de la cuve peut aussi permettre de mieux appréhender les phénomènes de stress mécanique subits par les micro-organismes. Une des façons de déterminer le taux de cisaillement dans une cuve agitée est de mesurer finement le champ de vitesses instantanées. A partir de ce champ, on peut alors déterminer quel est le poids de la turbulence et du mouvement moyen sur le taux de cisaillement. Il est également possible de connaître quel est le taux de cisaillement vu par les micro-organismes et donc de quantifier la valeur de la viscosité apparente du milieu. La méthode la plus adaptée pour effectuer de telles mesures est le suivi de particules par imagerie laser. Cette méthode sera utilisée dans le chapitre 5 pour tenter de mieux comprendre l'effet du taux de cisaillement sur la rhéologie.

Analyse de l'hydrodynamique locale en milieux complexes

Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser à la détermination locale en mono phasique du taux de cisaillement dans une cuve agitée en présence de milieux complexes non Newtoniens. La principale difficulté de ce type d'étude est la résolution spatiale permettant de mesurer entièrement les plus petites fluctuations de vitesse. L'utilisation de fluides ayant une viscosité importante diminue les exigences en termes de résolution (car l'échelle de Kolmogorov évolue en $\nu^{3/4}$). L'originalité de ce travail réside dans le fait que plusieurs fenêtres d'interrogation sont choisies de manière à représenter à la fois la zone de forts cisaillements proches du mobile, mais aussi les zones les plus éloignées du mobile. Plusieurs vitesses d'agitation sont également étudiées pour comprendre l'évolution du taux de cisaillement avec la puissance dissipée volumique. Afin d'étudier l'influence du mobile d'agitation sur le taux de cisaillement, d'autres mobiles dit « peu cisailants » ont aussi été étudiés. Pour pouvoir les comparer efficacement, les vitesses d'agitation sont choisies de manière à délivrer la même puissance dissipée volumique quelque soit les mobiles.

Pour analyser les contributions des différentes composantes du mouvement, la méthode POD est employée. Cette méthode permet de décomposer le champ de vitesse sans pour autant réaliser des mesures conditionnées par la position relative du mobile et des contres pales.

La base de données produite durant cette étude est significative. Toutes les données n'ont pas pu être traitées pour ce manuscrit. Dans ce chapitre, une attention particulière a été apportée à la validation de la mesure. Ensuite, un exemple de traitement des données est présenté. Il permet de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu. Ces résultats sont enfin étendus à d'autres configurations et milieux pour dégager des perspectives de traitement.

I Hydrodynamique locale en cuves agitées

Les premières études publiées concernant le macro mélange et les vitesses moyennes dans une cuve agitée font appel à des méthodes de type sonde anémométrique à fil chaud (Hot-wire Anemometry) (Cooper & Wolf, 1968; Günkel

& Weber, 1975) ou vélocimétrie laser à effet Doppler (Laser Doppler Anemometry, LDA) (Desouza & Pike, 1972; Van Der Molen & Van Maanen, 1978; Yianneskis *et al.*, 1987; Wu & Patterson, 1989; Stoots & Calabrese, 1995; Hockey & Nouri, 1996; Chandrasekaran *et al.*, 1997). En utilisant la LDA, Kresta & Wood (1993) ont testé les hypothèses concernant l'estimation de la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique. Des réserves sont apportées concernant la fiabilité de ce type de mesures. En effet elles souffrent d'une mauvaise résolution spatiale.

La vélocimétrie par Image de Particules (Particle Image Velocimetry), PIV, est devenue depuis les années 90, un outil intéressant permettant de mesurer dans un plan deux composantes de la vitesse. Cette méthode présente l'avantage d'acquérir les vitesses instantanément en tout point du plan. Les données qui sont obtenues avec cette technique permettent d'obtenir des informations à la fois sur les grandes structures de l'écoulement (Bakker *et al.*, 1996; Sheng *et al.*, 2000) en moyennant les vitesses mais aussi sur les plus petites échelles avec des informations sur les vitesses turbulentes.

Dans le but de choisir le mobile le plus adapté un réacteur de cultures de cellules animales, Collignon *et al.* (2008, 2010) ont mesuré les champs de vitesse obtenus dans un réacteur de 20 L pour 7 mobiles différents. Les mobiles sont comparés à leur vitesse minimale pour maintenir une suspension homogène de particules. Dans cette étude, Collignon *et al.* (2010) sélectionnent 2 des 7 mobiles qui génèrent les contraintes minimales (à la vitesse minimale de suspension). Ce résultat a aussi été validé pour des vitesses plus importantes.

La plupart des études de vélocimétrie par image de particules en cuve agitée se focalisent sur la détermination de la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique turbulente. Pour accéder à cette grandeur, les gradients de vitesses instantanées dans les trois directions de l'espace doivent être mesurées avec une résolution spatiale proche de l'échelle de Kolmogorov, $\eta = (\nu^3/\epsilon)^{1/4}$. Ainsi, pour les milieux faiblement visqueux comme l'eau, il n'est parfois possible de mesurer qu'une partie de la dissipation. Par exemple, avec une haute résolution (4 à 8 fois l'échelle de Kolmogorov), Sharp & Adrian (2001) ont mesuré seulement 70% de la dissipation. Ils proposent d'utiliser une correction de sous maille (modèle de Smagorinski) pour résoudre les échelles non résolues. Ce modèle a également été utilisé par Sheng *et al.* (2000) pour gérer les problèmes liés à la résolution spatiale.

Dans la zone proche du mobile, Escudié & Liné (2003) ont montré que dans une cuve de 70 L agitée par une turbine de Rushton à 150 rpm, l'énergie cinétique du mouvement moyen était transférée au mouvement organisé et au mouvement turbulent. Ensuite, une grande partie de l'énergie du mouvement organisé est transférée vers le mouvement turbulent. Cet échange intervient principalement dans les zones de vortex trainants. Dans cette étude, où 19 plans de mesure ont été réalisés, la dissipation est estimée par bilan d'énergie cinétique turbulente. Ce travail a montré qu'avec la résolution utilisée, seul 15% de la dissipation totale était effectivement mesurée. L'analyse des écoulements a égale-

ment permis de déterminer les différentes échelles de l'écoulement (échelle de Kolmogorov (η), micro échelle de Taylor (λ) et macro échelle (Λ)).

Une comparaison entre un mobile à pompage ascendant et un mobile à pompage descendant a été faite par [Gabriele *et al.* \(2009\)](#). Dans cette étude, à cause de la résolution spatiale, la dissipation dans la zone de mesure est également sous estimée. Deux méthodes de post traitement des données ont été utilisées (analyse dimensionnelle et modèle de Smagorinski) pour estimer la contribution liées aux échelles non résolues. Malheureusement, elles surestiment la dissipation. [Gabriele *et al.* \(2009\)](#) proposent alors une modification de la constante du modèle de Smagorinski pour améliorer les prédictions.

Dans les travaux de [Aubin *et al.* \(2004\)](#), des mesures PIV sont réalisées dans un réacteur aéré agité par une turbine à pales inclinées opérant en mode de pompage ascendant ou descendant. Ils ont montré que pour les deux mobiles, la présence de gaz avait un effet limité sur les champs de vitesses et l'énergie cinétique turbulente dans la zone du mobile. En revanche, dans les zones éloignées du mobile, l'aération provoque une diminution de l'énergie cinétique turbulente par rapport au cas monophasique.

[Huchet *et al.* \(2009\)](#) ont utilisé la PIV en 2D dans trois plans pour mesurer les gradients de vitesses fluctuantes en trois points dans le jet de l'agitateur (turbine de Rushton à 50 rpm). La haute résolution de la caméra associée à une fenêtre d'interrogation restreinte a permis de capter la totalité des échelles turbulentes. Ainsi, la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique a été mesurée sans qu'aucune hypothèse n'ait été formulée. L'hypothèse de turbulence isotrope a ainsi pu être vérifiée dans la zone du jet. Elle permet de calculer la dissipation à partir de la mesure d'un seul plan. [Huchet *et al.* \(2009\)](#) ont aussi montré que la dissipation présentait une partie périodique avec des fortes valeurs situées dans les vortex trainants.

Récemment, [Delafosse *et al.* \(2011\)](#) ont étudié la validité des hypothèses d'isotropie de la turbulence proposées dans la littérature pour la détermination de la dissipation. Dans leurs travaux, les coefficients d'isotropie sont obtenus en mesurant les gradients de vitesses sur un plan vertical et horizontal. Dans cette étude, il est montré que pour un mobile à dispersion axiale, la turbulence n'est pas isotrope. Ils proposent alors une version modifiée de l'hypothèse d'isotropie où tous les produits croisés non mesurés sont considérés comme étant égaux à celui mesuré. Cette méthode ne semble donner de bons résultats que dans la zone du mobile.

La mécanique des fluides numérique a aussi été utilisée pour prédire les champs de vitesse et la dissipation dans les cuves agitées. [Ng & Yianneskis \(2000\)](#) ont utilisé un modèle RANS (Reynolds-average Navier Stokes) avec le modèle standard $k - \epsilon$ pour prédire la dissipation à différents endroits dans la cuve. Même si les tendances sont respectées, ils n'ont été capable de prédire seulement 50% de la dissipation totale par rapport à celle estimée par la puissance dissipée globale. Malgré ces incertitudes, cette étude apporte des in-

formations intéressantes concernant la localisation de la dissipation. En effet, il est montré que 50% de la dissipation totale avait lieu dans une zone proche de la paroi et 30% dans la zone du mobile. [Delafosse *et al.* \(2008\)](#) ont utilisé les données expérimentales de [Escudié & Liné \(2003\)](#) pour valider les simulations en régime turbulent dans un réacteur de 70 L. Ils ont montré que les modèles RANS and LES (Large Eddy Simulation) étaient capables de prédire les vitesses moyennes et l'énergie cinétique. Cependant, seul le modèle LES permet de décrire fidèlement les grandeurs turbulentes.

Quelques études portent sur l'étude des milieux non-Newtoniens. [Arratia *et al.* \(2006\)](#) ont étudié le Carbopol 940 pour des nombres de Reynolds compris entre 10 et 100 dans un réacteur équipé de 3 turbines de Rushton. Dans cette étude, la présence de cavernes est également étudiée de façon expérimentale et numérique. Pour un mobile axial, [Couerbe *et al.* \(2008\)](#) ont étudié le mélange d'un fluide thixotrope rhéofluidifiant (réacteur de 5 L). Ils comparent les mesures issues de la PIV avec des données de simulation numérique. A part pour la vitesse la plus basse (60 rpm pour un mobile axial Mixel), un bon accord est trouvé entre les mesures et les simulations.

Récemment, les travaux de [Veneker *et al.* \(2010\)](#) en LDA sont venus compléter des études précédentes ([Nouri & Whitelaw, 1990](#); [Dyster *et al.*, 1993](#); [Koutsakos & Nienow, 1990](#)) concernant les profils de vitesses moyennes et fluctuantes des trois composantes de l'écoulement. Des modèles permettant de représenter les différents profils de vitesses sont donnés. Ils fournissent une base de données pour valider des simulations issues de codes de mécanique des fluides.

L'analyse de la littérature montre que la plupart des études concernant la caractérisation locale de l'écoulement dans une cuve agitée portent sur des milieux Newtonien faiblement visqueux (eau). Dans ces études, il est souvent question de déterminer la dissipation dans la zone du mobile. La valeur de cette grandeur est alors difficile à obtenir car elle nécessite une résolution spatiale de l'ordre de l'échelle de Kolmogorov. Des données sont également disponibles pour des milieux à rhéologie complexe. Néanmoins ces travaux sont effectués dans des régimes laminaires ou avec des mesures en plusieurs points (LDA).

Pour comprendre et quantifier l'influence du milieu sur l'écoulement global et le taux de cisaillement, il est nécessaire de réaliser des mesures de PIV dans des milieux complexes et pour différentes conditions opératoires. Cette étude a pour but de comprendre l'effet de la turbulence sur la viscosité apparente, le taux de cisaillement et la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique turbulente. Aussi l'analyse des échelles de la turbulence permettra de donner des informations supplémentaires pour comprendre l'effet de l'agitation mécanique sur les micro-organismes.

II Principe de la vélocimétrie par image de particules

La vélocimétrie par image de particules, en anglais « Particle Image Velocimetry » (PIV), est une méthode qui permet de mesurer la vitesse d'un écoulement dans une zone éclairée par une nappe laser (voir figure 5.1). Des particules sont introduites dans le milieu d'étude et leur mouvement est utilisé pour calculer les vitesses locales du fluide. Elles sont choisies de manière à avoir une densité proche du milieu d'étude et réémettre la lumière du laser. Le mouvement des particules est enregistré en utilisant une méthode photographique (caméra CCD). En connaissant le temps entre deux prises d'images, on peut calculer la vitesse instantanée de l'écoulement. La prise d'image se fait sur une durée d'exposition très courte et de façon synchronisée avec le laser. Les images sont divisées en sous fenêtrés d'interrogation (généralement 32×32 ou 16×16 pixels²). Un vecteur vitesse est déduit dans chaque fenêtré d'interrogation avec une technique appelée « corrélation croisée ». Cette technique permet de trouver le déplacement le plus probable des particules entre deux images successives. On peut ainsi reconstruire un champ de vitesses instantanées dans toute la fenêtré de mesure. Des méthodes de post-traitement peuvent ensuite être utilisées pour éliminer les vecteurs erronés ou douteux.



Figure 5.1 – Principe de la PIV

Pour pouvoir suivre fidèlement l'écoulement, les particules d'ensemencement doivent être très petite et ne pas sédimenter. Pour vérifier ce dernier critère, on peut calculer le temps de relaxation en écoulement de Stokes (temps pour lequel les particules atteignent leur vitesse terminale de chute) et le comparer au temps d'acquisition des paires d'images. On peut souvent négliger le temps de relaxation ([Grant, 1997](#)).

La fonction de corrélation croisée associée à chaque image a une fonction d'intensité de niveau de gris de chaque pixel (f et g) et u et v les coordonnées du vecteur déplacement. Lorsque f et g sont identiques, la fonction de corrélation

$(f \times g)$ tend vers 1. Un algorithme de corrélation permet de trouver le couple (u, v) tel que la fonction de corrélation soit maximale (voir figure 5.2).

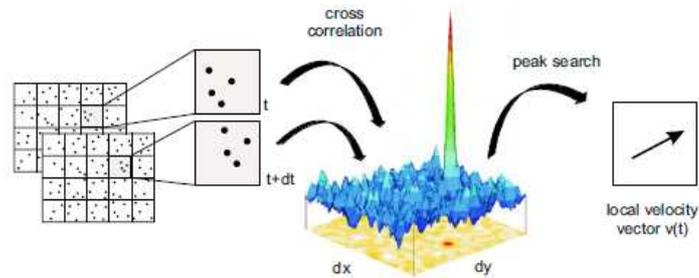


Figure 5.2 – Evaluation du déplacement par la corrélation croisée (source DaVis 7.2®)

L'unité de longueur de la caméra est le pixel. La transformation en mètres se fait grâce à une mire graduée de résolution que l'on place dans la fenêtre de mesure. Pour éviter les problèmes de distorsion optique, on utilise une mire 2D comprenant 225 points ayant chacun un diamètre de 1 mm et espacés les uns des autres de 0,5 mm (voir figure 5.3). Pour effectuer la calibration du système, on prend une image de cette mire. On entre les caractéristiques de la mire dans le logiciel et il détecte automatiquement les points sur la mire. Une fois la calibration faite, le logiciel estime la déviation moyenne (en pixels) par rapport à la mire. Si cette déviation est inférieure à 1, la calibration est bonne. Une valeur en dessous de 0,3 est considérée comme excellente.

Lorsque les gradients de vitesse sont importants (dans le jet du mobile), on peut être amené à utiliser un taux de recouvrement entre les mailles. Cela permet de décaler les fenêtres de corrélation d'un déplacement approximativement égal au déplacement des particules. Un taux de recouvrement de 50% assure une bonne corrélation entre les images. De plus, la méthode de passage multiple (avec réduction de fenêtre) est aussi utilisée. Avec cette méthode, l'algorithme de résolution démarre avec une large fenêtre d'interrogation et utilise la vitesse obtenue comme initialisation lors du deuxième passage utilisant une fenêtre d'interrogation plus petite. Cette technique permet d'obtenir une meilleure résolution spatiale avec moins de vecteurs erronés (Scarano & Riethmuller, 1999, 2000). Pour étudier l'influence de la résolution spatiale dans la zone du mobile, deux résolutions ($\Delta x = 0,7$ et 1 mm) ont été testées. Le temps entre deux prises de paire d'image Δt , a été choisi en fonction du milieu d'étude et de la vitesse d'agitation.

Il existe un grand nombre de technique de post-traitement. Néanmoins, si les images captées sont de bonne qualité, un minimum de post-traitement est nécessaire. Ceux utilisés dans ce travail sont les plus classiques. Le premier qui est utilisé est un filtre supprimant les vecteurs vitesse hors de la gamme d'étude. On compare aussi les deux pics de corrélation les plus importants. Si leur rapport est inférieur à 1,3, cela signifie que deux déplacements probables différents

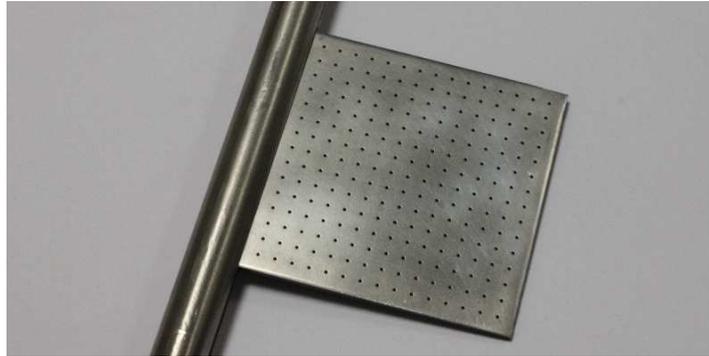


Figure 5.3 – Mire de résolution

ont été trouvés, et donc le vecteur est éliminé. Les vecteurs manquants sont remplacés à partir d’une interpolation des valeurs entourant ces différents points. Cette opération n’est appliquée que lorsque le nombre de vecteurs manquants est faible. Un lissage de base 3×3 est aussi appliqué. Il calcule la moyenne des vecteurs voisins non nuls pour remplacer les vecteurs manquant.

Lors du traitement des données, un masque doit être créé pour cacher les parties fixes et mobiles du réacteur. Dans notre cas, on construit un masque pour cacher le mobile et la contre pale qui apparaît dans la fenêtre d’étude. Une fois les vitesses instantanées calculées à partir du logiciel DaVis 7.2®, on exporte toutes les images en format texte. Elles sont ensuite traitées par le logiciel Matlab 7.2® à l’aide d’un code de calcul créé pour l’occasion.

III Validation de la mesure

Pour valider la mesure, des essais en eau ont été conduits avec la turbine de Rushton et pour une vitesse d’agitation de 150 rpm ($Re = 56000$). Dans la littérature, il existe un grand nombre de données en eau auxquelles on pourra se comparer. Comme le montre la figure 2.7 du chapitre 2, les fenêtres d’acquisition se situent dans un plan (x,z) avec $x = 0$ et $z = 0$ au centre et au bout de la pale de l’agitateur. Pour une comparaison plus aisée avec les données de la littérature, des axes normalisés vont être utilisés. On note z^* la coordonnée axiale (verticale) égale à $2z/w$ avec w égale à la hauteur de la pale. Suivant l’axe x (horizontal), les données seront représentées selon r/R avec r la distance par rapport au centre de la cuve et R le rayon du mobile. Ainsi, r/R vaudra 1 au bout de la pale. Dans le repère (x,y,z) , les vitesses sont notées U_1, U_2 et U_3 ou U, V et W .

La vitesse instantanée se décompose de la manière suivante :

$$U_i = \bar{U}_i + u_{i,fluc}, \quad (5.1)$$

avec une partie moyenne \overline{U}_i et une partie fluctuante $u_{i,fluc}$. La partie fluctuante peut se décomposer entre une organisée \tilde{u}_i (dû au passage périodique des pales) et une composante turbulente u'_i :

$$u_{i,fluc} = \tilde{u}_i + u'_i. \quad (5.2)$$

Par définition, la moyenne des vitesses fluctuantes est nulle. Ainsi, pour étudier ces grandeurs, les moyennes des vitesses fluctuantes au carré vont être calculées. On utilisera les notations suivantes, qui auront la dimension d'une vitesse :

$$u_{rms} = \sqrt{\overline{u_{fluc}^2}} = \left(\sum_{i=1}^n u_{i,fluc}^2 \right) / n, \quad (5.3)$$

$$w_{rms} = \sqrt{\overline{w_{fluc}^2}} = \left(\sum_{i=1}^n w_{i,fluc}^2 \right) / n, \quad (5.4)$$

$$uw_{rms} = \sqrt{\overline{u_{fluc}w_{fluc}}} = \left(\sum_{i=1}^n u_{i,fluc} \cdot w_{i,fluc} \right) / n, \quad (5.5)$$

avec n le nombre de paires d'images.

III.A Analyse de sensibilité

III.A.A Convergence statistique globale

La convergence statistique sur le nombre de paire d'images a été vérifiée sur les vitesses moyennes, fluctuantes et sur les gradients de vitesses. Sur la figure 5.4, les valeurs de moyennées sur la fenêtre de mesure sont représentées en fonction du nombre de paire d'images. La valeur de la vitesse moyenne converge rapidement, après 200 paires d'images, tandis que les valeurs moyennes des vitesses fluctuantes et des gradients de vitesses convergent après 500 images.

III.A.B Convergence statistique sur un profil de vitesse

La convergence de la vitesse moyenne est aussi étudiée en comparant le profil de vitesse calculé en $r/R = 1.07$ et pour $N = 150$ rpm à partir de 100, 300, 500 et 700 paires d'image. Avec plus de 100 paires d'images, il n'y a pas d'influence du nombre d'image sur le profil de vitesse moyen (voir figure 5.5). La convergence statistique a aussi été vérifiée sur les vitesses fluctuantes (rms, « root mean square ») qui sont plus difficiles à déterminer. Les vitesses obtenues avec entre 500 et 700 paires d'images varient de moins de 2.5%. Ainsi, 500 paires d'images sont suffisantes pour obtenir une valeur acceptable à la fois pour les vitesses moyennes que pour les vitesses fluctuantes.

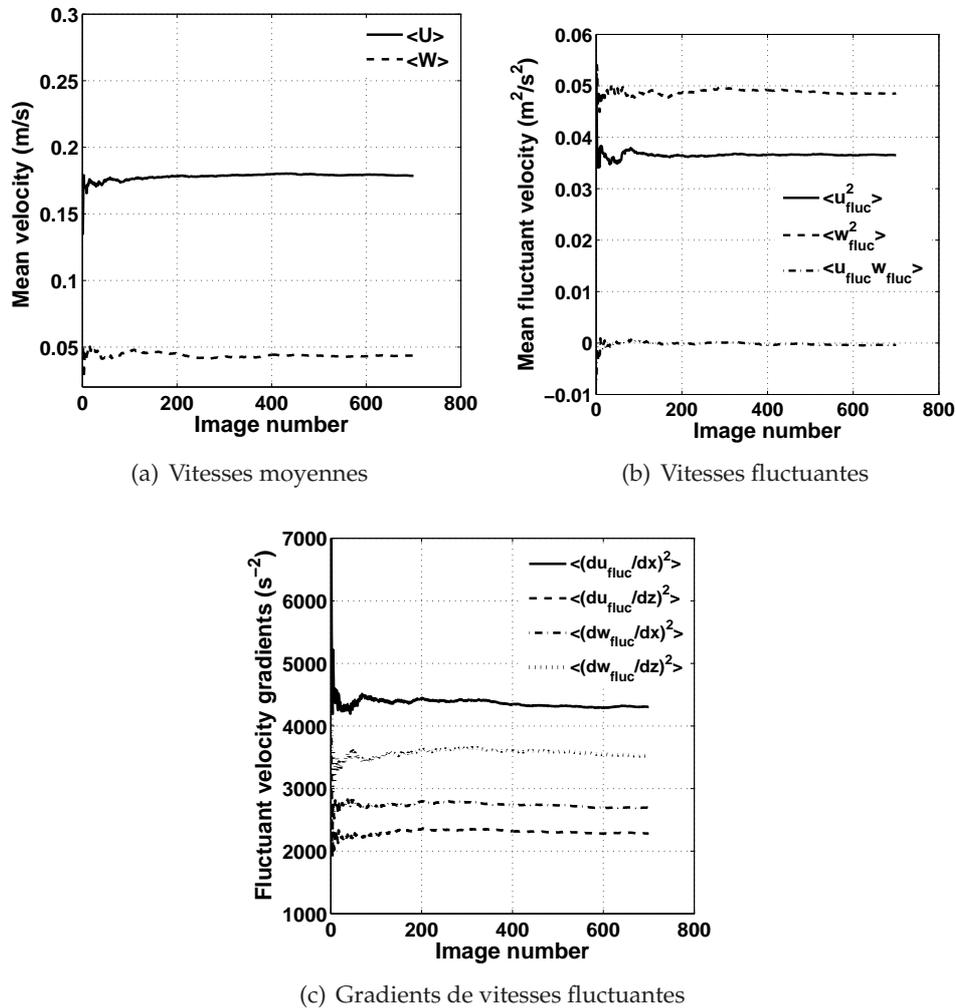


Figure 5.4 – Convergence statistique suivant la grandeur calculée.

III.A.C Reproductibilité

La reproductibilité des mesures a été vérifiée sur des essais indépendants. La précision sur la vitesse d'agitation est de l'ordre de ± 1 rpm. Sur la figure 5.6, les profils verticaux de vitesses radiale et axiale moyennées sont tracés pour une position de $r/R = 1.07$ et $N = 150$ rpm. Les vitesses moyennes mesurées sont sensiblement identiques pour les trois essais. La reproductibilité des vitesses fluctuantes rms a aussi été vérifiée sur la figure 5.7, pour le même profil vertical. On observe des différences de l'ordre de 10% pour les valeurs maximales de la vitesse fluctuante. Cependant, si on regarde la somme des composantes diagonales du tenseur des contraintes (voir figure 5.8), on remarque que les trois expériences donnent des résultats similaires. Ce résultat montre que même si il existe quelques différences sur les profils, l'énergie mesurée est très proche

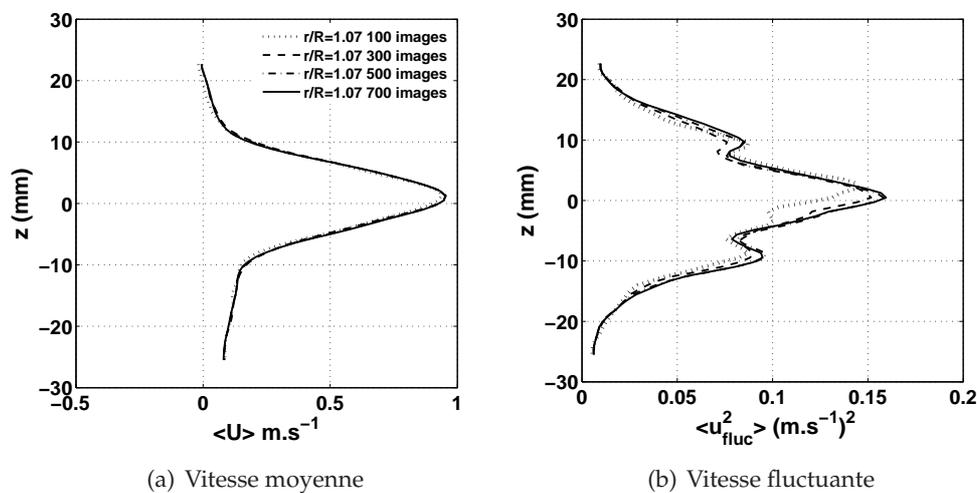


Figure 5.5 – Convergence statistique pour un profil situé à $r/R = 1,07$.

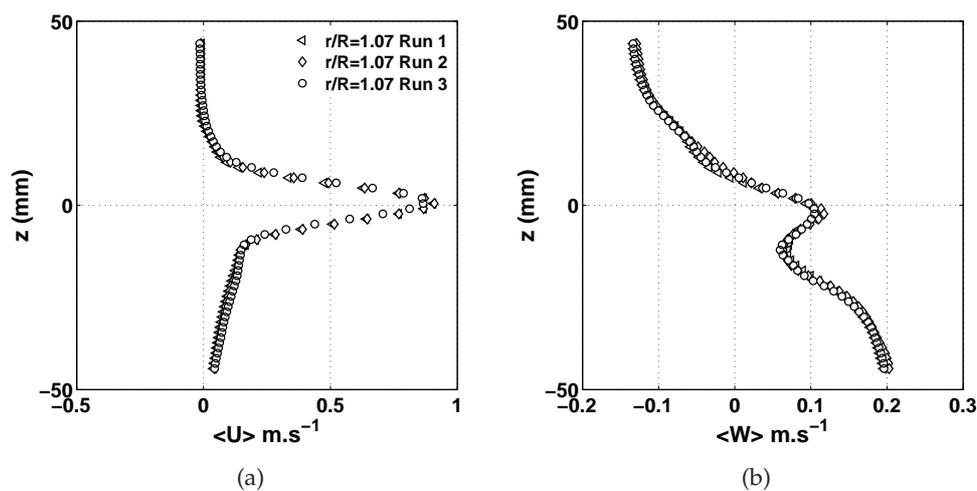


Figure 5.6 – Reproductibilité de la vitesse moyenne sur un profil situé à $r/R = 1,07$.

pour les trois essais.

III.B Vitesses moyennes

Dans cette partie, nous allons confronter nos résultats en eau aux données issues de la littérature et notamment aux études de *Dyster et al.* (1993), *Lee & Yianneskis* (1998), *Escudié & Liné* (2003) et *Venneker et al.* (2010).

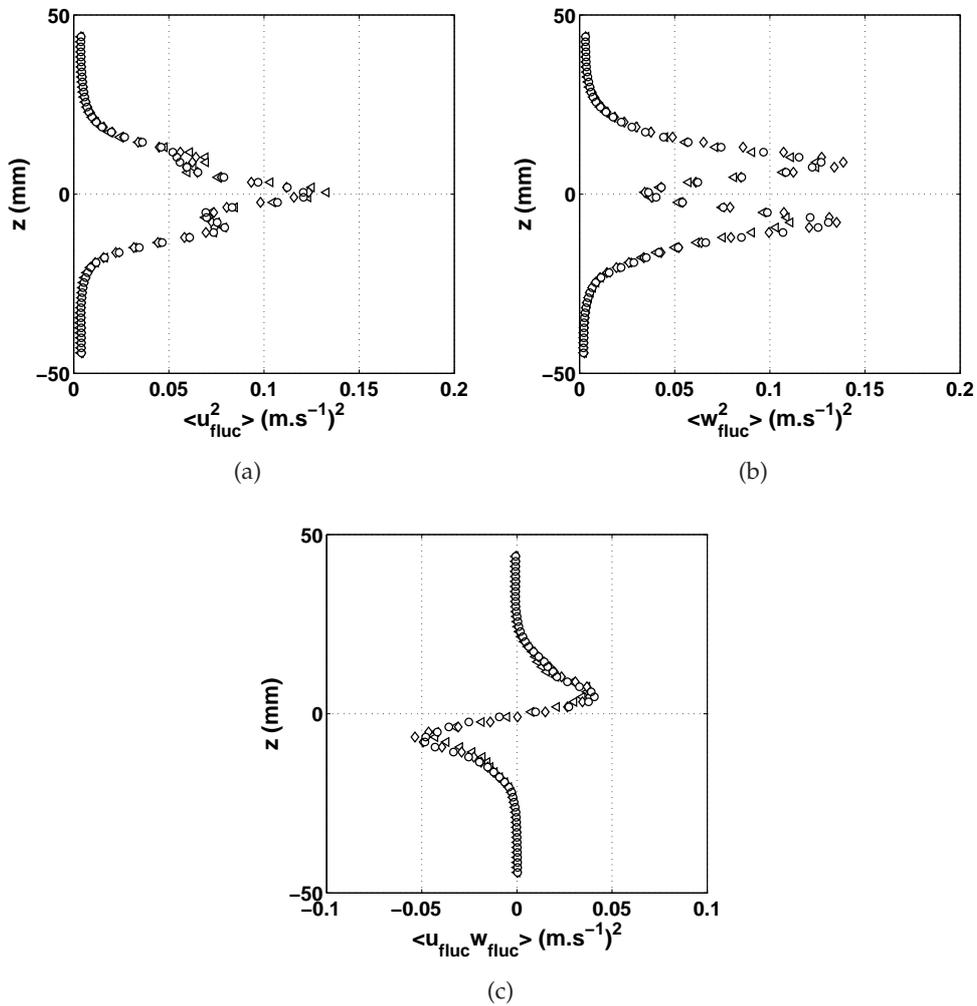


Figure 5.7 – Reproductibilité des vitesses fluctuantes sur un profil $r/R = 1.07$.

III.B.A Profils verticaux de vitesse

Sur la figure 5.9, on a représenté les profils de vitesse radiale moyenne U^* (vitesse normalisée par la vitesse en bout de pale U_{tip}) sur toute la hauteur mesurée pour trois distances par rapport au mobile ($r/R = 1.07, 1.20$ et 1.33) et pour $N = 150$ rpm. Pour cette comparaison, la résolution spatiale de la PIV est de $\Delta x = 1$ mm. On constate que pour les trois plans de mesure, dans le jet du mobile, on obtient un parfait accord avec les données de [Escudié & Liné \(2003\)](#) limitées à la zone du jet. Dans les trois cas, la vitesse normalisée atteint une valeur maximale de 0,8. Cette valeur est proche de ce que l'on peut trouver dans la littérature puisque [Wu & Patterson \(1989\)](#) trouvent une valeur de 0,78 et [Lee & Yianneskis \(1998\)](#) une valeur égale à 0,74. Au dessus du mobile, la vitesse radiale tend rapidement vers une valeur proche de zéro et ce pratique-

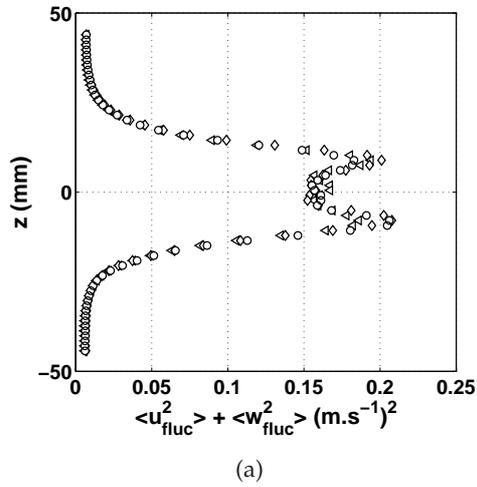


Figure 5.8 – Reproductibilité de la somme des composantes diagonales u_{fluc}^2 et w_{fluc}^2 .

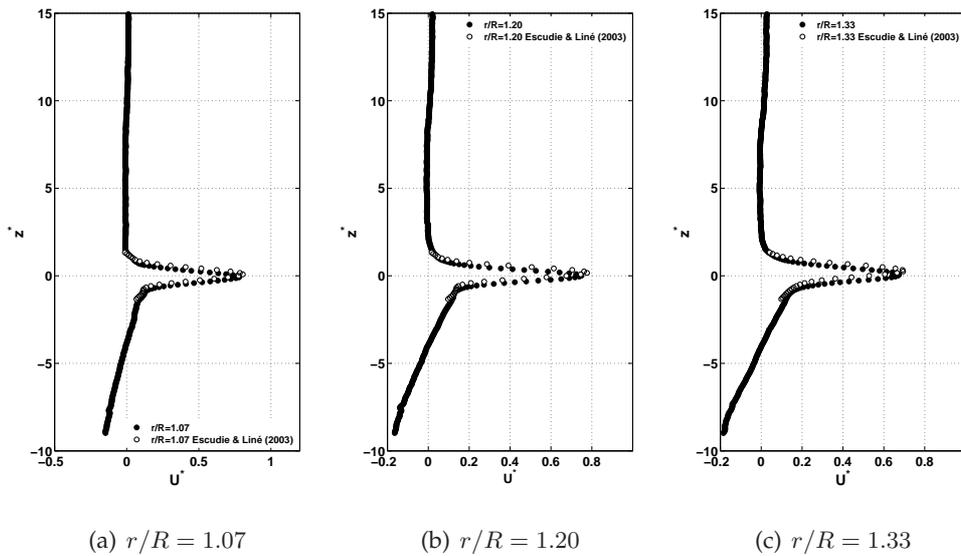


Figure 5.9 – Comparaison des profils verticaux de vitesse moyenne radiale normalisée obtenus dans cette étude avec ceux de Escudie & Liné (2003).

ment sur toute la zone de mesure. Cela indique que dans cette zone la vitesse est principalement axiale ou tangentielle. En revanche, en dessous du mobile, on remarque que la vitesse devient négative en dessous de $z^* = -4$. En dessous de cette hauteur, il y a donc une recirculation importante due au confinement du fond de la cuve.

Dans les travaux de Venneker *et al.* (2010), une équation modélisant la vi-

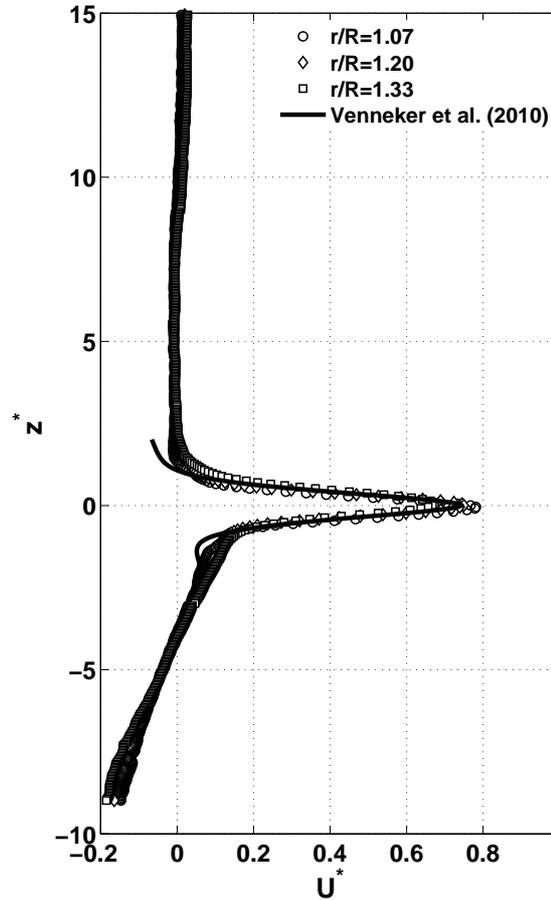


Figure 5.10 – Comparaison de la vitesse radiale moyenne normalisée avec le modèle de [Venneker et al. \(2010\)](#).

tesse moyenne radiale dans le jet de l'agitateur est proposée :

$$U^* = 0,745 \cdot \exp\left(-2,74 \cdot |z^* - 0,01|^{1,74} - 0,033 \cdot z^*\right). \quad (5.6)$$

Cette équation a été comparée à nos données sur la figure 5.10. On remarque que dans la zone de forte vitesse, il y a une très bonne correspondance avec le modèle de [Venneker et al. \(2010\)](#). En revanche, pour z^* supérieur à 1 ou inférieur à -1 , le modèle ne permet pas de rendre compte du changement de forme de la courbe. En effet, même pour les données de [Venneker et al. \(2010\)](#), il n'était pas possible de trouver un modèle retranscrivant toute la zone de mesure.

Les profils de vitesse moyenne axiale normalisée sont comparés sur la figure 5.11. Sur les trois figures, on remarque que la vitesse axiale est nulle pour une hauteur égale à celle du mobile. Au dessus du mobile, la vitesse axiale est négative, ce qui montre que le fluide a une trajectoire descendante jusqu'au mobile.

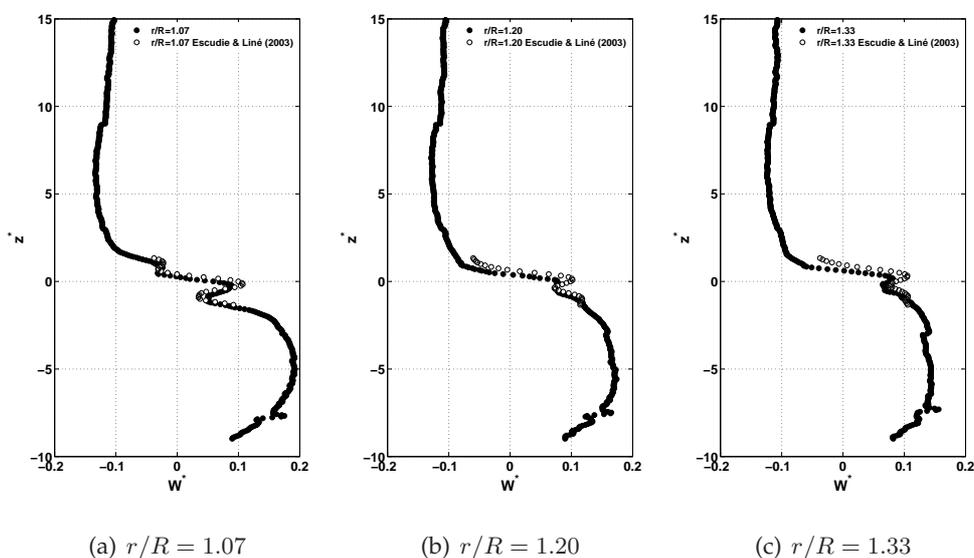


Figure 5.11 – Comparaison des profils verticaux de vitesse moyenne axiale normalisée obtenus dans cette étude avec ceux de [Escudie & Liné \(2003\)](#).

Au dessous du mobile, la vitesse est positive. Dans la zone de mesure, le fluide remonte vers le mobile. Les comparaisons avec les mesures de [Escudie & Liné \(2003\)](#) donnent des résultats très satisfaisants dans la zone du mobile.

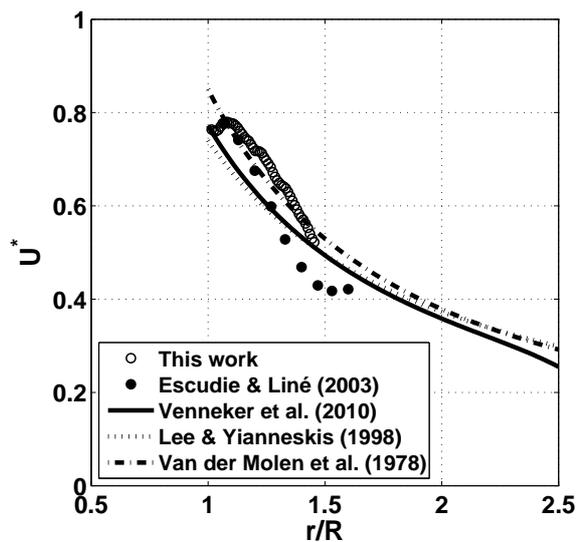


Figure 5.12 – Evolution de la vitesse radiale normalisée au niveau du mobile.

III.B.B Profils horizontaux de vitesse

La vitesse radiale moyenne normalisée au niveau du mobile est représentée sur la figure 5.12 en fonction de la distance radiale r/R . Sur cette figure, on observe une diminution rapide (de 0,8 à 0,5) de la vitesse à la sortie du mobile. Ces données sont en accord acceptable avec les données expérimentales de [Escudie & Liné \(2003\)](#). Sur la figure 5.12, on a aussi comparé nos données avec des modèles issus de la littérature ([Van Der Molen & Van Maanen, 1978](#); [Lee & Yianneskis, 1998](#); [Venneker et al., 2010](#)). Les modèles diffèrent principalement par leur valeur maximale pour $r/R = 1$. Considérant les différentes conditions opératoires et configurations géométriques, on peut dire que les modèles prédisent bien la vitesse normalisée en sortie du mobile.

III.C Vitesses fluctuantes

III.C.A Profils verticaux de vitesse

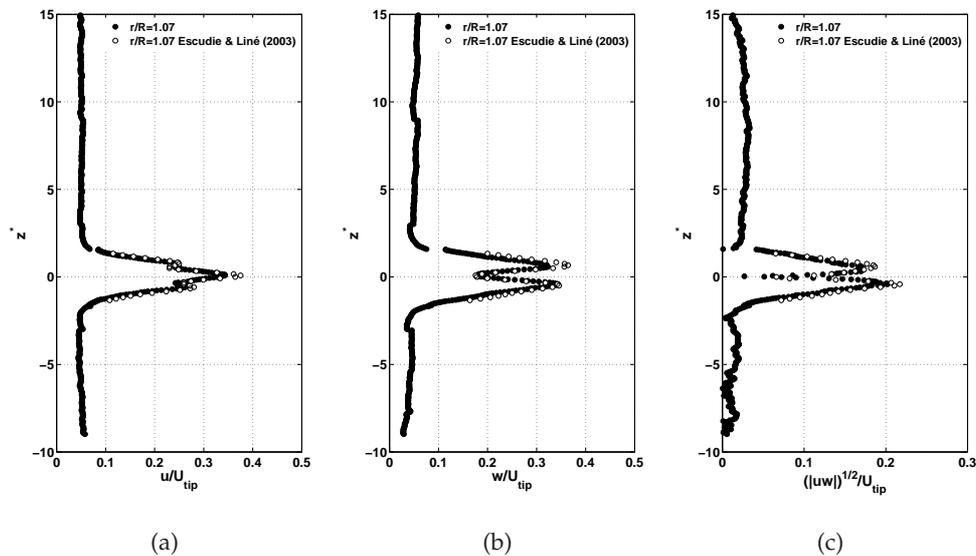


Figure 5.13 – Comparaison des mesures de profils verticaux des vitesses normalisées fluctuantes avec les données de [Escudie & Liné \(2003\)](#) en $r/R = 1,07$: (a) u_{rms}/U_{tip} , (b) w_{rms}/U_{tip} , (c) uw_{rms}/U_{tip} .

Les vitesses fluctuantes normalisées par U_{tip} sont représentées sur la figure 5.13 pour un profil vertical situé à 1.07 sur toute la hauteur de mesure. On remarque que u_{rms} et w_{rms} sont du même ordre de grandeur et valent 0,05 dans les zones éloignées du mobile. En revanche, u_{rms} est maximal pour $z^* = 0$ tandis que w_{rms} est maximal pour les hauteurs égales à la hauteur de la pale

($z^* = \pm 1$). La vitesse fluctuante associée aux produits des vitesses fluctuantes, uw_{rms} , est relativement plus faible. Elle est pratiquement égale à la moitié des deux autres vitesses. En effet, on s'attend à avoir un rapport $u'w'/k$ proche de 3. Sur la figure 5.13, on a aussi comparé nos données expérimentales avec celles de Escudie & Liné (2003). On trouve un accord parfait pour les données situées dans la zone du jet (zone d'étude de Escudie & Liné (2003)).

III.C.B Profils horizontaux de vitesse

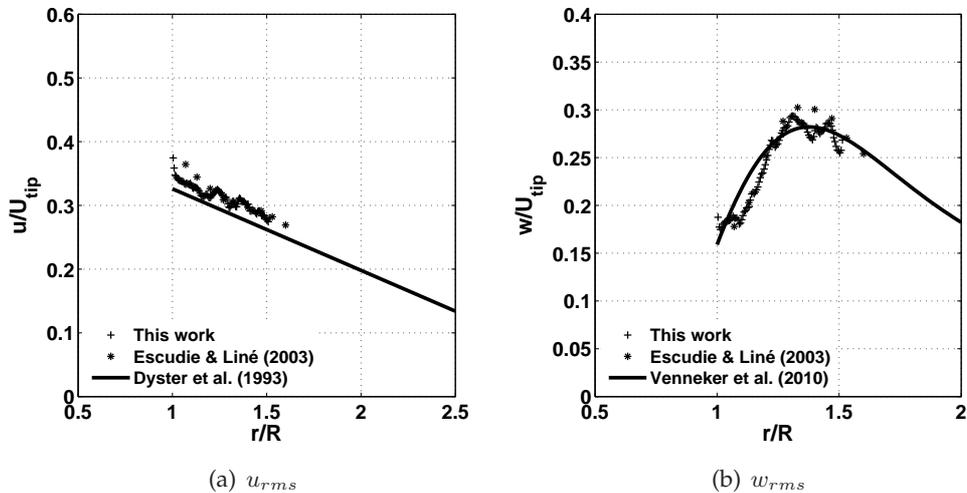


Figure 5.14 – Comparaison des mesures de vitesses fluctuantes u_{rms} et w_{rms} sur un profil horizontal à $z^* = 0$ avec les données de Escudie & Liné (2003) et les modèles de Dyster et al. (1993) et Venneker et al. (2010).

Sur la figure 5.14, les profils horizontaux de vitesses fluctuantes sont représentés pour une hauteur correspondante à la position du mobile ($z^* = 0$). Pour u_{rms} , on observe une diminution stricte de la vitesse fluctuante par rapport à la distance au mobile r/R . Pour la vitesse axiale fluctuante, w_{rms} , on remarque une augmentation de la valeur jusqu'à $r/R = 1,4$ puis ensuite une diminution. Dans les deux cas, on a une très bonne correspondance entre nos données expérimentales et celles de Escudie & Liné (2003). Le modèle de Dyster et al. (1993) permet de retranscrire la dynamique de la diminution de u_{rms} mais sousestime nos données expérimentales. Concernant, w_{rms} , le modèle de Venneker et al. (2010) permet de prédire de façon fiable les valeurs mesurées.

Cette partie a permis de valider la mesure expérimentale pour le cas de l'eau. Nous allons pouvoir maintenant exploiter les données pour le cas des milieux non Newtoniens.

Tableau 5.1 – Vitesses d'agitation utilisées dans cette étude selon les différents mobiles d'agitation (les vitesses sont données en rpm).

P_g/V [W·m ⁻³]	R	A315-D	A310-D
83	150	282	239
212	205	386	330
384	250	471	399

IV Analyse des champs moyens

Dans cette étude, une importante gamme de conditions opératoires a été étudiée. Pour rendre compte de l'influence de la puissance dissipée volumique sur le taux de cisaillement, la dissipation et la viscosité apparente, trois valeurs de puissance sont choisies. La première puissance correspond à la configuration étudiée par [Escudié & Liné \(2003\)](#) (turbine de Rushton fonctionnant à 150 rpm, $Re = 56000$). Pour cette condition, la puissance dissipée volumique est de $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$. Les deux autres puissances dissipées volumique étudiées sont choisies de façon à ne pas être trop importantes compte tenu de la résolution de la mesure. Comme présenté dans le chapitre 2, deux autres mobiles sont utilisés : un Lightnin A310 ayant un diamètre de 0,193 m et un Lightnin A315 de 0,15 m. Ces mobiles sont intéressants à étudier dans le sens où ils sont souvent considérés comme des mobiles peu cisailants même si cela n'a pas vraiment été prouvé. Pour comparer les mobiles entre eux, il a été décidé les faire fonctionner à même puissance dissipée volumique. Dans le chapitre 4, on a vu que la puissance dissipée était un paramètre clé à la fois pour le transfert de matière et le mélange global. Les différentes vitesses d'agitation correspondant aux trois puissances dissipées volumiques sont données dans le tableau 5.1.

En faisant la moyenne des vitesses instantanées dans les quatre fenêtres de mesures, on peut tracer le champ de vecteurs vitesses dans la zone d'étude. Pour le cas de l'eau et pour une puissance dissipée volumique égale à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$, les champs de vecteurs vitesses pour trois mobiles sont représentés sur la figure 5.15. Sur cette figure et pour toute la suite, l'extrémité de la pale du mobile se situe à la coordonnée (0, 0). Pour la turbine de Rushton (voir figure 5.15a), on retrouve bien un écoulement principalement radial. En dessous du mobile, on aperçoit une partie de la recirculation basse. Pour rappel, le fond de la cuve se situe à une hauteur égale à -150 mm . Au dessus du mobile, les vitesses sont principalement verticales dirigées vers le bas. Sur les figures 5.15b et 5.15c, on remarque un écoulement relativement semblable orienté vers le bas de la cuve ce qui est attendu avec ce type de mobiles. La figure 5.15 valide donc la classification (radiale ou axiale) de ces trois mobiles d'agitation.

Sur la figure 5.16, les mêmes champs de vecteurs vitesses sont représentés

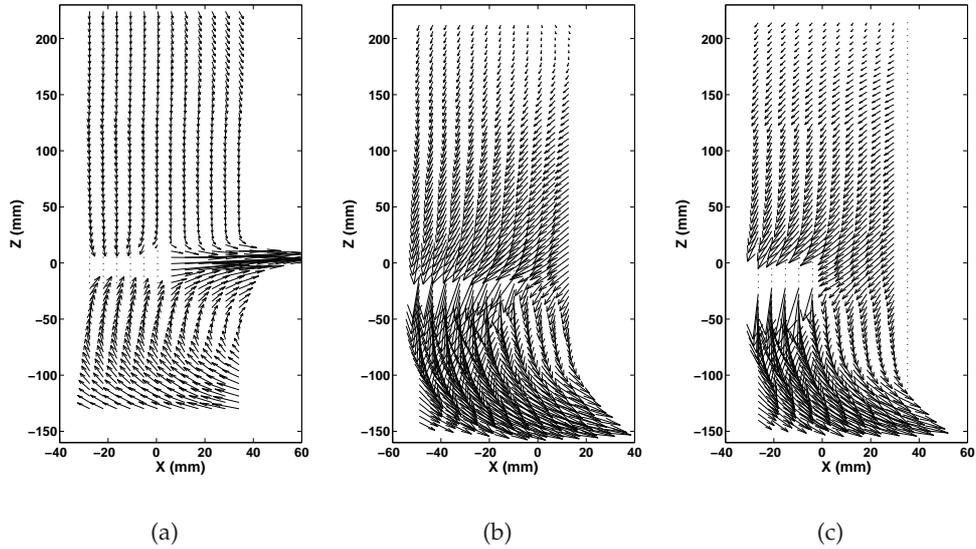


Figure 5.15 – Champs de vecteurs vitesse dans toute la zone d'étude dans de l'eau pour les trois types de mobiles à même puissance dissipée égale à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$: (a) R, (b) A310, (c) A315.

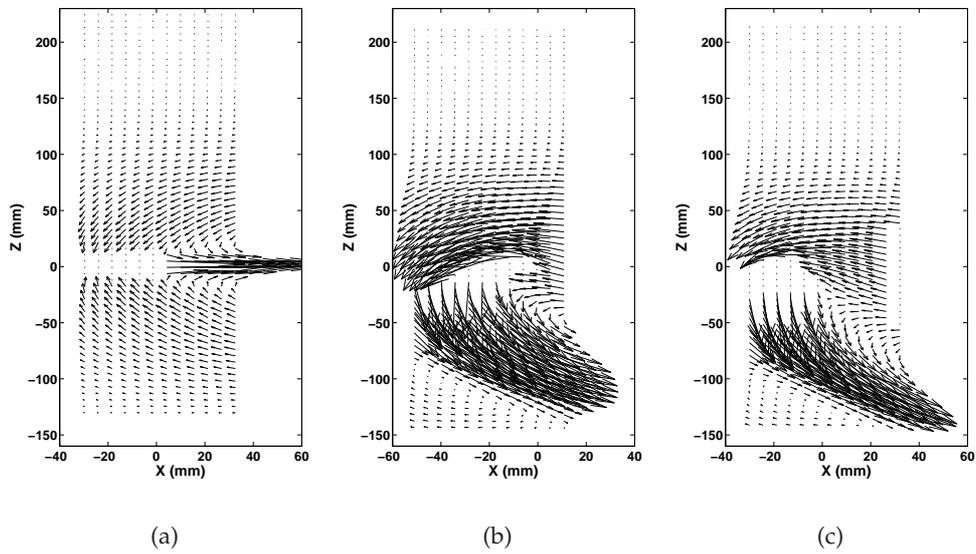


Figure 5.16 – Champs de vecteurs vitesse dans toute la zone d'étude dans le Carbopol 0,08% pour les trois types de mobiles à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$: (a) R, (b) A310, (c) A315. $Re = 100 - 300$

pour le cas du Carbopol à 0,08%. Sur la figure 5.16a, on remarque que pour la turbine de Rushton, l'écoulement est toujours principalement radial. En revanche contrairement au cas de l'eau, au dessus du mobile, les vecteurs vitesses

ne sont pas strictement verticaux. Premièrement, les vitesses observées pour une hauteur supérieure à 100 mm au dessus du mobile sont très faibles par rapport à celles dans le jet. Ensuite les vitesses autour du mobile sont pratiquement opposées à celles du jet. On retrouve ce confinement des vitesses autour du mobile sur les figure 5.16b et 5.16c. Au dessus et en dessous des mobiles Lightnin A310 et A315 – D , les vitesses ont un sens opposé. Dans ce cas, on constate que les deux mobiles produisent un écoulement de plus en plus radial. Pour les trois mobiles, on arrive à distinguer la formation d'une caverne autour du mobile, dans laquelle les vitesses sont importantes. En dehors de celle-ci, les vitesses sont très faibles voire nulles. Dans le chapitre 4 partie II.B page 93, on avait montré qu'à même puissance dissipée volumique, le volume de la caverne était identique. On retrouve un comportement similaire ici même si la fenêtre de mesure n'est pas assez grande pour englober toute la caverne.

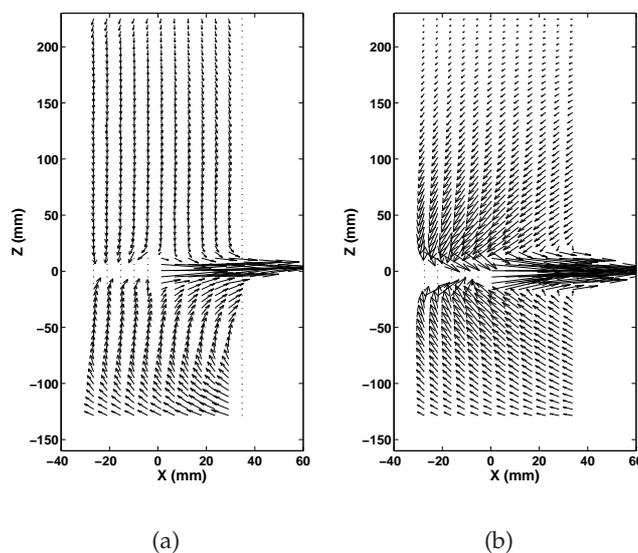


Figure 5.17 – Champs de vecteurs vitesse dans toute la zone d'étude dans le Zetag pour deux concentrations à 150 rpm pour la configuration R : (a) 0,1% ($Re = 1300$), (b) 0,4% ($Re = 300$).

Les cartes de vecteurs vitesses sont également présentées (figure 5.17) pour le Zetag à deux concentrations (0,1 et 0,4%). Sur la figure 5.17a, bien que le nombre de Reynolds soit très différent ($Re = 1300$) de celui de la figure 5.15a ($Re = 56000$), le champ de vecteur est très proche. Au dessus du mobile, les vecteurs vitesses sont dirigés vers le bas et en dessous on aperçoit une partie de la recirculation basse. En revanche, pour le Zetag 0,4%, on observe un comportement plus proche de celui observé dans la même condition pour le Carbopol à 0,08%.

Les profils verticaux de vitesses radiales et axiales pour les différentes configurations et fluides sont présentés en annexe dans la partie IV. Les champs

d'énergie cinétique du mouvement moyen y sont aussi représentés.

IV.C Estimation du nombre de pompage

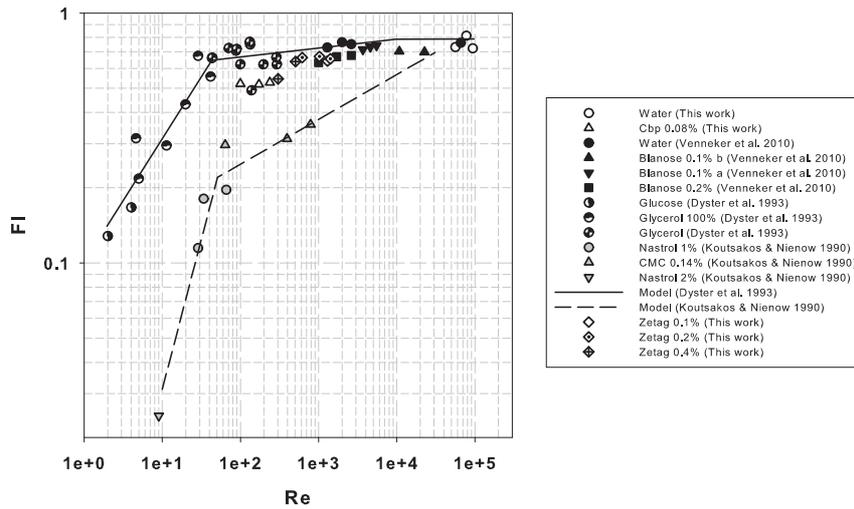


Figure 5.18 – Evolution du nombre de pompage en fonction du nombre de Reynolds

A partir des profils verticaux de vitesse, il est possible de calculer le nombre de pompage Fl :

$$Fl = \frac{Q_{g,l}}{ND^3}. \quad (5.7)$$

Il est caractéristique du mobile et rend compte de la capacité du mobile à pomper le fluide. Dans l'équation (5.7), le débit de pompage $Q_{g,l}$ est calculé en faisant l'intégration du profil de vitesse. Pour un mobile radial comme la turbine de Rushton, il se calcule de la façon suivante :

$$Q_{g,l} = \pi (D + s) \int_{-w/2}^{w/2} U dz \quad (5.8)$$

Sur la figure 5.18, on a représenté les valeurs du nombre de pompage pour la turbine de Rushton, en fonction du nombre de Reynolds (calculé à partir de l'équation (1.13) page 24). Ce calcul est réalisé pour de l'eau, du Carbopol à 0,08%, du Zetag à 0,1, 0,2 et 0,4%. Pour les différents fluides, plusieurs vitesses sont utilisées, ce qui correspond à plusieurs nombres de Reynolds. Dans l'eau, un nombre de pompage compris entre 0,7 et 0,8 est mesuré. Ce résultat est en accord avec la littérature et notamment avec les données de [Venneker et al. \(2010\)](#). Pour les fluides non-Newtoniens, on remarque une diminution du nombre de pompage avec le nombre de Reynolds. Pour les trois vitesses 150,

205 et 250 rpm, le nombre de pompage est constant et est proche de 0,52. Pour le Zetag 0,4% à 150 rpm, le nombre de pompage est de 0,54, ce qui est proche du Carbopol 0,08% pour une gamme de nombre de Reynolds similaire. Nos résultats expérimentaux ne peuvent pas être prédits par les modèles de [Dyster et al. \(1993\)](#) ou de [Koutsakos & Nienow \(1990\)](#). Néanmoins, on observe que les grandes tendances sont identiques. En régime transitoire, pour des nombres de Reynolds supérieurs à 100, on constate une augmentation moins importante du nombre de pompage par rapport au régime laminaire. Cette augmentation atteint progressivement un plateau autour de 0,8 en écoulement pleinement turbulent. Nos résultats expérimentaux sont en accord avec les données de [Venneker et al. \(2010\)](#) établies en milieux non Newtoniens. Selon [Venneker et al. \(2010\)](#), il existe un faisceau de courbes représentant le nombre de pompage en fonction du nombre de Reynolds qui dépendrait de l'indice du fluide n .

V Application de la POD à un fluide non Newtonien dans le but de décomposer le champ de vitesse.

Une façon de décomposer le champ de vitesses est d'effectuer une mesure conditionnée avec la vitesse de rotation du mobile. Cette méthode expérimentale, utilisée dans les travaux de [Escudié & Liné \(2003\)](#) est lourde à mettre en place. [Moreau & Liné \(2006\)](#) ont expérimenté la méthode POD qui permet de décomposer le champ de vitesse. Cette méthode a été appliquée au cas de l'eau. Dans notre étude, la méthode POD est utilisée pour décomposer le champ de vitesse pour la cas du Carbopol à 0,08% à trois vitesses d'agitation dans la zone du jet du mobile.

Tableau 5.2 – Conditions opératoires et valeurs moyennées du taux de cisaillement, de la viscosité apparente et de la dissipation totale.

Fluide	N [rpm]	$\langle \gamma \rangle$ de l'eq. (1.32) [s ⁻¹]	$\langle \mu_a \rangle$ [Pa.s]	$\langle \epsilon \rangle$ [W.kg ⁻¹]
Carbopol 0.08%	150	29	0.56	0.09
Carbopol 0.08%	205	40	0.45	0.24
Carbopol 0.08%	250	48	0.39	0.42
Eau	150	29	0.001	0.09

Les conditions opératoires sont rappelées dans le tableau 5.2 ainsi qu'une estimation du taux de cisaillement et de la viscosité apparente calculée aux taux de cisaillement de l'équation de [Metzner & Otto \(1957\)](#). Dans le cas des

milieux non-Newtoniens en régime transitoire, il n'est pas possible de calculer une échelle de Kolmogorov à partir de la dissipation moyenne car l'écoulement n'est pas pleinement turbulent dans la cuve.

V.A Principe de la POD

L'Analyse en POD (Décomposition Orthogonale aux valeurs propres) est une technique qui a pour but d'identifier (pour le cas de la mécanique des fluides) les mouvements les mieux corrélés. Pour plus de détail le lecteur pourra se référer aux travaux de Lumley (1967). L'idée de cette méthode est de décomposer le champ de vitesse comme une superposition de structures spatiales qui varient dans le temps (Podvin & Lorang, 2008). Dans notre étude, la POD est appliquée aux champs de vitesses instantanées.

On note n le nombre de paire d'images (n compris entre 500 et 1000). Pour chaque paire d'images, on dispose d'un champ de vitesse correspondant U et W (dans la direction x et y) constitué de $L \times C$ valeurs, L et C étant le nombre de lignes et de colonnes de la matrice du champ. A partir de U et W , on construit une nouvelle matrice M de m éléments où $m = 2 \times L \times C$. Selon Sirovich (1987), la matrice des corrélations $C(M, M)$ s'écrit de la façon suivante :

$$C_{i,j} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{k=1}^n M_i^{(k)} \cdot M_j^{(k)}. \quad (5.9)$$

Par construction, chaque composante diagonale de la matrice C correspond à la contribution de chaque composante à la variance totale, c'est à dire à l'énergie cinétique. Ainsi, la trace de la matrice C correspond à l'énergie cinétique totale mesurée dans la fenêtre. En diagonalisant la matrice C , on obtient les valeurs propres λ_I et la base de vecteurs propres associés ϕ_I pour chaque mode avec I le numéro du mode propre. Si l'on classe les valeurs propres par ordre décroissant, le premier mode correspond au mode le plus énergétique et le dernier le moins énergétique. On peut noter que chaque ϕ_I a la forme d'un champ de vitesse mais ne possède pas de dimension. En revanche, les valeurs propres λ_I sont en $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ et correspondent à la contribution du mode I à l'énergie cinétique totale. Par construction, les ϕ_I sont orthogonaux et normés sur la fenêtre d'étude. En écrivant ϕ_I de la façon suivante :

$$\phi_I = \begin{bmatrix} U_I \\ W_I \end{bmatrix}, \quad (5.10)$$

on a :

$$\sum_{i=1}^L \sum_{j=1}^C \left[U_I(i, j)^2 + W_I(i, j)^2 \right] = 1 \quad (5.11)$$

et si (\cdot) est le produit contracté :

$$(\phi_I : \phi_J) = \delta_{IJ}. \quad (5.12)$$

Si l'on note a_k^I la projection orthogonale de la k -ième mesure du champ de vitesse instantané sur le champ ϕ_I , on obtient le scalaire (Patte-Rouland *et al.*, 2001) :

$$a_k^{(I)} = (\phi_I : U_k), \quad (5.13)$$

par multiplication termes à termes des deux matrices ϕ_I et U_k . Les coefficients a_k^I sont non corrélés entre eux, ce qui ne signifie pas qu'ils soient indépendants. Leur moyenne est nulle et leur variance est donnée par la valeur propre du problème :

$$\overline{a_k^{(I)} a_k^{(J)}} = \delta_{IJ} \cdot \lambda_I. \quad (5.14)$$

Suivant les différents modes, la vitesse peut se décomposer ou être reconstruite comme :

$$U_k(x, t) = \sum_{I=1}^n a_k^{(I)}(t) \cdot \phi_I(x). \quad (5.15)$$

En général, le premier mode peut être associé au champ moyen. C'est un résultat classique lorsque la POD est appliquée au champ instantané de vitesses. Moreau & Liné (2006) ont montré que la POD était un moyen efficace pour séparer le champ périodique (induit par le passage des pales) du champ fluctuant sans passer par des expériences conditionnées. Les modes 2 et 3 représentent des grandes structures rotatives. Leurs échelles de longueur s'apparentent aux vortex trainants. De plus, il a été montré que ces modes 2 et 3 présentaient des contributions énergétiques de même ordre de grandeur correspondant à des structures organisées (Moreau & Liné, 2006). Les modes supérieurs aux modes 3 peuvent eux, être attribués à la turbulence.

Dans ce cas, l'équation (5.15) peut être réécrite de la façon suivante :

$$U_k = \overline{U_k} + \widetilde{U_k} + U'_k = a_k^{(1)} \phi_1 + \sum_{I=2}^3 a_k^{(I)} \phi_I + \sum_{I=4}^M a_k^{(I)} \phi_I, \quad (5.16)$$

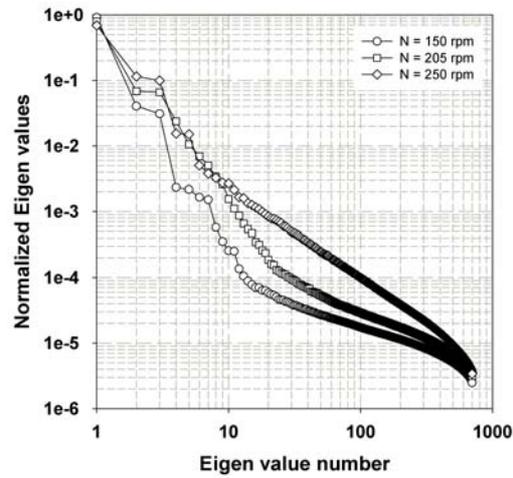
en séparant pour chaque champ mesuré la partie moyenne, organisée et turbulente.

V.B Analyse des valeurs propres et des champs

Sur la figure 5.19, l'énergie cinétique associée à chacun des modes est représenté pour les trois vitesses d'agitation étudiées. L'énergie cinétique est repré-

Tableau 5.3 – Pourcentage de l'énergie cinétique associée à chaque mode.

N [rpm]	% de l'énergie cinétique			Énergie cinétique [m ² ·s ⁻²]
	Mode 1	Mode 2 + 3	Mode > 3	
150	91	7	2	1250
205	80	13	7	3053
250	69	21	10	5798

**Figure 5.19** – Evolution des valeurs propres normalisées en fonction du numéro du mode POD.

sentée sous la forme de valeurs propres normalisées λ_I^* définies par :

$$\lambda_I^* = \frac{\lambda_I}{\sum_{J=1}^M \lambda_J} \quad (5.17)$$

Comme le montre le tableau 5.3, pour les trois vitesses (150, 205 et 250 rpm), l'énergie cinétique associée au premier mode comprend respectivement 91, 80 et 69% de l'énergie cinétique totale. Le premier mode sera analysé dans la partie V.B.A. On montrera qu'il correspond au mouvement moyen. La figure 5.19 montre que pour les trois vitesses, les modes 2 et 3 présentent une énergie cinétique de même ordre mais inférieure au premier mode (au moins une décade). Ces deux modes seront étudiés dans la partie V.B.B. Il sera montré qu'ils peuvent être associés au mouvement organisé. Quelle que soit la vitesse d'agitation, les modes $I > 3$ présentent dans tous les cas une contribution à l'énergie cinétique inférieure. Ils seront traités dans la partie V.B.C.

Les champs propres ϕ_I peuvent être représentés dans l'espace puisqu'ils se présentent sous la forme d'un champ à deux composantes U_I et W_I (voir équation (5.12)). Les champs propres sont représentés sur la figure 5.20 pour les modes 1, 2, 3, 4, 11 et 12. On verra par la suite que le champ propre 1 est

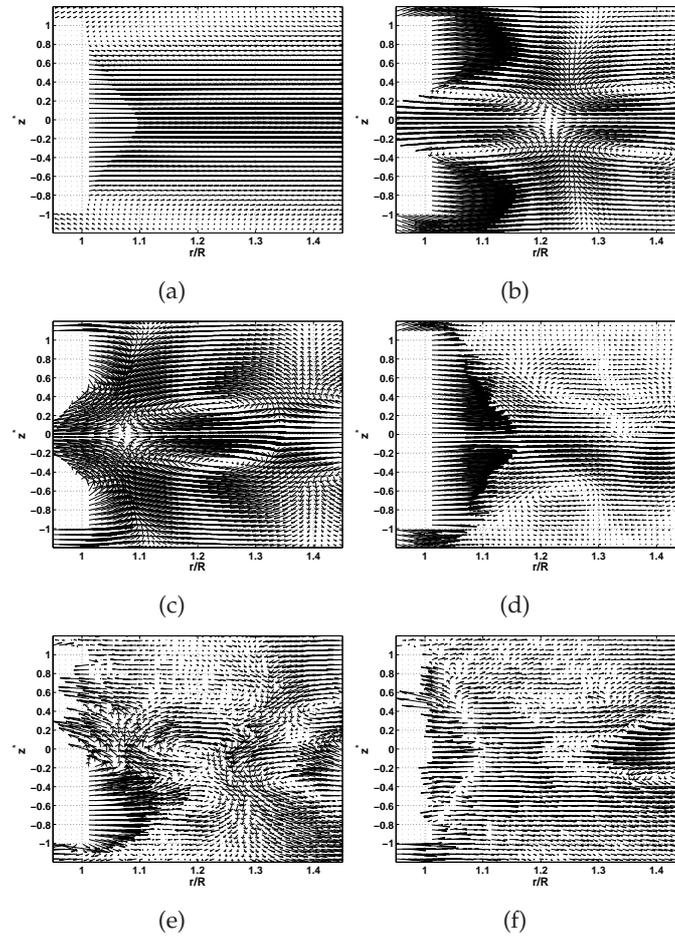


Figure 5.20 – Champs de vecteurs des modes 1, 2, 3, 4, 11 and 12 issus de la POD : (a) mode 1, (b) mode 2, (c) mode 3, (d) mode 4, (e) mode 12, (f) mode 13 pour $N = 150$ rpm.

proche du champ moyen (5.20a). Les modes 2 et 3 (ϕ_2 et ϕ_3) tracés sur les figures 5.20b et 5.20c présentent des structures rotatives quasiment symétriques par rapport à la hauteur du mobile. Le mode 4 semble représenter un battement de jet. Un résultat similaire a été trouvé dans l'étude de [Moreau & Liné \(2006\)](#). Pour illustrer les différences entre les modes organisés 2 et 3 et les modes supérieurs, les modes 11 et 12 sont tracés sur les figures 5.20e et 5.20f (ϕ_{11} et ϕ_{12}). Ces deux modes peuvent être associés à de la turbulence.

La distinction entre champs organisés et turbulence est une question classique dans l'analyse des écoulements et du mélange. Pour permettre une analyse objective, une méthode quantitative doit être utilisée. Pour séparer les champs organisés et turbulents, les valeurs propres (ou coefficients $a_k^{(I)}$) et champs propres ϕ_I doivent être étudiés en détail. La distribution des coefficients $a_k^{(I)}$ est reportée sur la figure 5.21 pour les modes 1, 2, 4 et 12. Pour le premier mode (figure 5.21a), on peut voir que la distribution de $a_k^{(1)}$ est équita-

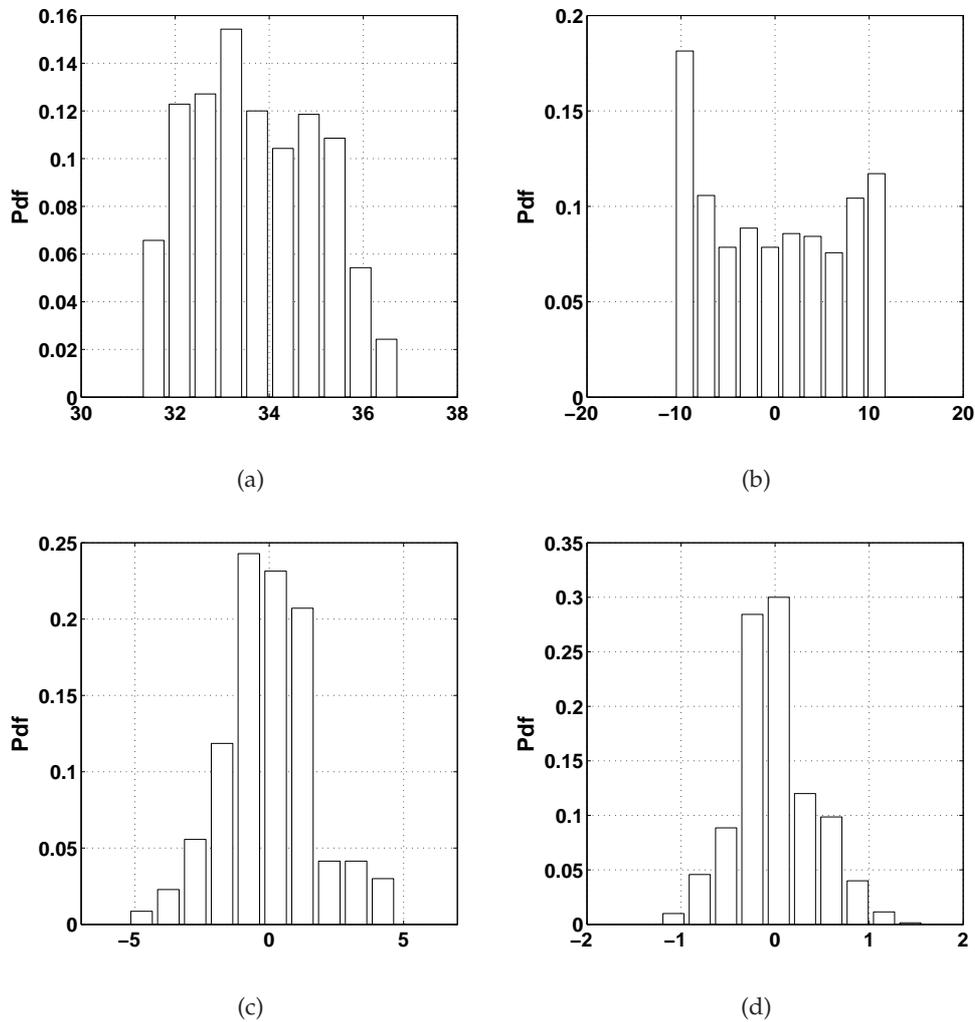


Figure 5.21 – Distributions des coefficients $a_k^{(l)}$ pour les modes 1, 2, 4, 12 pour $N = 150$ rpm : (a) mode 1, (b) mode 2, (c) mode 4, (d) mode 12.

blement dispersée autour de $34 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Pour le mode 2 qui est proche du mode 3 (figure 5.21b), la distribution est centrée en 0 et présente des maximums pour les valeurs extrêmes de $a_k^{(2)}$. Les distributions des modes 4 et 12 sont toujours centrées en 0 mais présentent des maximums au centre. Ces formes de distributions sont traitées dans l'ouvrage de [Tennekes & Lumley \(1972\)](#) à la page 198. Les distributions des modes 2 et 3 font penser à une onde sinusoïdale. Les distributions des modes supérieurs à 3 présentent des profils Gaussien caractéristiques de la turbulence.

Des informations supplémentaires permettant de discriminer les différents modes selon le mouvement organisé et turbulent peuvent être tirées de l'analyse des champs propres ϕ_I . Sur la figure 5.22, les profils radiaux des deux

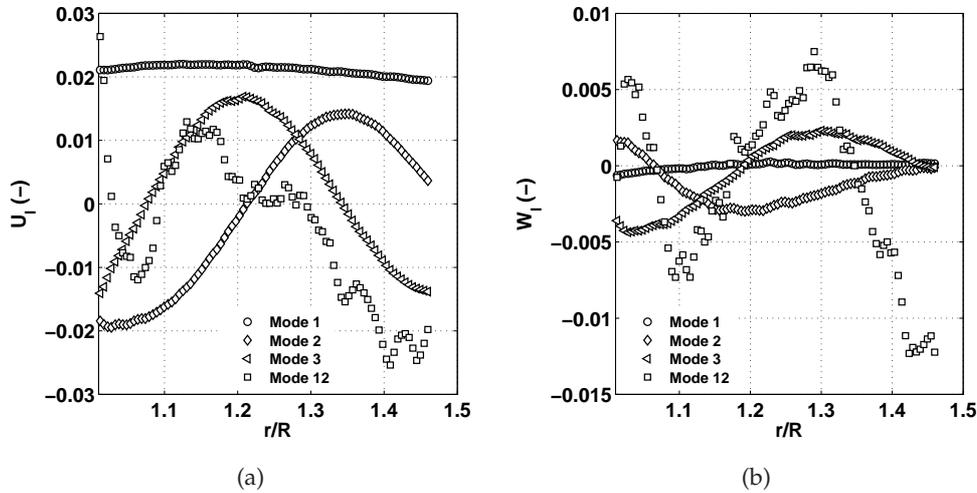


Figure 5.22 – Comparaison des profils radiaux de la composante (a) axiale U_I et (b) verticale W_I des ϕ_I pour les modes 1, 2, 3 et 12.

composantes U_I et W_I pour différents modes sont représentés. Comme il a été énoncé précédemment, les champs propres sont de norme 1 sur la fenêtre d'étude. Chaque vecteur a donc un ordre de grandeur proche de $1/\sqrt{L \cdot C} \approx 10^{-2}$.

V.B.A Champ moyen associé au mode 1

On rappelle ici que le champ propre ϕ_1 tracé sur la figure 5.20a ressemble à un champ de vitesse mais n'en a pas la dimension. Pour obtenir le champ de vitesse associé au premier mode, il faut faire la moyenne du produit des $a_k^{(1)} \cdot \phi_1$. Mais comme ϕ_1 ne dépend pas de k , le champ moyen reconstruit peut alors facilement être calculé en faisant le produit de ϕ_1 avec la moyenne des $a_k^{(1)}$ pour les k paires d'images :

$$\begin{bmatrix} \overline{U}_1 \\ \overline{W}_1 \end{bmatrix} = \overline{a_k^{(1)}} \phi_1. \quad (5.18)$$

Tableau 5.4 – Analyse des coefficients associés au premier mode $a_k^{(1)}$ en $m \cdot s^{-1}$.

N [rpm]	Valeur moyenne $\overline{a_k^{(1)}}$	Racine carré de λ_1	Déviati on standard de $a_k^{(1)}$
150	33.74	33.73	1.32
205	49.02	49.4	5.14
250	63.14	63.25	4.06

L'analyse des $a_k^{(1)}$ est faite dans le tableau 5.4 pour les trois vitesses d'agitation. Les valeurs des $a_k^{(1)}$ sont données en $m \cdot s^{-1}$. Comme les ϕ_1 sont de l'ordre

de 10^{-2} , les vitesses moyennes sont elles de l'ordre de $0,5 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Ceci est cohérent avec les vitesses en bout de pales qui sont respectivement de 1, 17, 1, 62 et $1,96 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. De plus, le ratio $\overline{a_k^{(1)}}/U_{tip}$ est pratiquement constant et proche de 30. La distribution des $a_k^{(1)}$ sur la figure 5.21a montre que $a_k^{(1)}$ varie entre 31 et $37 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Les écarts types sur les $a_k^{(1)}$ sont présentés dans le tableau 5.4. Les variations sont de l'ordre de 10% par rapport à la moyenne. Les coefficients peuvent être considérés comme étant constants. De plus, les valeurs moyennes des $a_k^{(1)}$ sont proches des racines carrées des valeurs propres associées au premier mode.

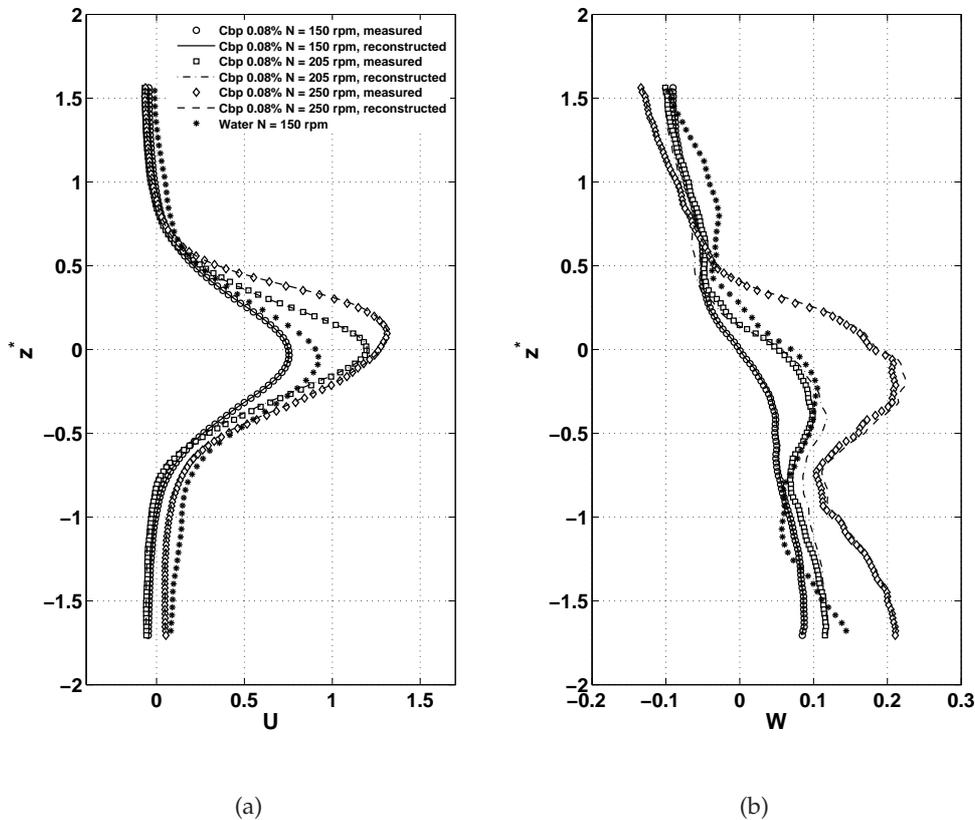


Figure 5.23 – Vitesses radiales et axiales moyennes pour l'eau à 150 rpm et le Carbopol 980 à 150, 205 et 250 rpm à $r/R = 1,07$: (a) vitesses radiales U , (b) vitesses axiales W . Les traits continus représentent les vitesses reconstruites du mode 1 avec la POD.

Selon l'équation (5.18), on peut reconstruire le champ de vitesse du mode 1. Ce champ reconstruit est comparé à la moyenne statistique des mesures de champs de vitesses instantanées (voir figure 5.23). Sur la figure 5.23, on constate qu'il y a un très bon accord entre la moyenne statistique et les données reconstruites à partir du premier mode pour les trois vitesses d'agitation. Cette comparaison prouve que le mode 1 représente exactement le mouvement moyen.

V.B.B Champ organisé associé aux modes 2 et 3

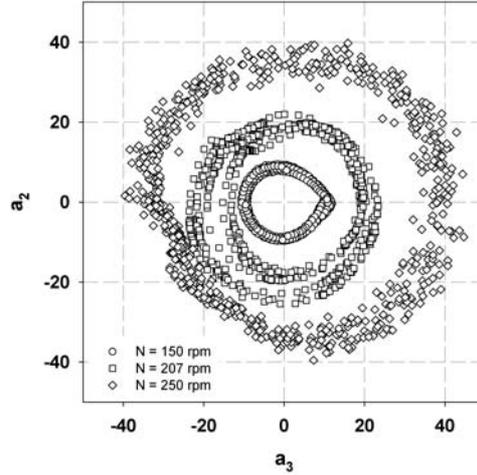


Figure 5.24 – Coefficients $a_k^{(2)}$ en fonction de $a_k^{(3)}$ pour les trois vitesses d’agitation (150, 205 et 250 rpm).

van Oudheusden *et al.* (2005) ont montré que lorsque les modes POD était couplés (du même ordre), ils représentaient un phénomène périodique. Dans notre étude (voir figure 5.19), le second et le troisième mode sont relativement proches pour les trois vitesses d’agitation. Les mesures n’étant pas résolues en temps, il n’est pas possible de tracer les évolutions temporelles aux mêmes instants de $a_k^{(2)}$ et $a_k^{(3)}$. En revanche, il est possible de tracer les k réalisations du couple $(a_k^{(2)}; a_k^{(3)})$. Les couples tirés des 700 paires d’images sont représentés sur la figure 5.24. Chaque série de points correspond à un cercle ayant comme équation :

$$\frac{a_k^{(2)2}}{2\lambda_2} + \frac{a_k^{(3)2}}{2\lambda_3} = 1. \quad (5.19)$$

Le rayon de chaque cercle est donné par $\sqrt{2\lambda_2} \approx \sqrt{2\lambda_3}$. Il augmente lorsque la vitesse d’agitation augmente. La nature périodique du mouvement lié aux modes organisés 2 et 3 peut être exprimé sous forme sinusoïdale comme dans les travaux de Ducci *et al.* (2007) et Doulgerakis *et al.* (2011) :

$$\widetilde{U}_k = \sum_{I=1}^3 a_k^{(I)} \phi_I = \sqrt{2\lambda_2} \cos(\varphi_k) \phi_2 + \sqrt{2\lambda_3} \sin(\varphi_k) \phi_3, \quad (5.20)$$

avec la position angulaire φ_k égale à $2\pi ft_k$ où f est la fréquence de rotation du mobile. Les paramètres $\sqrt{2\lambda_2}$ et $\sqrt{2\lambda_3}$ ont la dimension d’une vitesse. Le champ de vitesse reconstruit à partir de l’équation (5.20) est représenté sur la

figure 5.25 à trois positions angulaire ($0, \pi/4$ et $\pi/2$). Les deux vortex ayant un sens de rotation opposé sont biens visibles sur ces champs. Sur la figure 5.25, pour une meilleure visibilité, les lignes de courant sont aussi reportées.

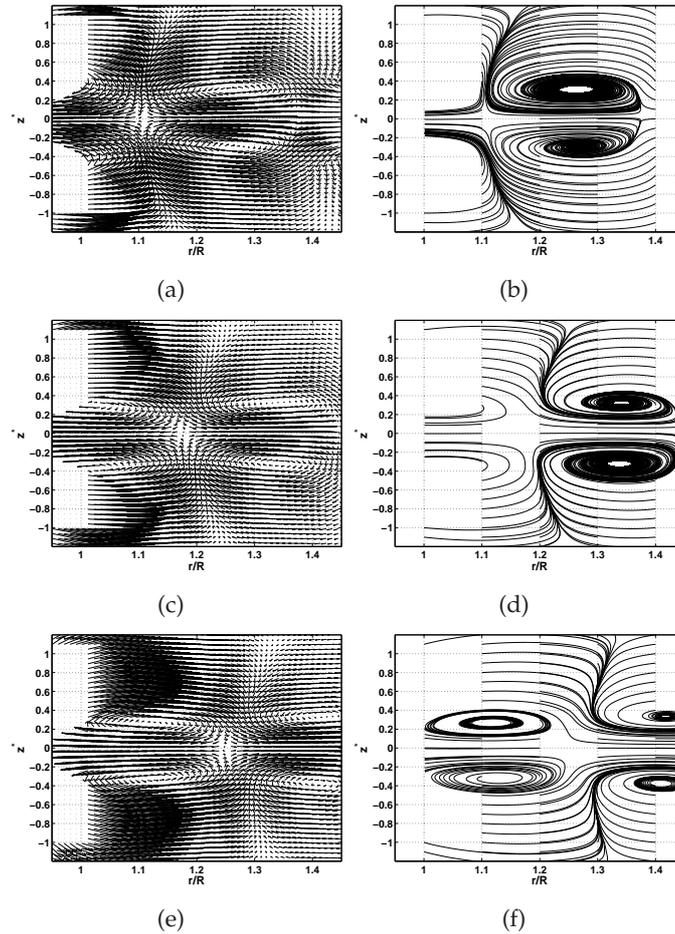


Figure 5.25 – Champs de vecteurs et lignes de courant associées au mouvement organisé des modes 2 et 3 (équation (5.20)) : (a) et (b) $\phi = 0$, (c) et (d) $\phi = \pi/4$, (e) et (f) $\phi = \pi/2$.

V.B.C Champ turbulent associé aux modes supérieurs à 3

En utilisant les modes supérieurs à 3, on peut reconstruire la vitesse turbulente :

$$U'_k = \sum_{I=4}^M a_k^{(I)} \phi_I. \quad (5.21)$$

A partir de cette reconstruction, on obtient les champs de vitesses turbulentes (u'_k, w'_k) . Les distributions des composantes radiales et verticales de la vitesse

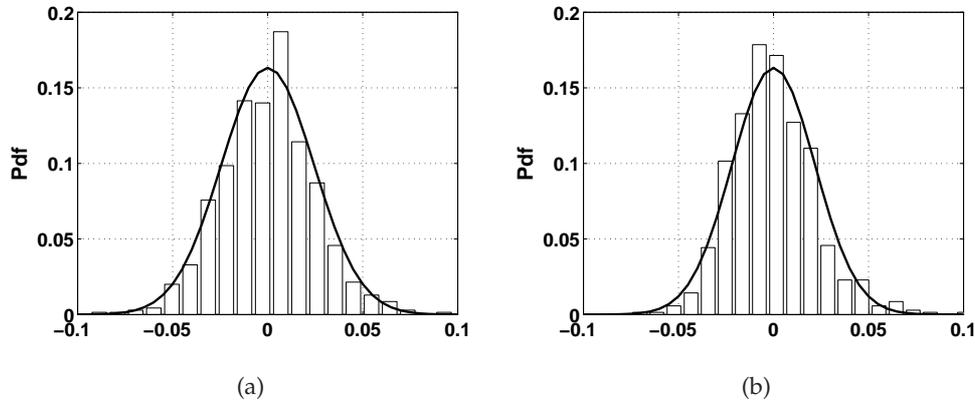


Figure 5.26 – Distributions normalisées des vitesses turbulentes radiales et axiales pour un point dans le jet du mobile pour $N = 150$ rpm.

turbulente en un point de mesure proche de la pale sont présentées sur la figure 5.26. Ces distributions sont de type Gaussien représentatives de la turbulence. La distribution Gaussienne peut être représentée par la fonction :

$$B(u') = \frac{1}{\sqrt{2\pi \cdot \sigma_u^2}} \exp\left(-\frac{u'^2}{2\sigma_u^2}\right). \quad (5.22)$$

Ce modèle est également représenté sur la figure 5.26 avec $\sigma_u = 0,024 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ et $\sigma_w = 0,022 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. On observe un bon accord entre les modèles de distribution Gaussien et les distributions expérimentales. A partir des données reconstruites de la vitesse turbulente, il est possible de calculer l'énergie cinétique turbulente :

$$k' = \frac{3}{4} (\overline{u'^2} + \overline{w'^2}). \quad (5.23)$$

Des profils verticaux de la racine carrée de l'énergie cinétique turbulente normalisée par la vitesse en bout de pale U_{tip} sont présentés sur la figure 5.27a pour une position égale à $r/R = 1.07$. Ce rapport donne une bonne approximation de l'intensité turbulente qui est comprise entre 5 et 20% suivant les conditions. Dans les travaux de [Escudié & Liné \(2003\)](#), les profils obtenus dans l'eau avaient une allure similaire mais avec un maximum compris entre 40 et 50% d'intensité turbulente. Pour la même vitesse d'agitation (150 rpm) la diminution d'intensité turbulente de 50 à 5% s'explique par le fait que le nombre de Reynolds dans le travail de [Escudié & Liné \(2003\)](#) était de 56250 alors que dans le cas du Carbopol à 150 rpm le nombre de Reynolds est de l'ordre de la centaine. Cette valeur pourrait laisser penser que l'écoulement n'est pas turbulent. En fait, il n'est effectivement pas pleinement turbulent dans toute la cuve mais les résultats montrent qu'il l'est dans une zone proche du mobile. On rappelle également que ce nombre de Reynolds est calculé à la valeur de la viscosité apparente du taux de cisaillement moyen de [Metzner & Otto \(1957\)](#). On verra

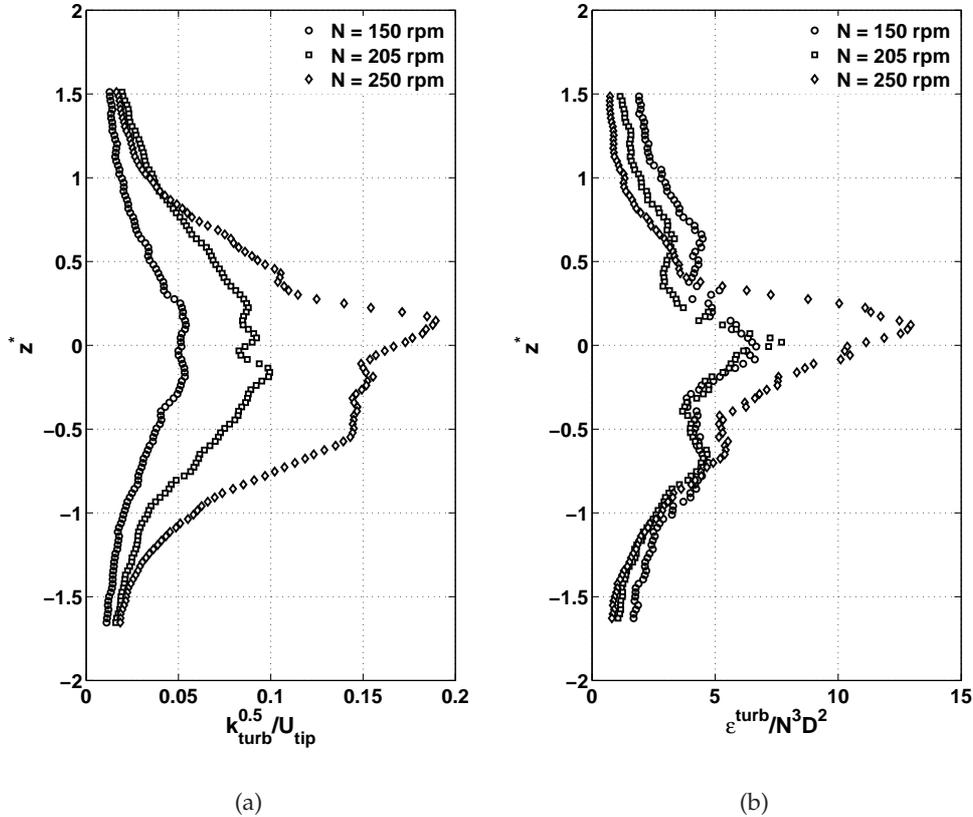


Figure 5.27 – Profils normalisés d'énergie cinétique turbulente et du taux de dissipation dans le Carbopol 0.08% à trois vitesses d'agitation.

par la suite que dans la zone du mobile, le taux de cisaillement est fortement sous-estimé par ce type de corrélation.

Des profils verticaux du taux de dissipation normalisé par $N^3 D^2$ sont représentés sur la figure 5.27b pour une position radiale égale à $r/R = 1,07$. A l'extérieur du jet, les valeurs de $\epsilon^{turb} / N^3 D^2$ sont relativement proches pour les trois vitesses et comprises entre 1 et 2. Dans la région du jet, les profils présentent leur maximum avec des valeurs comprises entre 5 et 10. Il est intéressant de noter que pour l'ensemble du réacteur la valeur normalisée de la dissipation s'écrit :

$$\frac{\langle \epsilon^{tot} \rangle}{N^3 D^2} = \frac{4Np_0}{27\pi}. \quad (5.24)$$

Cette équation est valable dans le cas d'une configuration mono étagée avec un mobile ayant un rapport D/T égal à $1/3$. Pour une turbine de Rushton, en considérant un nombre de puissance égal à 5, la dissipation normalisée vaut 0,23. Ceci montre que dans le jet du mobile la dissipation turbulente peut être de 5 à 20 – 40 fois supérieure à la dissipation moyenne dans la cuve.

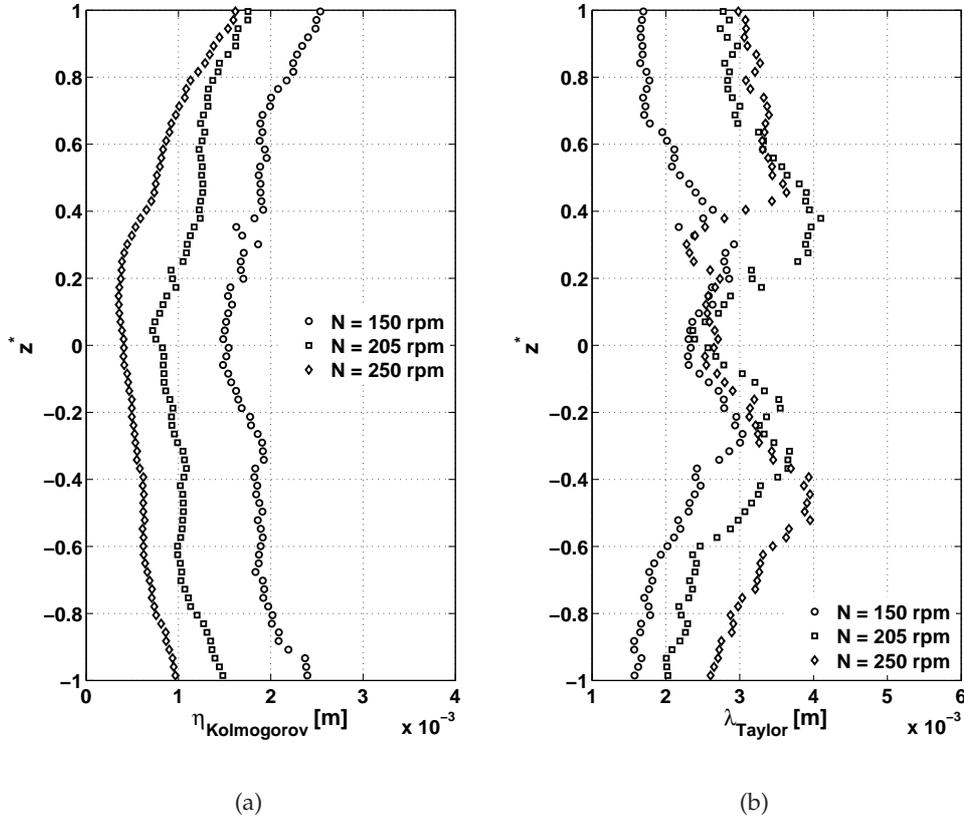


Figure 5.28 – Profils verticaux des échelles caractéristiques de la turbulence à $r/R = 1,07$: (a) échelle de Kolmogorov η , (b) micro échelle de Taylor λ .

A partir de l'énergie cinétique turbulente et du taux de dissipation, il est possible de calculer les échelles caractéristiques de la turbulence. La micro échelle de Taylor est définie comme :

$$\lambda_{Taylor} = \sqrt{\frac{10 \mu_a k'}{\rho_l \epsilon^{turb}}}, \quad (5.25)$$

et l'échelle de Kolmogorov :

$$\eta_{Kolmogorov} = \left(\frac{\mu_a^3}{\rho_l^3 \cdot \epsilon^{turb}} \right)^{1/4}. \quad (5.26)$$

Ces deux échelles de longueur ont été calculées et sont représentées sur la figure 5.28. L'échelle de Kolmogorov est comprise entre 0,5 et 2 mm tandis que la micro échelle de Taylor est comprise entre 2 et 4 mm. Ces échelles, calculées au niveau local, sont du même ordre de grandeur que la résolution spatiale de traitement des champs de vitesses. La mesure des plus petites échelles de la turbulence est donc validée.

V.C Décomposition des différents taux de cisaillement

Jusqu'à présent, la détermination du cisaillement moyen était basée sur la corrélation de Metzner & Otto (1957). Les résultats ci-dessus indiquent que la résolution spatiale est suffisante pour capturer les plus petites échelles du mouvement turbulent. Ceci nous permet de penser que les gradients de vitesse et donc le taux de cisaillement local soient correctement mesurés. Pour la cas d'un fluide non Newtonien, la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique s'écrit :

$$\epsilon = 2 \cdot \frac{\mu_a}{\rho} \overline{S : S}. \quad (5.27)$$

De la même façon, le taux de cisaillement peut être estimé localement :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{2 \cdot \overline{S : S}}. \quad (5.28)$$

Il s'écrit de la façon suivante :

$$\begin{aligned} \dot{\gamma}^2 = & 2 \cdot \left(\frac{\partial U^2}{\partial x} + \frac{\partial V^2}{\partial y} + \frac{\partial W^2}{\partial z} \right) + \frac{\partial V^2}{\partial x} \\ & + \frac{\partial U^2}{\partial y} + \frac{\partial U^2}{\partial z} + \frac{\partial W^2}{\partial x} + \frac{\partial V^2}{\partial z} + \frac{\partial W^2}{\partial y} \\ & + 2 \cdot \left(\frac{\partial U}{\partial z} \cdot \frac{\partial W}{\partial x} \right) + 2 \cdot \left(\frac{\partial U}{\partial y} \cdot \frac{\partial V}{\partial x} \right) + 2 \cdot \left(\frac{\partial V}{\partial z} \cdot \frac{\partial W}{\partial y} \right). \end{aligned} \quad (5.29)$$

Dans un premier temps, puisque le fluide est incompressible, on écrit que la divergence de la vitesse est nulle :

$$\frac{\partial U}{\partial x} + \frac{\partial V}{\partial y} + \frac{\partial W}{\partial z} = 0. \quad (5.30)$$

L'équation (5.29) devient alors :

$$\begin{aligned} \dot{\gamma}^2 = & 4 \cdot \frac{\partial U^2}{\partial x} + 4 \cdot \frac{\partial W^2}{\partial z} + 2 \cdot \left(\frac{\partial U}{\partial z} \cdot \frac{\partial W}{\partial x} \right) + \frac{\partial V^2}{\partial x} \\ & + \frac{\partial U^2}{\partial y} + \frac{\partial U^2}{\partial z} + \frac{\partial W^2}{\partial x} + \frac{\partial V^2}{\partial z} + \frac{\partial W^2}{\partial y} + 2 \cdot \left(\frac{\partial U}{\partial z} \cdot \frac{\partial W}{\partial x} \right) \\ & + 2 \cdot \left(\frac{\partial U}{\partial y} \cdot \frac{\partial V}{\partial x} \right) + 2 \cdot \left(\frac{\partial V}{\partial z} \cdot \frac{\partial W}{\partial y} \right). \end{aligned} \quad (5.31)$$

Enfin, d'après les études de Huchet *et al.* (2009) et Delafosse *et al.* (2011), il a été prouvé qu'en régime turbulent, des mesures dans un seul plan sont suffisantes. On peut donc écrire :

$$\dot{\gamma}^2 \approx 4 \cdot \frac{\partial U^2}{\partial x} + 4 \cdot \frac{\partial W^2}{\partial z} + 4 \cdot \left(\frac{\partial U}{\partial z} \cdot \frac{\partial W}{\partial x} \right). \quad (5.32)$$

Dans l'équation (5.27), le tenseur des contraintes S s'exprime sous la forme :

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial U_i}{\partial x_j} + \frac{\partial U_j}{\partial x_i} \right). \quad (5.33)$$

Si l'on considère les modes obtenus par la POD, et que l'on écrit la vitesse sous la forme :

$$U_{i,k} = \sum_{I=1}^M a_k^{(I)} U_{i,j}, \quad (5.34)$$

on peut décomposer la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique comme la somme de la dissipation par le mouvement moyen, le mouvement organisé et le mouvement turbulent :

$$\begin{aligned} \epsilon &= \epsilon^{(moy)} + \epsilon^{(org)} + \epsilon^{(turb)} = 2 \cdot \frac{\mu_a(\dot{\gamma})}{\rho} \overline{S : S} \\ &= 2 \cdot \frac{\mu_a(\dot{\gamma})}{\rho} \left[\overline{S : S} + \overline{S^{(org)} : S^{(org)}} + \overline{s' : s'} \right] \end{aligned} \quad (5.35)$$

Ce résultat est très important pour la suite de l'analyse. En effet, cette équation permet d'écrire le taux de cisaillement comme résultant des différents mouvements :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\dot{\gamma}^{(moy)^2} + \dot{\gamma}^{(org)^2} + \dot{\gamma}^{(turb)^2}}. \quad (5.36)$$

La distribution locale du taux de cisaillement est présentée sur la figure 5.29 pour le cas du Carbopol à 0,08% à 150 rpm avec les différentes contributions aux trois mouvements (moyen 5.29a, organisé 5.29b et turbulent 5.29c). En termes de valeurs maximales, le taux de cisaillement du mouvement turbulent est le plus important (200 s^{-1}). Les taux de cisaillements du mouvement moyen et organisé sont eux plus faibles (100 s^{-1} pour le mouvement moyen et 50 s^{-1} pour le mouvement organisé). Ce résultat est assez différent de ce qui avait été trouvé pour le cas de l'eau à la même vitesse. En eau, [Escudié & Liné \(2003\)](#) ont montré que la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique était principalement due à la turbulence. Dans notre cas, les taux de cisaillements (dissipations associées (voir équation (5.35))) sont du même ordre de grandeur. On ne peut donc pas négliger un des termes. Le taux de cisaillement résultant des trois composantes du mouvement est présenté sur la figure 5.29d pour la vitesse égale à 150 rpm. Il est maximal juste devant la pale de l'agitateur, là où le taux de cisaillement était important. Plus loin dans le jet, le taux de cisaillement est dû aux mouvements moyen et organisé. Le taux de cisaillement total est aussi représenté pour les deux autres vitesses d'agitation (205 et 250 rpm) sur les figures 5.29e et 5.29f. On constate sur ces figures que les valeurs maximales sont moins restreintes à la pale. Pour les trois vitesses, le taux de cisaillement maximal est proche de 200, 400 et 800 s^{-1} pour les vitesses égales à 150, 205 et 250 rpm respectivement.

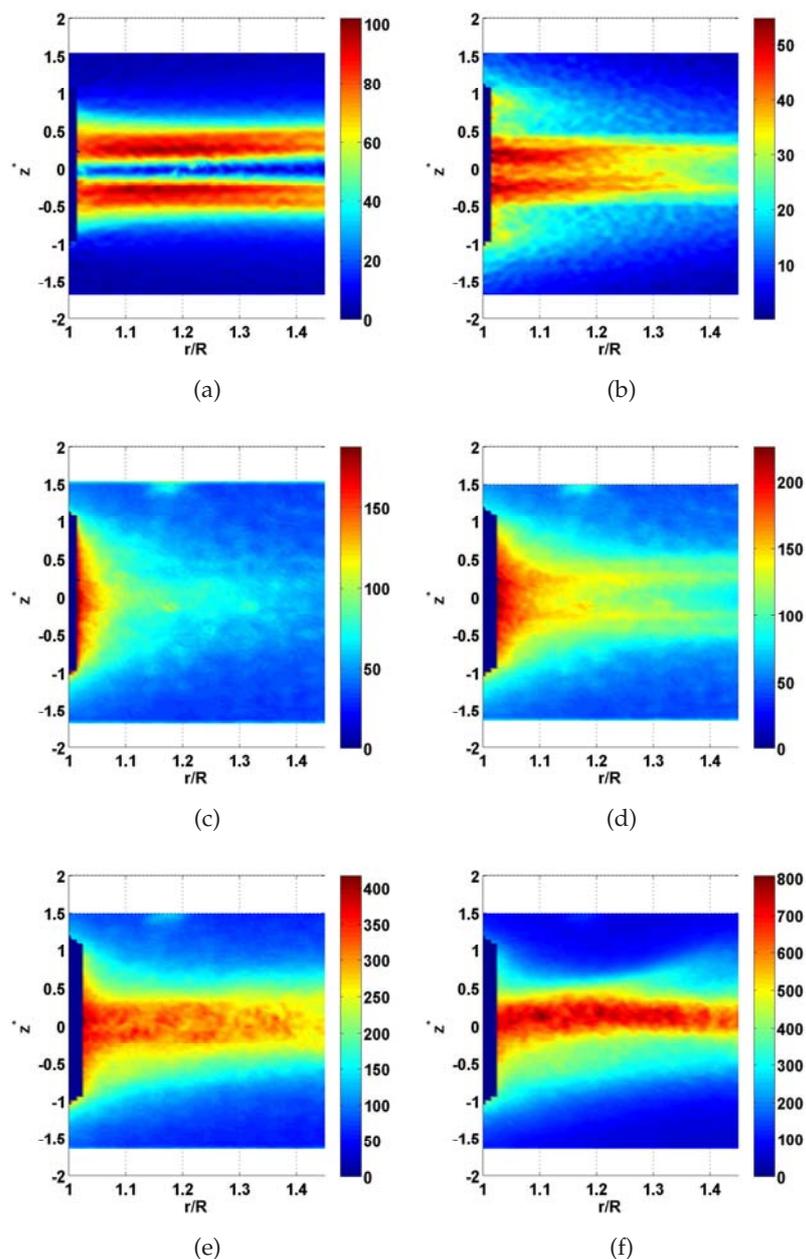


Figure 5.29 – Taux de cisaillement local : (a) du mouvement moyen à 150 rpm, (b) du mouvement organisé à 150 rpm, (c) du mouvement turbulent à 150 rpm, (d) total à 150 rpm, (e) total à 205 rpm, (f) total à 250 rpm.

Approche basée sur la dissipation

En reprenant l'expression du taux de cisaillement de [Henzler & Kauling \(1985\)](#) et en faisant apparaître la dissipation, on obtient :

$$\dot{\gamma}^{n+1} = \frac{\rho \cdot \epsilon}{K}. \quad (5.37)$$

En supposant une évolution de la dissipation turbulente en $N^3 D^2$, cela impliquerait une évolution du taux de cisaillement en $N^{3/1+n}$. Pour le cas du Carbopol à 0,08%, $3/1 + n$ vaut 2,3. Avec un rapport de vitesse égal à $250/150 = 1,6$, on s'attendrait à une augmentation du taux de cisaillement de l'ordre de $1,6^{2,3} \approx 3$. Or on observe une augmentation de l'ordre de $3,5 - 4$. Ce résultat n'est pas surprenant car sur la figure 5.27b, on avait vu que le ratio $\epsilon/N^3 D^2$ était deux fois plus grand pour la vitesse égale à 252 rpm que pour les deux autres vitesses.

En revanche, sur la figure 5.27b, en dehors de la zone du jet, $z^* = \pm 0,5$, le ratio $\epsilon/N^3 D^2$ est constant et proche de 5. Sur les données moyennées, le ratio $\langle \epsilon \rangle / N^3 D^2$ était proche de 0,25. Dans ce cas, on peut écrire que pour une zone proche de la pale ($z^* = \pm 0,5$), la dissipation locale est égale à 20 fois la dissipation globale dans la cuve :

$$\frac{\epsilon}{N^3 D^2} \approx 20 \frac{\langle \epsilon \rangle}{N^3 D^2} \approx \frac{20}{\rho V} \cdot \rho \cdot N p N^3 D^5 \approx N p, \quad (5.38)$$

en considérant un réacteur standard mono étagé avec un rapport D/T égal à $1/3$. Avec l'hypothèse d'un ratio $\epsilon/N^3 D^2$ proche de 5, on peut donc écrire que le taux de cisaillement comme :

$$\dot{\gamma} \approx \left(\frac{\rho N p D^2}{K} \right) \cdot N^{\frac{3}{1+n}}. \quad (5.39)$$

Cette relation est proche de celle proposée par [Sanchez Perez et al. \(2006\)](#) (équation 24). Seul la constante diffère.

Approche basée sur l'analyse des distributions de taux de cisaillement dans et hors du jet

Une autre façon d'analyser les taux de cisaillement au sein de la cuve consiste à calculer les distributions de taux de cisaillement dans différentes zones du réacteur. Sur la figure 5.30, la distribution de taux de cisaillement dans le jet de l'agitateur est représentée. A partir de cette figure, on peut extraire trois valeurs du taux de cisaillement. Premièrement, même si cette valeur peut être discutée, on peut estimer le taux de cisaillement maximum ($\dot{\gamma}_{max}$) observé dans le fenêtré de mesure. Ensuite, on observe deux pics d'intensité importante. A partir de ces pics, qui correspondent à deux valeurs les plus probables, on peut déduire le taux de cisaillement du jet ($\dot{\gamma}_{jet}$). Cette valeur correspond à une valeur proche du jet du mobile. On peut aussi estimer la valeur du deuxième pic le plus probable ($\dot{\gamma}_{mobile}$).

Il est aussi possible d'estimer une valeur du taux de cisaillement loin de l'agitateur. Pour cela, la distribution est calculée à partir des données des zones 1, 3 et 4 (voir dispositif PIV page 56). La distribution est présentée sur la figure 5.31. Cette distribution présente qu'une seule valeur la plus probable que l'on appellera $\dot{\gamma}_{loin}$.

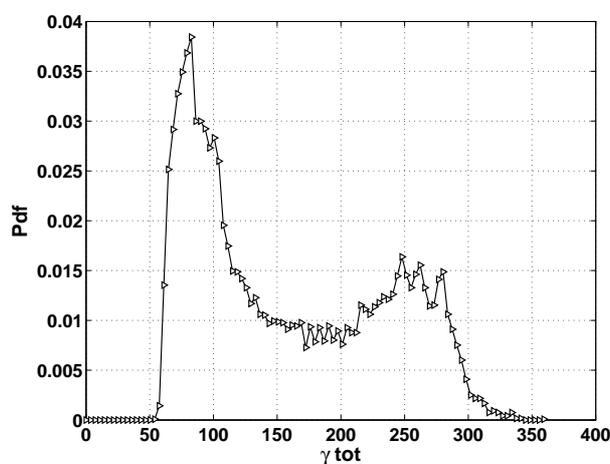


Figure 5.30 – Distribution du taux de cisaillement dans la zone de jet pour le Carbopol 0,08% à 205 rpm.

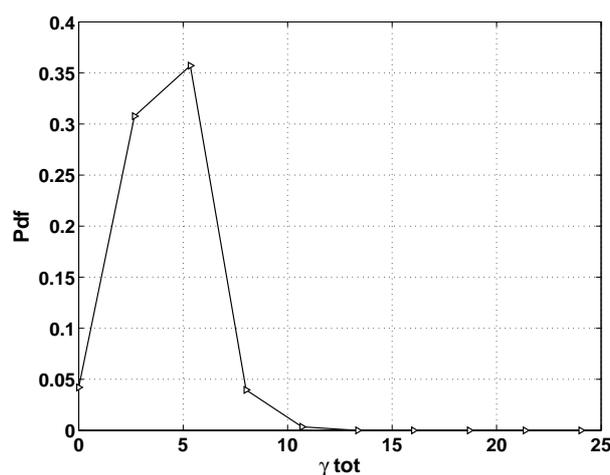


Figure 5.31 – Distribution du taux de cisaillement dans les zones hors du jet de l'agitateur pour le Carbopol 0,08% à 205 rpm.

Ces différents taux de cisaillements ont été calculés pour le cas du Carbopol à 0,08% et pour les trois vitesses d'agitation. Ils sont reportés sur la figure 5.32 en fonction de la puissance dissipée volumique dans le réacteur. $\dot{\gamma}_{max}$ et $\dot{\gamma}_{jet}$ montrent clairement une forte évolution par rapport à la puissance dissipée qui est cohérente avec l'équation (5.39) en $N^{3/1+n}$. $\dot{\gamma}_{mobile}$ et $\dot{\gamma}_{loin}$ sont eux beaucoup plus faibles que $\dot{\gamma}_{max}$ et $\dot{\gamma}_{jet}$. Les modèles de Metzner & Otto (1957) et Henzler & Kauling (1985) sont situés entre $\dot{\gamma}_{mobile}$ et $\dot{\gamma}_{loin}$. La figure 5.32 montre qu'il existe une très forte hétérogénéité du taux de cisaillement au sein de la cuve. Leurs évolutions respectives en fonction de la puissance dissipée ou de la vitesse d'agitation sont très différentes. Les modèles de Metzner & Otto (1957) et Henzler & Kauling (1985) donnent une bonne approximation du

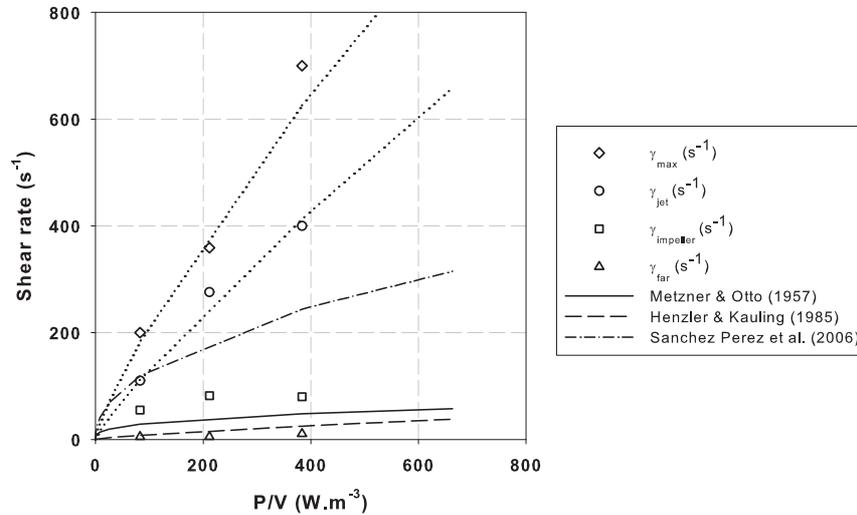


Figure 5.32 – Evolution des quatre taux de cisaillement dans le Carbopol 0.08% en fonction de la puissance dissipée volumique. Les résultats sont comparés avec des corrélations de la littérature.

taux de cisaillement dans une zone autour ou éloignée du mobile. En revanche, ils sous estiment fortement le taux de cisaillement proche du mobile. De plus notre cas, l'utilisation de la corrélation de Metzner & Otto (1957) ne prédit pas de modification du taux de cisaillement par rapport au milieu. Or, les taux de cisaillements mesurés dans le Carbopol à 0,08% sont bien inférieurs aux taux de cisaillements mesurés par Escudié & Liné (2003) dans la zone de jet. En effet, dans leur étude, ils trouvent un ratio $\epsilon/N^3 D^2$ entre 5 et 10 dans la zone de jet. En prenant la valeur de ce ratio et en combinant avec l'équation (5.37), on obtiendrait une valeur de taux de cisaillement comprise entre 1300 et 1800 s⁻¹ pour de l'eau à 150 rpm dans le même système, ce qui est 50 fois plus grand que ce que donne la corrélation de Metzner & Otto (1957).

V.D Hétérogénéité de viscosité apparente au sein de la cuve

Dans les chapitres précédents, on a montré que pour le calcul du nombre de Reynolds ou pour les corrélations de transfert de matière, la viscosité apparente utilisée était celle correspondant à un taux de cisaillement moyen, lui même calculé par une corrélation. Grâce à la mesure PIV, le taux de cisaillement a été mesuré localement dans plusieurs zones représentatives dans la cuve. Connaisant localement la valeur du taux de cisaillement, il est désormais possible de calculer la viscosité apparente locale. Cette viscosité apparente locale peut ensuite être moyennée $\mu_a(\langle\dot{\gamma}\rangle)$ et comparée à la viscosité apparente calculée pour le taux de cisaillement moyen $\langle\mu_a(\dot{\gamma})\rangle$. Cette comparaison est faite dans le ta-

bleau 5.5 pour deux zones : une proche du mobile (Z_s) et l'autre dans toute la cuve (Z_{tot}). Même si le volume de la cuve n'est pas totalement représenté par les zones de mesure, cette comparaison semble représentative de ce qui se passe dans le réacteur.

Tableau 5.5 – Comparaison entre les viscosités apparentes calculées pour un taux de cisaillement moyen et moyenne des viscosités apparentes locales.

N [rpm]	Z_s		Z_{tot}		Z_s	Z_{tot}	$\frac{\langle \dot{\gamma} \rangle_{Z_s}}{N^{\frac{3}{1+n}}}$	$\frac{\langle \dot{\gamma} \rangle_{Z_{tot}}}{N}$
	$\mu_a(\langle \dot{\gamma} \rangle)$	$\langle \mu_a(\dot{\gamma}) \rangle$	$\mu_a(\langle \dot{\gamma} \rangle)$	$\langle \mu_a(\dot{\gamma}) \rangle$	$\langle \dot{\gamma} \rangle$	$\langle \dot{\gamma} \rangle$		
150	0,27	0,29	0,88	2,7	85,5	15,7	10,1	6,3
205	0,18	0,20	0,69	2,6	159	21,5	9,1	6,3
250	0,13	0,17	0,56	2,25	270	29	9,75	6,9

Tout d'abord, dans le tableau 5.5, on retrouve des différences significatives de valeurs de taux de cisaillement dans la zone du jet et dans le reste de la cuve. Dans le jet, le taux de cisaillement moyen $\langle \dot{\gamma} \rangle_{Z_s}$ est pratiquement 10 fois plus important que dans le reste de la cuve $\langle \dot{\gamma} \rangle_{Z_{tot}}$. Si on normalise $\langle \dot{\gamma} \rangle_{Z_s}$ par $N^{3/1+n}$ et $\langle \dot{\gamma} \rangle_{Z_{tot}}$ par N , on s'aperçoit que les deux rapports sont relativement constants, ce qui valide les précédentes conclusions sur les hétérogénéités de taux de cisaillement dans la cuve et leur évolution respectives par rapport à la vitesse d'agitation. Dans le jet du mobile, le taux de cisaillement est directement relié à la puissance dissipée sous la forme de l'équation (5.39). Loin du mobile, le taux de cisaillement est directement proportionnel à la vitesse d'agitation comme dans l'équation de Metzner & Otto (1957).

Dans la zone du jet, la viscosité apparente calculée à partir du taux de cisaillement moyen $\mu_a(\langle \dot{\gamma} \rangle)$ dans cette même zone est comparable à la moyenne de la viscosité apparente mesurée localement $\langle \mu_a(\dot{\gamma}) \rangle$. Ceci prouve que dans cette zone, le taux de cisaillement est relativement constant. En revanche, en prenant les données mesurées sur toute la cuve, la même conclusion ne peut pas être faite. En effet, les deux méthodes de calcul de la viscosité apparente diffèrent d'un facteur compris entre 2 et 4. Cette différence s'explique par la forte hétérogénéité de taux de cisaillement rencontrée dans la cuve.

Enfin, si l'on compare les moyennes de viscosités apparentes calculées dans la zone du jet et dans la zone totale, on se rend compte qu'il y a un ordre de grandeur de différence. Même si cette conclusion ne reste valable que pour ce type de fluide et dans les conditions de l'étude, cette donnée quantifiée permet de poser des questions quant à la façon de calculer le nombre de Reynolds ou la viscosité apparente moyenne dans le cas de la prédiction du transfert de matière.

VI Influence du mobile sur le taux de cisaillement

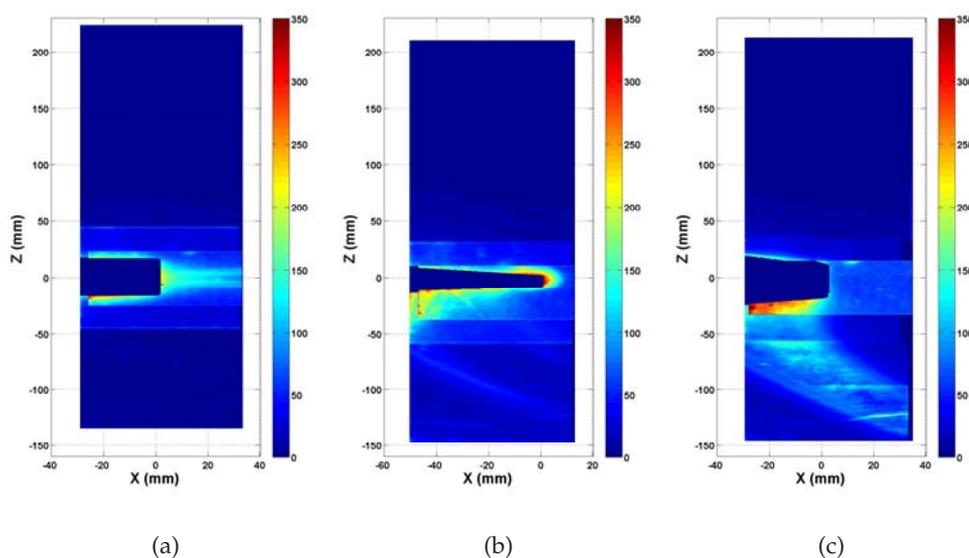


Figure 5.33 – Champs de taux de cisaillement à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$ dans du Carbopol 0,08% pour différents mobiles dans toute la zone d'étude : (a) R, (b) A310, (c) A315.

Dans l'industrie, certains mobiles d'agitation sont vendus comme des mobiles « peu cisailants ». Cette dénomination ne repose pas réellement sur des données quantitatives et un certain flou est entretenu autour de celle-ci. Sur quelle base doit-on comparer les différents mobiles entre eux (vitesses d'agitation, vitesse en bout de pale, nombre de puissance, puissance dissipée ? Jusqu'à ce jour il n'existe pas d'étude spécifique consacrée à la détermination expérimentale du taux de cisaillement local pour plusieurs mobiles. Pour le cas de l'eau, on a vu précédemment qu'il était difficile d'obtenir des données qui captent entièrement toutes les échelles de la turbulence. En effet, pour capter toutes les échelles de la turbulence, il faut que la résolution spatiale soit de l'ordre de grandeur de l'échelle de Kolmogorov. Le développement conjoint de la PIV et de la POD dans ce chapitre a permis de valider la mesure fine du taux de cisaillement. Ce développement relativement lourd à mettre en œuvre, nous permet de pouvoir comparer différents mobiles d'agitation pour un même fluide. Durant tout ce manuscrit, on a vu l'importance de la puissance dissipée volumique sur le transfert global, le temps de mélange, la formation de cavernes. Il apparaît donc évident de choisir ce paramètre pour la comparaison des taux de cisaillement suivant différents mobiles. Les fenêtres d'acquisition des vitesses ne nous permettent pas de conclure de façon claire et définitive sur le taux de cisaillement généré par plusieurs mobiles à même puissance dissipée puisque les zones de forts gradients ne sont pas entièrement prises en compte.

Néanmoins, ils donnent des pistes de réflexion intéressantes. Sur la figure 5.33, on a représenté le taux de cisaillement local pour trois mobiles fonctionnant à $83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$ dans du Carbopol à 0,08%. Comme on l'a vu précédemment, pour la turbine de Rushton, les zones de forts taux de cisaillements se situent principalement devant la pale. Pour le mobile *A310*, les zones de forts taux de cisaillement se situent à la fois au bout de la pale mais aussi plus au centre. Le mobile *A315-D* génère lui, uniquement des forts gradients en son centre. Dans les trois cas, on constate que les gammes de taux de cisaillement sont sensiblement les mêmes. Pourtant, les vitesses d'agitation sont très différentes (150 rpm pour la Rushton et 282 rpm pour le mobile *A315-D*). Aussi les diamètres de la turbine de Rushton est de 0,15 m alors que celui du mobile *A310* est de 0,193 m. Ce résultat semble montrer que le taux de cisaillement est contrôlé majoritairement par la puissance dissipée. Dans tous les cas, on observe des valeurs maximales importantes même pour des mobiles dits « peu cisailants » (mobiles *A310* et *A315-D*).

VII Conclusion sur le chapitre 5

Dans ce chapitre, une attention particulière a été apportée à la validation de la mesure. Cette validation est réalisée en effectuant des mesures en eau et en les comparant à plusieurs endroits aux données publiées dans la littérature. Des résultats très proches sont obtenus à la fois sur les grandeurs moyennes mais aussi sur les grandeurs fluctuantes.

Les champs de vitesses moyennes ont ensuite été analysés pour de l'eau et des milieux non-Newtoniens pour plusieurs vitesses d'agitation et mobiles. L'analyse du champ moyen permet de comprendre les différences qu'il peut y avoir suivant les différents types de mobiles et de comprendre les évolutions suivant la vitesse d'agitation. Cette base de données peut également constituer une première base de validation pour de la simulation d'écoulement dans des logiciels de Mécanique des Fluides Numérique (MFN).

La POD a été appliquée pour le cas du Carbopol à 0,08% pour le cas d'une turbine de Rushton fonctionnant à trois vitesses d'agitation. Cette méthode a permis de décomposer le champ de vitesse selon les différentes composantes du mouvement. La comparaison entre les profils de vitesses moyennes et le champ reconstruit du mode 1 a permis de montrer que le premier mode était exactement le champ moyen. Les modes 2 et 3 présentent des composantes énergétiques équivalentes et couplées. Ces deux modes présentent des structures rotatives qui s'apparentent à des vortex trainant qui sont créés à chaque passage de la pale. Les vitesses reconstruites avec les modes supérieurs à 3 présentent des caractéristiques Gaussiennes qui peuvent s'apparenter à de la turbulence. Il a donc été possible, à partir des ces modes, de calculer l'énergie cinétique

turbulente et la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique turbulente. Grâce à ces grandeurs, il est possible de calculer les échelles de la turbulence (échelle de Kolmogorov et micro échelle de Taylor. Ces échelles ont été comparées à la résolution du système d'acquisition et permettent de valider la mesure des plus petites échelles. Grâce à la POD, les différentes contributions du mouvement moyen, organisé et turbulent à la dissipation visqueuse de l'énergie cinétique turbulente ont pu être détaillées. Contrairement au cas de l'eau, les contributions du mouvement moyen et organisé ne peuvent pas être négligées.

Les distributions de taux de cisaillement dans différentes zones du réacteur ont mis en évidence la forte hétérogénéité spatiale de cette grandeur. L'analyse des distributions a permis de tirer quatre taux de cisaillements caractéristiques qui ont chacun une évolution différente suivant la puissance dissipée (ou la vitesse d'agitation). Cette disparité de taux de cisaillement explique les différentes utilisations de corrélation de la littérature. Néanmoins, il semble que le taux de cisaillement dépende à la fois du fluide, du réacteur et du type d'agitateur. Une corrélation prenant en compte seulement la vitesse d'agitation ne saurait expliquer les différents comportements observés. De même que pour les vitesses moyennées, l'étude du Carbopol à 0,08% offre des informations quantitatives des grandeurs turbulentes dans un fluide à rhéologie complexe fonctionnant en régime transitoire. Ces résultats pourront donc être utilisés pour valider des codes de calcul de MFN.

En étudiant plus en détail l'évolution de la dissipation turbulente dans le jet de l'agitateur, il a été possible d'établir une loi permettant d'estimer le taux de cisaillement dans une zone proche du mobile. Cette estimation repose sur une valeur du ratio $\epsilon/N^3 D^2$ proche de 5. Cette expression peut également être utilisée en eau puisque dans les travaux de [Escudie & Liné \(2003\)](#), un ratio entre 5 et 10 est observé.

Conclusion et perspectives

Ce travail avait pour objectif la compréhension et la prédiction des grandeurs clés du transfert de matière et du mélange nécessaires à l'extrapolation des réacteurs agités opérant avec des fluides à rhéologie complexe. Cette problématique est d'intérêt majeur sur le plan industriel, car l'extrapolation des procédés biologiques s'accompagne assez fréquemment d'une diminution du rendement ou de la productivité. Cette étude a été réalisée dans le cadre du développement des procédés de production de bio éthanol de seconde génération, et notamment sur l'étape de production de cellulase par *Trichoderma reesei*.

L'analyse de la littérature montre qu'il existe un lien important entre les performances de la réaction biologique et les conditions opératoires. Ce lien existe aussi bien à l'échelle industrielle qu'à l'échelle du laboratoire. L'extrapolation du procédé va potentiellement accentuer ces couplages, il apparaissait donc important de les quantifier et de les comprendre. Il était donc nécessaire de déterminer quels étaient les paramètres clés liés au transfert de matière et au mélange au niveau local et global, et si possible à différentes tailles de réacteur. A partir de ces informations, des expériences de réduction d'échelle ciblées pourront être envisagées pour représenter à l'échelle du laboratoire (moindre coût et meilleur contrôle) les fluctuations spatio-temporelles attendues à l'échelle industrielle. Cette stratégie permettra, à terme, d'effectuer un dimensionnement adapté en connaissant les diminutions éventuelles de performances.

Le chapitre 3 avait pour but de caractériser le milieu de culture du point de vue de la rhéologie. Le caractère non Newtonien de la suspension est dû à des interactions entre les filaments. Pendant la phase de croissance des microorganismes, la viscosité apparente du fluide augmente de façon importante avec la concentration en biomasse. Ensuite, lors de la phase de production de cellulases, la structure du milieu est modifiée et le milieu devient moins rhéofluidifiant et moins visqueux. Cette diminution coïncide avec une diminution de la demande en oxygène. L'étape de croissance est donc l'étape la plus décisive. Des milieux modèles (solutions aqueuses de polymères) ont ensuite été choisis et caractérisés en termes de rhéologie. Ils ont des comportements proches du milieu biologique lors de la phase de croissance. Certains milieux (XG, CMC) ont été choisis pour les essais de transfert de matière et de mélange. D'autres (Zetag, Carbopol), plus transparent, ont été utilisés pour les expériences de PIV.

Dans le chapitre 4, nous nous sommes intéressés à la prédiction de la puissance dissipée, du temps de mélange et du transfert de matière à l'échelle macroscopique. Un grand nombre de conditions opératoires ont été balayées (2 ou 3 types de mobiles, 3 taille du réacteur, une configuration mono ou bi étage, une grande gamme de vitesses superficielles et puissances dissipées). La forte dépendance du mobile par rapport à la diminution relative de puissance a été étudié, et ce, à deux échelles. Ces résultats peuvent donc permettre de

comprendre l'évolution de la diminution relative de puissance avec la taille du réacteur. Pour la formation de caverne et le transfert de matière global, le type de mobile ne semble pas avoir une grande importance à même puissance dissipée volumique. Ce résultat obtenu sur des milieux fortement non-Newtoniens est conforme avec la littérature traitant de mesures en eau. La perte de $k_l a$ liée à la viscosité a été caractérisée en détail, et on a vu que le taux de cisaillement pertinent était élevé en cuves agitées et bas pour les colonnes à bulles. Des corrélations pour l'extrapolation ont été développées. Elles synthétisent et formalisent une base de données extrêmement exhaustive, et sont d'utilité pour les projets de développement de procédés en cours. De façon générale, à même puissance dissipée et vitesse superficielle, on retrouve des valeurs proches de rétention de gaz et de transfert de matière global sur les deux tailles de cuve (à forte aération). Pour les deux échelles étudiées, il n'a malheureusement pas été possible de choisir un modèle de calcul du taux de cisaillement pour la viscosité apparente représentative du transfert de matière. Il a été mis en évidence, que les observations réalisées avec les milieux modèles reproduisaient plutôt bien la perte de $k_l a$ induite par la rhéologie observée durant la croissance des champignons. Les écarts entre milieux modèles et biologiques étant attribuables en grande partie à l'imprécision de la mesure de rhéologie dans ces suspensions de filaments. Enfin, sur la base des mesures de tailles de bulles réalisées en eau et solutions de CMC à trois tailles de cuves, une baisse importante du coefficient de transfert coté liquide k_l a été mise en évidence, ce qui permet de conclure sur l'effet de la rhéologie sur le transfert, qui impacte aussi bien l'aire d'échange entre gaz et liquide que la vitesse du transfert à la surface des bulles.

Le chapitre 5 a été consacré à l'étude locale du taux de cisaillement en milieux complexes par PIV. La méthode POD a été utilisée pour décomposer le champ de vitesse et analyser les différentes contributions du mouvement au taux de cisaillement. L'estimation locale des échelles de la turbulence a permis de valider la mesure non filtrée du taux de dissipation et du taux de cisaillement turbulents. Il apparaît une forte hétérogénéité du taux de cisaillement dans le réacteur. Ainsi, quatre taux de cisaillement caractéristiques ont été choisis en fonction des distributions spatiales. Leurs évolutions respectives par rapport à la puissance dissipée (ou vitesse d'agitation) ont été analysées et comparées aux corrélations de la littérature. Proche du mobile, le taux de cisaillement semble être fortement lié à la turbulence alors que loin du mobile, les lois établies en laminaire semblent plus adaptées. Les hétérogénéités spatiales de taux de cisaillement conduisent à des hétérogénéités en termes de viscosités apparentes. Un ordre de grandeur de différence a été observé entre les moyennes des viscosités apparentes dans le jet et dans la cuve. Enfin, à même puissance dissipée volumique, plusieurs mobiles ayant des comportements différents ont été comparés. Il en ressort que les gammes de taux de cisaillement observés sont très proches, ce qui pondère la dénomination donnée par les fabricants sur des mobiles dits « peu cisailants ». Dans le temps imparti à cette thèse, seules les

données PIV acquises avec le Carbopol et la turbine de Rushton ont pu être traitées en détail. Une base de données importante a été acquise avec le Zetag et d'autres agitateurs ; une première perspective consiste à exploiter plus profondément cette base de données originale.

Dans les études futures concernant l'extrapolation des fermenteurs pour la culture de champignons filamenteux, les études suivantes sont conseillées. Premièrement, il serait intéressant de faire un suivi rhéologique et morphologique sur des campagnes de croissance dans des fermenteurs de plus grande taille ($> 5 \text{ m}^3$) pour voir si le changement d'échelle a un impact sur la structure du milieu. Si l'on suit les modèles basés sur la fréquence de passage dans la zone du mobile, on devrait avoir des filaments de taille plus importante. En revanche, si les agrégats sont calibrés par des échelles liées à la turbulence, on devrait avoir des structures plus petites avec le changement d'échelle.

Des mesures de puissance devraient être réalisées à une taille plus importante que celles étudiées dans ce travail. Cette étude permettrait de valider les modèles proposés, ce qui améliorerait le dimensionnement du moteur d'agitation. Des mesures de transfert de matière en milieux non Newtonien (par exemple XG) pourraient aussi être réalisées à une échelle plus importante. Cela donnerait une information sur le taux de cisaillement à prendre en compte pour la prédiction du $k_L a$. En effet, la corrélation de Metzner & Otto (1957) prédit un taux de cisaillement moyen faible à grande taille puisque N diminue à l'extrapolation. On pourrait alors avoir une meilleure idée du taux de cisaillement clé pour le transfert de matière (dans la zone du mobile ou global). Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à des milieux modèles qui avaient des propriétés rhéologiques proches des milieux biologiques. Néanmoins, en cours de culture, on assiste parfois à la production de tensio actifs qui bloquent la coalescence et provoquent la formation de mousse. De plus les milieux biologiques contiennent une quantité importante de sels. Il serait alors intéressant d'ajouter des tensio actifs et/ou des sels dans les milieux modèles pour se rapprocher encore plus du comportement des milieux biologiques. Comme on l'a vu dans ce travail, les milieux modèles hétérogènes (suspensions de fibres de cellulose) présentent aussi des perspectives d'études intéressantes.

Les mesures PIV peuvent être approfondies et complétées par des essais dans d'autres milieux ou concentrations que celles étudiées ici. Le but étant de comprendre l'influence plus précise du type de mobile et de milieu sur le taux de cisaillement. Il serait intéressant aussi de comprendre et de quantifier l'évolution du taux de cisaillement avec le changement d'échelle. Pour cela, les méthodes expérimentales ne sont pas envisagées. Avec un réacteur plus grand, il sera difficile d'effectuer des mesures pour quantifier entièrement le taux de cisaillement près ou loin du mobile. Ainsi, il serait préférable d'utiliser la mécanique des fluides numérique couplée avec une modèle mono ou di phasique pour valider la simulation dans des conditions similaires à celles établies ici. Une fois la validation effectuée, l'extrapolation numérique du réacteur pourra

être faite. Il sera alors possible d'estimer le taux de cisaillement et la viscosité apparente dans tout le volume du réacteur.

Bibliographie

- Abrardi, V., Rovero, G., Baldi, G., Sicardi, S., & Conti, R. 1990. Hydrodynamics of a gas-liquid reactor stirred with a multi-impeller system. *Chemical Engineering Research and Design*, **68**(6), 516–522.
- Albaek, M. O., Gernaey, K. V., & Stocks, S. M. 2008. Gassed and ungassed power draw in a pilot scale 550 litre fermentor retrofitted with up-pumping hydrofoil B2 impellers in media of different viscosity and with very high power draw. *Chemical Engineering Science*, **63**(24), 5813–5820.
- Albaek, M. O., Gernaey, K. V., Hansen, M. S., & Stocks, S. M. 2011. Modeling enzyme production with *Aspergillus oryzae* in pilot scale vessels with different agitation, aeration, and agitator types. *Biotechnology and Bioengineering*, **108**(8), 1828–1840.
- Albaek, M. O., Gernaey, K. V., Hansen, M. S., & Stocks, S. M. 2012. Evaluation of the energy efficiency of enzyme fermentation by mechanistic modeling. *Biotechnology and Bioengineering*, **109**(4), 950–961.
- Allen, D. G., & Robinson, C. W. 1990. Measurement of rheological properties of filamentous fermentation broths. *Chemical Engineering Science*, **45**(1), 37–48.
- Alves, S. S., Maia, C. I., & Vasconcelos, J. M. T. 2004. Gas-liquid mass transfer coefficient in stirred tanks interpreted through bubble contamination kinetics. *Chemical Engineering and Processing*, **43**(7), 823–830.
- Amanullah, A., Hjorth, S. A., & Nienow, A. W. 1998. A new mathematical model to predict cavern diameters in highly shear thinning, power law liquids using axial flow impellers. *Chemical Engineering Science*, **53**(3), 455–469.
- Amanullah, A., Blair, R., Nienow, A. W., & Thomas, C. R. 1999. Effects of agitation intensity on mycelial morphology and protein production in chemostat cultures of recombinant *Aspergillus oryzae*. *Biotechnology and Bioengineering*, **62**(4), 434.
- Amanullah, A., Justen, P., Davies, A., Paul, G. C., Nienow, A. W., & Thomas, C. R. 2000. Agitation induced mycelial fragmentation of *Aspergillus oryzae* and *Penicillium chrysogenum*. *Biochemical Engineering Journal*, **5**(2), 109.
- Amanullah, A., McFarlane, C. M., Emery, A. N., & Nienow, A. W. 2001. Scale-down model to simulate spatial pH variations in large-scale bioreactors. *Biotechnology and Bioengineering*, **73**(5), 390–399.
- Arratia, P. E., Kukura, J., Lacombe, J., & Muzzio, F. J. 2006. Mixing of shear-thinning fluids with yield stress in stirred tank. *AIChE Journal*, **52**(7), 2310–2322.

- Ascanio, G., Castro, B., & Galindo, E. 2004. Measurement of power consumption in stirred vessels - A review. *Chemical Engineering Research and Design*, **82**(A9), 1282.
- Aubin, J., Le Sauze, N., Bertrand, J., Fletcher, D. F., & Xuereb, C. 2004. PIV measurements of flow in an aerated tank stirred by a down- and an up-pumping axial flow impeller. *Experimental Thermal and Fluid Science*, **28**(5), 447–456.
- Augier, F., Rousset, R., & Nowakowska, M. 2009. *Choix des milieux modèles pour l'extrapolation des fermenteurs produisant la cellulase (Synthèse du Stage de Milena Nowakowska)*. Note technique R1240S-FA-RR/ n° ? IFP Énergies Nouvelles.
- Bailey, J. E., Ollis, D. F., & Editions, McGRAW Hill International. 1986. *Biochemical Engineering fundamentals*. Singapore : Mc-Graw Hill Book Compagny.
- Bailey, M., Askolin, S., Horhammer, N., Tenkanen, M., Linder, M., Penttila, M., & Nakari-Setala, T. 2002. Process technological effects of deletion and amplification of hydrophobins I and II in transformants of *Trichoderma reesei*. *Applied Microbiology and Biotechnology*, **58**(May), 721–727.
- Bakker, A., Myers, K. J., Ward, R. W., & Lee, C. K. 1996. The laminar and turbulent flow pattern of a pitched blade turbine. *Trans. Inst. Chem. Eng.*, **74**, 485–491.
- Balhoff, Matthew T., Lake, Larry W., Bommer, Paul M., Lewis, Rebecca E., Weber, Mark J., & Calderin, Jennifer M. 2011. Rheological and yield stress measurements of non-Newtonian fluids using a Marsh Funnel. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, **77**(3-4), 393–402.
- Ballerini, D., & Alazard-Toux, N. 2006. *Les biocarburants : Etat des lieux, perspectives et enjeux du développement*. Editions technip edn. IFP Publications.
- Benchapattarapong, N., Anderson, W. A., Bai, F., & Moo-Young, M. 2005. Rheology and hydrodynamic properties of *tolypocladium inflatum* fermentation broth and its simulation. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, **27**(4), 239.
- Bhargava, S., Wenger, K. S., & Marten, M. R. 2003a. Pulsed addition of limiting-carbon during *Aspergillus oryzae* fermentation leads to improved productivity of a recombinant enzyme. *Biotechnology and Bioengineering*, **82**(1), 111–117.
- Bhargava, S., Nandakumar, M. P., Roy, A., Wenger, K. S., & Marten, M. R. 2003b. Pulsed feeding during fed-batch fungal fermentation leads to reduced viscosity without detrimentally affecting protein expression. *Biotechnology and Bioengineering*, **81**(3), 341–347.
- Blijdenstein, T. B. J., Groot, P. W. N. de, & Stoyanov, S. D. 2010. On the link between foam coarsening and surface rheology : why hydrophobins are so different. *Soft Matter*, **6**(8), 1799–1808.

- Bombac, A., Zun, I., Filipic, B., & Zumer, M. 1997. Gas-filled cavity structures and local void fraction distribution in aerated stirred vessel. *AIChE Journal*, **43**(11), 2921–2931.
- Bouaifi, M., & Roustan, M. 2001. Power consumption, mixing time and homogenisation energy in dual-impeller agitated gas-liquid reactors. *Chemical Engineering and Processing*, **40**(2), 87–95.
- Bouaifi, M., Hebrard, G., Bastoul, D., & Roustan, M. 2001. A comparative study of gas hold-up, bubble size, interfacial area and mass transfer coefficients in stirred gas-liquid reactors and bubble columns. *Chemical Engineering and Processing*, **40**(2), 97–111.
- Bouaifi, M. I., & Roustan, M. 1998. Bubble size and mass transfer coefficients in dual-impeller agitated reactors. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, **76**(3), 390.
- Brown, D. A. R., Jones, P. N., & Middleton, J. C. 2004. *Experimental methods, Part A : Measuring tools and techniques for mixing and flow visualization studies*. Wiley-Interscience. Pages 145–202.
- Bruijn, W., van't Riet, K., & Smith, J. M. 1974. Power consumption with aerated Rushton turbines. *Trans. Inst. Chem. Eng.*, **52**, 88–104.
- Bylund, F., Collet, E., Enfors, S., & Larsson, G. 1998. Substrate gradient formation in the large-scale bioreactor lowers cell yield and increases by-product formation. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, **18**(3), 171.
- Bylund, F., Guillard, F., Enfors, S. O., Tragardh, C., & Larsson, G. 1999. Scale down of recombinant protein production : a comparative study of scaling performance. *Bioprocess Engineering*, **20**(5), 377–389.
- Cabaret, F., Fradette, L., & Tanguy, P. A. 2008. Gas-liquid mass transfer in unbaffled dual-impeller mixers. *Chemical Engineering Science*, **63**(6), 1636–1647.
- Calderbank, P. H. 1958. The interfacial area in gas-liquid contacting with mechanical agitation. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, **36**, 443–463.
- Calderbank, P. H., & Moo-Young, M. 1959. The prediction of power consumption in the agitation of non-Newtonian fluids. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, **37**, 26–32.
- Calderbank, P. H., & Moo-Young, M. B. 1995. The continuous phase heat and mass transfer properties of dispersions. *Chemical Engineering Science*, **50**(24), 3921–3934.
- Campesi, Alexandre, Cerri, Marcel, Hokka, Carlos, & Badino, Alberto. 2009. Determination of the average shear rate in a stirred and aerated tank bioreactor. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, **32**(2), 241.

- Carvalho, A. 2010. *Mesure des temps de mélange dans les fermenteurs : Cas des milieux rhéofluidifiants*. M.Phil. thesis, CPE Lyon.
- Chandrasekaran, M., Marcroft, H., Bakalis, S., & Karwe, M.V. 1997. Applications of laser Doppler anemometry in understanding food processing operations. *Trends in Food Science and Technology*, **8**(11), 369–375.
- Chisti, M. Y., & Mooyoung, M. 1989. On the calculation of shear rate and apparent viscosity in airlift and bubble column bioreactors. *Biotechnology and Bioengineering*, **34**(11), 1391–1392.
- Choy, V., Patel, N., & Thibault, J. 2011. Application of image analysis in the fungal fermentation of *Trichoderma reesei* RUT-C30. *Biotechnology Progress*, **27**(6), 1544–1553.
- Collignon, M.-L., Crine, M., Verdin, E., Chaubard, J.-F., Peeters, L., Dessoy, S., & Toye, D. 2008. A study of the mixing by PIV and PLIF in bioreactor of cells animals culture.
- Collignon, M.-L., Delafosse, A., Crine, M., & Toye, D. 2010. Axial impeller selection for anchorage dependent animal cell culture in stirred bioreactors : Methodology based on the impeller comparison at just-suspended speed of rotation. *Chemical Engineering Science*, **65**(22), 5929–5941.
- Cooke, M., Middleton, J.C., & Bush, J. R. 1988. Mixing and mass transfer in filamentous fermentations. *Proc. 2nd Int. Conf. on Bioreactor Fluid Dynamics*, 37–64.
- Cooke, M., Heggs, P.J., Eaglesham, A., & Housley, D. 2004. Spinning Cones as Pumps, Degassers and Level Controllers in Mechanically Stirred Tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, **82**(6), 719–729.
- Cooper, R. G., & Wolf, D. 1968. Velocity profiles and pumping capacities for turbine type impellers. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **46**(2), 94–100.
- Couerbe, G., Fletcher, D.F., Xuereb, C., & Poux, M. 2008. Impact of thixotropy on flow patterns induced in a stirred tank : Numerical and experimental studies. *Chemical Engineering Research and Design*, **86**(6), 545–553.
- Cronin, D.G., Nienow, A.W., & Moody, G.W. 1994. An experimental study of mixing in a proto-fermenter agitated by dual Rushton turbines. *Food and Bioproducts Processing*, **72**(C1), 35–40.
- Cui, Y. Q., van der Lans, R. G., & Luyben, K. C. 1997. Effect of agitation intensities on fungal morphology of submerged fermentation. *Biotechnology and Bioengineering*, **55**(5), 715–726.

- Cui, Y. Q., van der Lans, R. G., & Luyben, K. C. 1998. Effects of dissolved oxygen tension and mechanical forces on fungal morphology in submerged fermentation. *Biotechnology and Bioengineering*, **57**(4), 409–419.
- Curran, S. J., Hayes, R. E., Afacan, A., Williams, M. C., & Tanguy, P. A. 2002. Properties of Carbopol solutions as models for yield-stress fluids. *Journal of Food Science*, **67**(1), 176–180.
- Dani, A., Cockx, A., & Guiraud, P. 2006. Direct Numerical Simulation of Mass Transfer from Spherical Bubbles : the Effect of Interface Contamination at Low Reynolds Numbers. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, **4**(1).
- Dashtban, M., Schraft, H., & Qin, W. S. 2009. Fungal Bioconversion of Lignocellulosic Residues ; Opportunities & Perspectives. *International Journal of Biological Sciences*, **5**(6), 578–595. Times Cited : 1.
- Delafosse, A. 2008. *Analyse et étude numérique des effets de mélange dans un bioréacteur*. Ph.D. thesis.
- Delafosse, A., Line, A., Morchain, J., & Guiraud, P. 2008. LES and URANS simulations of hydrodynamics in mixing tank : Comparison to PIV experiments. *Chemical Engineering Research and Design*, **86**(12), 1322.
- Delafosse, A., Collignon, M.-L., Crine, M., & Toye, D. 2011. Estimation of the turbulent kinetic energy dissipation rate from 2D-PIV measurements in a vessel stirred by an axial Mixel TTP impeller. *Chemical Engineering Science*, **66**(8), 1728–1737.
- Desouza, A., & Pike, R. W. 1972. Fluid dynamics and flow patterns in stirred tanks with a turbine impeller. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **50**(1), 15–23.
- Doulgerakis, Z., Yianneskis, M., & Ducci, A. 2011. On the Manifestation and nature of macroinstabilities in stirred vessels. *AIChE Journal*, **57**(11), 2941–2954.
- Ducci, A., Doulgerakis, Z., & Yianneskis, M. 2007. Decomposition of Flow Structures in Stirred Reactors and Implications for Mixing Enhancement. *Ind. Eng. Chem. Res.*, **47**(10), 3664–3676.
- Dutta, A., Talmadge, M., Hensley, J., Worley, M., Dudgeon, D., Barton, D., Groenendijk, P., Ferrari, D., Stears, B., Searcy, E. M., Wright, C. T., & Hess, J. R. 2011. *Process Design and Economics for Conversion of Lignocellulosic Biomass to Ethanol Thermochemical Pathway by Indirect Gasification and Mixed Alcohol Synthesis*. Tech. rept. NREL/TP-5100-51400.

- Dyster, K. N., Koutsakos, E., Jaworski, Z., & Nienow, A. W. 1993. An Lda Study of the Radial Discharge Velocities Generated by a Rushton Turbine Newtonian Fluids. *Chemical Engineering Research and Design*, **71**, 11–23.
- Elson, T. P., Cheesman, D. J., & Nienow, A. W. 1986. X-ray studies of cavern sizes and mixing performance with fluids possessing a yield stress. *Chemical Engineering Science*, **41**(10), 2555–2562.
- Enfors, S. O., Jahic, M., Rozkov, A., Xu, B., Hecker, M., Jurgen, B., Kruger, E., Schweder, T., Hamer, G., O'Beirne, D., Noisommit-Rizzi, N., Reuss, M., Boone, L., Hewitt, C., McFarlane, C., Nienow, A., Kovacs, T., Tragardh, C., Fuchs, L., Revstedt, J., Friberg, P. C., Hjertager, B., Blomsten, G., Skogman, H., Hjort, S., Hoeks, F., Lin, H. Y., Neubauer, P., van der Lans, R., Luyben, K., Vrabel, P., & Manelius, A. 2001. Physiological responses to mixing in large scale bioreactors. *Journal of Biotechnology*, **85**(2), 175–185.
- Escudié, R., & Liné, A. 2003. Experimental analysis of hydrodynamics in a radially agitated tank. *AIChE Journal*, **49**(3), 585–603.
- Escudier, M. P., Gouldson, I. W., Pereira, A. S., Pinho, F. T., & Poole, R. J. 2001. On the reproducibility of the rheology of shear-thinning liquids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, **97**(2-3), 99–124.
- Farrell, A. E., Plevin, R. J., Turner, B. T., Jones, A. D., O'Hare, M., & Kammen, D. M. 2006. Ethanol Can Contribute to Energy and Environmental Goals. *Science*, **311**(5760), 506–508.
- Gabelle, J.-C., Augier, F., Carvalho, A., Rousset, R., & Morchain, J. 2011. Effect of tank size on $k_L a$ and mixing time in aerated stirred reactors with non-Newtonian fluids. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, **89**(5), 1139–1153.
- Gabelle, J.-C., Jourdiere, E., R. B., Licht, Ben Chaabane, F., Henaut, I., Morchain, J., & Augier, F. 2012. Impact of rheology on the mass transfer coefficient during the growth phase of *Trichoderma reesei* in stirred bioreactors. *Chemical Engineering Science*, **75**, 408–417.
- Gabriele, A., Nienow, A.W., & Simmons, M.J.H. 2009. Use of angle resolved PIV to estimate local specific energy dissipation rates for up- and down-pumping pitched blade agitators in a stirred tank. *Chemical Engineering Science*, **64**(1), 126–143.
- Galindo, E., & Nienow, A. W. 1992. Mixing of Highly Viscous Simulated Xanthan Fermentation Broths with the Lightnin A-315-Impeller. *Biotechnology Progress*, **8**(3), 233.
- Galindo, E., & Nienow, A. W. 1993. Performance of the scaba 6SRGT agitator in mixing of simulated xanthan gum broths. *Chemical Engineering and Technology*, **16**(2), 102–108.

- Galindo, E., Argüello, M. A., Velasco, D., Albiter, V., & Martínez, A. 1996. A comparison of cavern development in mixing a yield stress fluid by rushton and intermig impellers. *Chemical Engineering and Technology*, **19**(4), 315–323.
- Gao, Z., Smith, J. M., Zhao, D., & Muller-Steinhagen, H. 2000. Void fraction and mixing in sparged and boiling reactors. *10th European Mixing Conference, Delft, The Netherlands*.
- Garcia, J. R., Cha, H. J., Rao, G., Marten, M. R., & Bentley, W. E. 2009. Microbial nar-GFP cell sensors reveal oxygen limitations in highly agitated and aerated laboratory-scale fermentors. *Microbial Cell Factories*, **8**.
- Garcia-Ochoa, F., & Gomez, E. 1998. Mass transfer coefficient in stirred tank reactors for xanthan gum solutions. *Biochemical Engineering Journal*, **1**(1), 1.
- Garcia-Ochoa, F., & Gomez, E. 2009. Bioreactor scale-up and oxygen transfer rate in microbial processes : An overview. *Biotechnology Advances*, **27**(2), 153.
- Garcia-Ochoa, F., Gomez, E., Santos, V. E., & Merchuk, J. C. 2010. Oxygen uptake rate in microbial processes : An overview. *Biochemical Engineering Journal*, **49**(3), 289–307.
- George, S., Larsson, G., Olsson, K., & Enfors, S. O. 1998. Comparison of the baker's yeast process performance in laboratory and production scale. *Bioprocess Engineering*, **18**, 135–142.
- Gibbs, P. A., Seviour, R. J., & Schmid, F. 2000. Growth of filamentous fungi in submerged culture : Problems and possible solutions. *Critical Reviews in Biotechnology*, **20**(1), 17–48.
- Günkel, A. A., & Weber, M. E. 1975. Flow phenomena in stirred tanks. Part II. The bulk of the tank. *AIChE Journal*, **21**(5), 939–949.
- Gogate, P. R., & Pandit, A. B. 1999. Survey of measurement techniques for gas-liquid mass transfer coefficient in bioreactors. *Biochemical Engineering Journal*, **4**(1), 7.
- Grant, I. 1997. Particle image velocimetry : A review. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C : Journal of Mechanical Engineering Science*, **211**(1), 55–76.
- Hari-Prajitno, D., Mishra, V. P., Takenaka, K., Bujalski, W., Nienow, A. W., & McKemie, J. 1998. Gas-liquid mixing studies with multiple up- and down-pumping hydrofoil impellers : Power characteristics and mixing time. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, **76**(6), 1056–1068.
- Harnby, N., Edwards, M. F., & Nienow, A. W. 1997. *Mixing in the process industries*. Butterworth Heinemann.

- Hassan, R., Loubiere, K., Legrand, J., & Delaplace, G. 2012. A consistent dimensional analysis of gas-liquid mass transfer in an aerated stirred tank containing purely viscous fluids with shear-thinning properties. *Chemical Engineering Journal*, **184**, 42–56.
- Heijnen, J. J., Riet, K. V., & Wolthuis, A. J. 1980. Influence of very small bubbles on the dynamic k_{LA} measurement in viscous gas liquid systems. *Biotechnology and Bioengineering*, **22**(9), 1945–1956. Times Cited : 32.
- Henzler, H. J. 1980. Begasen höherviskoser flüssigkeiten. *Chemie Ingenieur Technik*, **52**(8), 643–652.
- Henzler, H. J., & Kauling, J. 1985. Scale-up of mass transfer in highly viscous liquids. *Fifth European Conference on Mixing, Wurzburg, Germany*.
- Herbst, H., Schumpe, A., & Deckwer, W-D. 1992. Xanthan production in stirred tank fermenters : Oxygen transfer and scale-up. *Chemical Engineering and Technology*, **15**(6), 425–434.
- Himmel, M. E., Ding, S.-Y., Johnson, D. K., Adney, W. S., Nimlos, M. R., Brady, J. W., & Foust, T. D. 2007. Biomass Recalcitrance : Engineering Plants and Enzymes for Biofuels Production. *Science*, **315**(5813), 804–807.
- Hénaut, I., & Cavagnol, S. 2010. *Caractérisation et modélisation rhéologiques de suspensions à base de champignons filamenteux T. Ressei*. Note technique R0710R-IH-SC/sg n° 359. IFP Énergies nouvelles.
- Ho, Chester S, Ju, Lu-Kwang, & Baddour, Raymond F. 1988. The anomaly of oxygen diffusion in aqueous xanthan solutions. *Biotechnology and Bioengineering*, **32**(1), 8–17.
- Hockey, R. M., & Nouri, J. M. 1996. Turbulent flow in a baffled vessel stirred by a 60° pitched blade impeller. *Chemical Engineering Science*, **51**(19), 4405–4421.
- Hoogendoorn, C.J., & den Hartog, A.P. 1967. Model studies on mixers in the viscous flow region. *Chemical Engineering Science*, **22**(12), 1689 – 1699.
- Huchet, F., Line, A., & Morchain, J. 2009. Evaluation of local kinetic energy dissipation rate in the impeller stream of a Rushton turbine by time-resolved PIV. *Chemical Engineering Research and Design*, **87**(4A), 369–376.
- Hudcova, V., Machon, V., & Nienow, A. W. 1989. Gas-liquid dispersion with dual Rushton turbine impellers. *Biotechnology and Bioengineering*, **34**(5), 617–628.
- Humbird, D., Davis, R., Tao, L., Kinchin, C., Hsu, D., Aden, A., Schoen, P., Lukas, J., Olthof, B., Worley, M., Sexton, D., & Dudgeon, D. 2011. *Process Design and Economics for Biochemical Conversion of Lignocellulosic Biomass to Ethanol*

- Dilute-Acid Pretreatment and Enzymatic Hydrolysis of Corn Stover*. Tech. rept. NREL/TP-5100-47764.
- Humphrey, A. 1998. Shake flask to fermentor : What have we learned ? *Biotechnology Progress*, **14**(1), 3.
- Jamnongwong, M., Loubiere, K., Dietrich, N., & HÃ©brard, G. 2010. Experimental study of oxygen diffusion coefficients in clean water containing salt, glucose or surfactant : Consequences on the liquid-side mass transfer coefficients. *Chemical Engineering Journal*, **165**(3), 758–768.
- Junker, B. H. 2004. Scale-up methodologies for Escherichia coli and yeast fermentation processes. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, **97**(6), 347–364.
- Junker, B. H., Walker, A., Hesse, M., Lester, M., Vesey, D., Christensen, J., Burgess, B., & Connors, N. 2009. Pilot-scale process development and scale up for antifungal production. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, **32**(4), 443–458.
- Justen, P., Paul, G. C., Nienow, A. W., & Thomas, C. R. 1996. Dependence of mycelial morphology on impeller type and agitation intensity. *Biotechnology and Bioengineering*, **52**(6), 672–684.
- Justen, P., Paul, G. C., Nienow, A. W., & Thomas, C. R. 1998. Dependence of *Penicillium chrysogenum* growth, morphology, vacuolation, and productivity in fed-batch fermentations on impeller type and agitation intensity. *Biotechnology and Bioengineering*, **59**(6), 762–775.
- Kang, Y., Cho, Y.J., Woo, K.J., & Kim, S.D. 1999. Diagnosis of bubble distribution and mass transfer in pressurized bubble columns with viscous liquid medium. *Chemical Engineering Science*, **54**(21), 4887–4893.
- Kantak, M. V., Hesketh, R. P., & Kelkar, B. G. 1995. Effect of gas and liquid properties on gas phase dispersion in bubble columns. *Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal*, **59**(2), 91–100.
- Kawase, Y., & Mooyoung, M. 1988. Volumetric Mass-Transfer Coefficients in Aerated Stirred Tank Reactors with Newtonian and Non-Newtonian Media. *Chemical Engineering Research and Design*, **66**(3), 284.
- Kawase, Y., Halard, B., & Moo-Young, M. 1987. Theoretical prediction of volumetric mass transfer coefficients in bubble columns for Newtonian and non-Newtonian fluids. *Chemical Engineering Science*, **42**(7), 1609–1617.
- Kawase, Y., Halard, B., & Mooyoung, M. 1992. Liquid-phase mass-transfer coefficients in bioreactors. *Biotechnology and Bioengineering*, **39**(11), 1133–1140.
- Kelly, W., & Gigas, B. 2003. Using CFD to predict the behavior of power law fluids near axial-flow impellers operating in the transitional flow regime. *Chemical Engineering Science*, **58**(10), 2141.

- Khare, A. S., & Niranjana, K. 1995. Impeller-agitated aerobic reactor : The influence of tiny bubbles on gas hold-up and mass transfer in highly viscous liquids. *Chemical Engineering Science*, **50**(7), 1091–1105.
- Kim, J. H., Lebeault, J. M., & Reuss, M. 1983. Comparative study on rheological properties of mycelial broth in filamentous and pelleted forms. *European Journal of Applied Microbiology and Biotechnology*, **18**(1), 11–16.
- Kim, Jong-Yun, Song, Jun-Yeob, Lee, Eun-Joo, & Park, Seung-Kyu. 2003. Rheological properties and microstructures of Carbopol gel network system. *Colloid and Polymer Science*, **281**(7), 614–623.
- Koutsakos, E., & Nienow, A. W. 1990. Effects of rheological properties of simulated fermentation broths on flows in stirred bioreactors : a Laser Anemometry study. *Pages 284–302 of : Rheology of food, pharmaceutical and biological materials with general rheology*. Carter, R. E.
- Kresta, Suzanne M., & Wood, Philip E. 1993. The flow field produced by a pitched blade turbine : Characterization of the turbulence and estimation of the dissipation rate. *Chemical Engineering Science*, **48**(10), 1761–1774.
- Lamont, J. C., & Scott, D. S. 1970. An eddy cell model of mass transfer into the surface of a turbulent liquid. *AIChE Journal*, **16**(4), 513–519.
- Lara, A. R., Galindo, E., Ramirez, O. T., & Palomares, L. A. 2006. Living with heterogeneities in bioreactors. *Molecular Biotechnology*, **34**(3), 355–381.
- Lee, K. C., & Yianneskis, M. 1998. Turbulence properties of the impeller stream of a Rushton turbine. *AIChE Journal*, **44**(1), 13–24.
- Li, Z. J., Shukla, V., Wenger, K. S., Fordyce, A. P., Pedersen, A. G., & Marten, M. R. 2002. Effects of increased impeller power in a production-scale *Aspergillus oryzae* fermentation. *Biotechnology Progress*, **18**(3), 437–444.
- Linek, V., Benes, P., & Hovorka, F. 1981. The role of interphase nitrogen transport in the dynamic measurement of the overall volumetric mass-transfer coefficient in air-sparged systems. *Biotechnology and Bioengineering*, **23**(2), 301–319.
- Linek, V., Vacek, V., & Benes, P. 1987. A Critical-Review and Experimental-Verification of the Correct Use of the Dynamic Method for the Determination of Oxygen-Transfer in Aerated Agitated Vessels to Water, Electrolyte-Solutions and Viscous-Liquids. *Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal*, **34**(1), 11.
- Linek, V., Benes, P., & Vacek, V. 1989. Dynamic pressure method for $k_L a$ measurement in large-scale bioreactors. *Biotechnology and Bioengineering*, **33**(11), 1406–1412.

- Linek, V., Benes, P., Sinkule, J., & Moucha, T. 1993. Non-ideal pressure step method for kLa measurement. *Chemical Engineering Science*, **48**(9), 1593.
- Linek, V., Moucha, T., & Sinkule, J. 1996. Gas-liquid mass transfer in vessels stirred with multiple impellers .1. Gas-liquid mass transfer characteristics in individual stages. *Chemical Engineering Science*, **51**(12), 3203–3212.
- Linek, V., Kordac, M., & Moucha, T. 2005. Mechanism of mass transfer from bubbles in dispersions : Part II : Mass transfer coefficients in stirred gas-liquid reactor and bubble column. *Chemical Engineering and Processing*, **44**(1), 121–130.
- Loiseau, B., Midoux, N., & Charpentier, J. C. 1977. Some hydrodynamics and power input data in mechanically agitated gas-liquid contactors. *Aiche Journal*, **23**(6), 931–935.
- Lorne, D. 2007. Potentiels de mobilisation de la biomasse pour la production de biocarburants à l'échelle du monde, de l'Europe et de la France. *Panorama 2007*, www.ifp.fr.
- Lorne, D. 2010. Quelles ressources en biomasse pour un système énergétique durable ? *Panorama 2010*, www.ifp.fr.
- Lumley, J. L. 1967. The structure of inhomogeneous turbulence. *Pages 166–178 of : Atmospheric Turbulence and Wave Propagation*, nauka edn. A. M. Iaglom and V.I. Tatarski.
- Luong, H. T., & Volesky, B. 1979. Mechanical power requirements of gas-liquid agitated systems. *Aiche Journal*, **25**(5), 893–895.
- Lynd, L. R., Laser, M. S., Brandsby, D., Dale, B. E., Davison, B., Hamilton, R., Himmel, M., Keller, M., McMillan, J. D., Sheehan, J., & Wyman, C. E. 2008. How biotech can transform biofuels. *Nature Biotechnology*, **26**(2), 169–172. Times Cited : 108.
- Machon, V., Vlcek, J., Nienow, A. W., & Solomon, J. 1980. Some effects of pseudoplasticity on hold-up in aerated, agitated vessels. *Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal*, **19**(1), 67–74.
- Maisonnier, G. 2010. Contexte pétrolier 2009 et tendances. *Panorama 2010*, www.ifp.fr.
- Makagiansar, H. Y., Shamlou, P. A., Thomas, C. R., & Lilly, M. D. 1993. The influence of mechanical forces on the morphology and penicillin production of *Penicillium chrysogenum*. *Bioprocess Engineering*, **9**(2-3), 83–90.
- Marten, M. R., & Wenger, K. S. 1997. Rheology, mixing time, and regime analysis for a production-scale *Aspergillus oryzae* fermentation. *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, **213**, 243–BIOT.

- Marten, M. R., Velkovska, S., Khan, S. A., & Ollis, D. F. 1995. Steady and dynamic shear characterization of cellulase-producing *Trichoderma reesei* suspensions. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, **51-52**, 319–328.
- Marten, M. R., Velkovska, S., Khan, S. A., & Ollis, D. F. 1996. Rheological, Mass Transfer, and Mixing Characterization of Cellulase-Producing *Trichoderma reesei* Suspensions. *Biotechnology Progress*, **12**(5), 602–611.
- McFarlane, C. M., & Nienow, A. W. 1996. Studies of high solidity ratio hydrofoil impellers for aerated bioreactors. 4. Comparison of impeller types. *Biotechnology Progress*, **12**(1), 9.
- Metz, B., Kossen, N., & van Suijdam, J. 1979. *The rheology of mould suspensions*. Page 103.
- Metzner, A. B., & Otto, R. E. 1957. Agitation of Non-Newtonian Fluids. *AIChE Journal*, **3**(1), 3.
- Michel, B. J., & Miller, S. A. 1962. Power requirements of gas-liquid agitated systems. *AIChE Journal*, **8**(2), 262–266.
- Moreau, J., & Liné, A. 2006. Proper orthogonal decomposition for the study of hydrodynamics in a mixing tank. *AIChE Journal*, **52**(7), 2651–2655.
- Moucha, T., Linek, V., & Sinkule, J. 1995. Measurement of $k_L a$ in multiple-impeller vessel with significant axial dispersion in both phases. *Chemical Engineering Research and Design*, **73**(A3), 286–290.
- Muller, F. L., & Davidson, J. F. 1992. On the contribution of small bubbles to mass transfer in bubble columns containing highly viscous liquids. *Chemical Engineering Science*, **47**(13-14), 3525–3532.
- Nagata, S. 1975. *Agitation in gas-liquid systems : Mixing principles and applications*. Kodansha Ltd, Tokyo.
- Ng, K., & Yianneskis, M. 2000. Observations on the Distribution of Energy Dissipation in Stirred Vessels. *Chemical Engineering Research and Design*, **78**(3), 334–341.
- Nielsen, J., & Villadsen, J. 1992. Modelling of microbial kinetics. *Chemical Engineering Science*, **47**(17-18), 4225–4270.
- Nienow, A. W. 1990. Gas dispersion performance in fermenter operation. *Chemical Engineering Progress*, **86**(2), 61–71.
- Nienow, A. W. 1997. On impeller circulation and mixing effectiveness in the turbulent flow regime. *Chemical Engineering Science*, **52**(15), 2557–2565.

- Nienow, A. W. 1998. Hydrodynamics of Stirred Bioreactors. *Applied Mechanics Reviews*, **51**(1), 3–32.
- Nienow, A. W. 2000. Mixing : Studies at the University of Birmingham on This Traditional Technology Critical in the Manufacture of New Biological Products. *Food and Bioproducts Processing*, **78**(3), 145.
- Nienow, A. W., & Bujalski, W. 2004. The versatility of up-pumping hydrofoil agitators. *Chemical Engineering Research and Design*, **82**(A9), 1073–1081.
- Nienow, A. W., & Elson, T. P. 1988. Aspects of mixing in rheologically complex fluids. *Chemical Engineering Research and Design*, **66**(1), 5–15.
- Nienow, A. W., Hunt, G., & Buckland, B. C. 1996. A fluid dynamic study using a simulated viscous, shear thinning broth of the retrofitting of large agitated bioreactors. *Biotechnology and Bioengineering*, **49**(1), 15–19.
- Nishikawa, M., Kato, H., & Hashimoto, K. 1977. Heat Transfer in Aerated Tower Filled with Non-Newtonian Liquid. *Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev.*, **16**(1), 133–137.
- Nishikawa, M., Nakamura, M., & Hashimoto, K. 1981. Gas absorption in aerated mixing vessels with non-Newtonian liquid. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, **14**(3), 227–232.
- Nocentini, M. 1990. Mass-transfer in gas-liquid, multiple-impeller stirred vessels - A discussion about experimental-techniques for $k_L a$ measurement and models comparison. *Chemical Engineering Research and Design*, **68**(3), 287–294.
- Nocentini, M., Magelli, F., Pasquali, G., & Fajner, D. 1988. A fluid-dynamic study of a gas-liquid, non-standard vessel stirred by multiple impellers. *Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal*, **37**(1), 53–59.
- Nocentini, M., Fajner, D., Pasquali, G., & Magelli, F. 1993. Gas-Liquid Mass-Transfer and Holdup in Vessels Stirred with Multiple Rushton Turbines - Water and Water Glycerol Solutions. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, **32**(1), 19.
- Nouri, J. M., & Whitelaw, J. H. 1990. Flow characteristics of stirred reactors with newtonian and non-newtonian fluids. *AIChE Journal*, **36**(4), 627–629.
- Olsvik, E., & Kristiansen, B. 1994. Rheology of Filamentous Fermentations. *Biotechnology Advances*, **12**(1), 1.
- Oolman, T., & Blanch, H. W. 1986. Non-Newtonian fermentation systems. *Critical Reviews in Biotechnology*, **4**(2), 133–184.

- Ozturk, S. S., Schumpe, A., & Deckwer, W. D. 1987. Organic liquids in a bubble column : Holdups and mass transfer coefficients. *AIChE Journal*, **33**(9), 1473–1480.
- Paglianti, A., Pintus, S., & Giona, M. 2000. Time-series analysis approach for the identification of flooding/loading transition in gas-liquid stirred tank reactors. *Chemical Engineering Science*, **55**(23), 5793–5802.
- Pakzad, L., Ein-Mozaffari, F., & Chan, P. 2008a. Using computational fluid dynamics modeling to study the mixing of pseudoplastic fluids with a Scaba 6SRGT impeller. *Chemical Engineering and Processing Process Intensification*, **47**(12), 2218–2227.
- Pakzad, L., Ein-Mozaffari, F., & Chan, P. 2008b. Using electrical resistance tomography and computational fluid dynamics modeling to study the formation of cavern in the mixing of pseudoplastic fluids possessing yield stress. *Chemical Engineering Science*, **63**(9), 2508–2522.
- Pakzad, L., Ein-Mozaffari, F., Upreti, S. R., & Lohi, A. 2012. Characterisation of the mixing of non-Newtonian fluids with a scaba 6SRGT impeller through ert and CFD. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **In press**.
- Papagianni, M. 2004. Fungal morphology and metabolite production in submerged mycelial processes. *Biotechnology Advances*, **22**(3), 189–259.
- Patel, N., Choy, V., White, T., Munkvold, G., & Thibault, J. 2010. Design of a novel Couette flow bioreactor to study the growth of fungal microorganism. *Journal of Biotechnology*, **145**(3), 264–272.
- Patte-Rouland, B., Lalizel, G., Moreau, J., & Rouland, E. 2001. Flow analysis of an annular jet by particle image velocimetry and proper orthogonal decomposition. *Measurement Science and Technology*, **12**(9), 1404–1412.
- Paul, E. L., Atiemo-Obeng, V., & Kresta, S. M. 2004. *Handbook of Industrial Mixing : Science and Practice*. Wiley-Interscience.
- Pedersen, A. G. 1997. kLa characterization of industrial fermentors. *Proc. 4th Int. Conf. Bioreactor Bioprocess Fluid Dynamics*, 263–267.
- Pedersen, A. G., Bundgaardnielsen, M., Nielsen, J., Villadsen, J., & Hassager, O. 1993. Rheological characterization of media containing *Penicillium chrysogenum*. *Biotechnology and Bioengineering*, **41**(1), 162–164.
- Pedersen, A. G., Bundgaardnielsen, M., Nielsen, J., & Villadsen, J. 1994. Characterization of mixing in stirred tank bioreactors equipped with rushton turbines. *Biotechnology and Bioengineering*, **44**(8), 1013–1017.

- Petersen, Nanna, Stocks, Stuart, & Gernaey, Krist V. 2008. Multivariate models for prediction of rheological characteristics of filamentous fermentation broth from the size distribution. *Biotechnology and Bioengineering*, **100**(1), 61–71.
- Pinelli, D., Bujalski, W., Nienow, A. W., & Magelli, F. 2001. Comparison of experimental techniques for the measurement of mixing time in gas-liquid systems. *Chemical Engineering and Technology*, **24**(9), 919–923.
- Podvin, B., & Lorang, L. 2008. *Modèles POD pour la zone de paroi d'un canal turbulent*. Tech. rept. Non Linéaire Publications.
- Pollard, D. J., Kirschner, T. F., Hunt, G. R., Tong, I. T., Stieber, R., & Salmons, P. M. 2007. Scale up of a viscous fungal fermentation : Application of scale-up criteria with regime analysis and operating boundary conditions. *Biotechnology and Bioengineering*, **96**(2), 307.
- Ranade, V. R., & Ulbrecht, J. J. 1978. Influence of Polymer Additives on Gas-Liquid Mass-Transfer in Stirred Tanks. *AIChE Journal*, **24**(5), 796.
- Riley, G. L., Tucker, K. G., Paul, G. C., & Thomas, C. R. 2000. Effect of biomass concentration and mycelial morphology on fermentation broth rheology. *Biotechnology and Bioengineering*, **68**(2), 160–172.
- Roberts, Geraint P., & Barnes, Howard A. 2001. New measurements of the flow-curves for Carbopol dispersions without slip artefacts. *Rheologica Acta*, **40**(5), 499–503.
- Robertson, B., Ulbrecht, J. J., Ho, C. S., & Oldshue, J. Y. 1987. Measurement of shear rate on an agitator in a fermentation broth. *Pages 72–81 of : Biotechnology Processes : Scale-up and Mixing*, american institute of chemical engineers, new york edn.
- Roels, J. A., & Heijnen, J. J. 1980. Power dissipation and heat production in bubble columns : Approach based on nonequilibrium thermodynamics. *Biotechnology and Bioengineering*, **22**(11), 2399–2404.
- Roels, J.A., van der Berg, J., & Voncken, R.M. 1974. The rheology of mycelial broths. *Biotechnology and Bioengineering*, **16**, 181–208.
- Saeed, S., & Ein-Mozaffari, F. 2008. Using dynamic tests to study the continuous mixing of xanthan gum solutions. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, **83**(4), 559–568.
- Saito, F., Nienow, A. W., Chatwin, S., & Moore, I. P. T. 1992. Power, gas dispersion and homogenisation characteristics of Scaba SRGT and Rushton turbine impellers. *Journal of chemical engineering of Japan*, **25**(3), 281–287.

- Sakurai, A., & Imai, H. 1992. Effect of operational conditions on the rate of citric acid production by rotating disk contactor using *Aspergillus niger*. *Journal of Fermentation and Bioengineering*, **73**(3), 251–254.
- Sanchez Perez, J. A., Rodriguez Porcel, E. M., Casas Lopez, J. L., Fernández Sevilla, J. M., & Chisti, Y. 2006. Shear rate in stirred tank and bubble column bioreactors. *Chemical Engineering Journal*, **124**(1-3), 1.
- Scarano, F., & Riethmuller, M. L. 1999. Iterative multigrid approach in PIV image processing with discrete window offset. *Experiments in Fluids*, **26**(6), 513–523.
- Scarano, F., & Riethmuller, M. L. 2000. Advances in iterative multigrid PIV image processing. *Experiments in Fluids*, **29**(7), S051–S060.
- Schumpe, A., & Deckwer, W. -D. 1987. Viscous media in tower bioreactors : Hydrodynamic characteristics and mass transfer properties. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, **2**(2), 79–94.
- Schumpe, A., & Grund, G. 1986. The gas disengagement technique for studying gas holdup structure in bubble columns. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **64**(6), 891–896.
- Shah, Y. T, Kelkar, B. G, Godbole, S. P, & Deckwer, W. D. 1982. Design parameters estimations for bubble column reactors. *AIChE Journal*, **28**(3), 353–379.
- Sharp, K. V, & Adrian, R. J. 2001. PIV study of small-scale flow structure around a Rushton turbine. *AIChE Journal*, **47**(4), 766–778.
- Shay, L. K., Hunt, H. R., & Wegner, G. H. 1987. High-productivity fermentation process for cultivating industrial microorganisms. *Journal of Industrial Microbiology*, **2**(2), 79–85.
- Sheng, J., Meng, H., & Fox, R. O. 2000. A large eddy PIV method for turbulence dissipation rate estimation. *Chemical Engineering Science*, **55**(20), 4423–4434.
- Shetty, S. A., Kantak, M. V., & Kelkar, B. G. 1992. Gas-phase backmixing in bubble-column reactors. *Aiche Journal*, **38**(7), 1013–1026.
- Sirovich, L. 1987. Turbulence and the dynamics of coherent structures. I - Coherent structures. II - Symmetries and transformations. III - Dynamics and scaling. *Quarterly of Applied Mathematics*, **45**(Oct.), 561–571.
- Smith, J. J., Lilly, M. D., & Fox, R. I. 1990. The Effect of Agitation on the Morphology and Penicillin Production of *Penicillium-Chrysogenum*. *Biotechnology and Bioengineering*, **35**(10), 1011.

- Solomon, J., Elson, T. P., Nienow, A. W., & Pace, G. W. 1981. Cavern sizes in agitated fluids with a yield stress. *Chemical Engineering Communications*, **11**(1-3), 143–164.
- Somerville, C., Youngs, H., Taylor, C., Davis, S. C., & Long, S. P. 2010. Feedstocks for Lignocellulosic Biofuels. *Science*, **329**(5993), 790–792.
- Stocks, Stuart M., Cooke, Mike, & Heggs, Peter J. 2005. Inverted hollow spinning cone as a device for controlling foam and hold-up in pilot scale gassed agitated fermentation vessels. *Chemical Engineering Science*, **60**(8-9), 2231–2238.
- Stoots, C. M., & Calabrese, R. V. 1995. Mean velocity field relative to a Rushton turbine blade. *AIChE Journal*, **41**(1), 1–11.
- Svihla, C. K., Dronawat, S. N., Donnelly, J. A., Rieth, T. C., & Hanley, T. R. 1997. Measurement of the steady-state shear characteristics of filamentous suspensions using turbine, vane, and helical impellers. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, **63-5**, 375.
- Sweere, A. P. J., Mesters, J. R., Janse, L., Luyben, Kcam, & Kossen, N. W. F. 1988a. Experimental simulation of oxygen profiles and their influence on Baker's yeast production. I : One-fermentor system. *Biotechnology and Bioengineering*, **31**(6), 567–578.
- Sweere, A. P. J., Janse, L., Luyben, Kcam, & Kossen, N. W. F. 1988b. Experimental simulation of oxygen profiles and their influence on Baker's yeast production. II : Two-fermentator system. *Biotechnology and Bioengineering*, **31**(6), 579–586.
- Tatterson, G. B. 1991. *Fluid mixing and gas dispersion in agitated tanks*. McGraw-Hill.
- Tennekes, H., & Lumley, J. L. 1972. *A first course in turbulence*. MIT Press, Cambridge.
- Thomasi, S. S., Cerri, M. O., & Badino, A. C. 2010. Average shear rate in three pneumatic bioreactors. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, **33**(8), 979–988.
- Tissot, S., Michel, P. O., Hacker, D. L., Baldi, L., De Jesus, M., & Wurm, F. M. 2012. $k_L a$ as a predictor for successful probe-independent mammalian cell bioprocesses in orbitally shaken bioreactors. *New Biotechnology*, **29**(3), 387 – 394.
- Tolan, Jeffrey, & Foody, Brian. 1999. Cellulase from Submerged Fermentation. *Pages 41–67 of: Recent Progress in Bioconversion of Lignocellulosics*. Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology, vol. 65. Springer Berlin / Heidelberg.

- Torres, L. G., Nienow, A. W., Sanchez, A., & Galindo, E. 1993. The characterization of a viscoelasticity parameter and other rheological properties of various xanthan gum fermentation broths and solutions. *Bioprocess Engineering*, **9**(6), 231–237.
- Van Der Molen, K., & Van Maanen, H. R. E. 1978. Laser-Doppler measurements of the turbulent flow in stirred vessels to establish scaling rules. *Chemical Engineering Science*, **33**(9), 1161–1168.
- van Oudheusden, B. W., Scarano, F., Hinsberg, N. P. van, & Watt, D. W. 2005. Phase-resolved characterization of vortex shedding in the near wake of a square-section cylinder at incidence. *Experiments in Fluids*, **39**(1), 86–98.
- van Suijdam, J. C., & Metz, B. 1981. Influence of engineering variables upon the morphology of filamentous molds. *Biotechnology and Bioengineering*, **23**(1), 111–148.
- van't Riet, K. 1979. Review of measuring methods and results in nonviscous gas-liquid mass-transfer in stirred vessels. *Industrial and Engineering Chemistry Process Design and Development*, **18**(3), 357–364.
- Vardar, F., & Lilly, M. D. 1982. Effect of cycling dissolved oxygen concentrations on product formation in penicillin fermentations. *European Journal of Applied Microbiology and Biotechnology*, **14**(4), 203–211.
- Vasconcelos, J. M. T., Nienow, A. W., T., Martin, Alves, S. S., & McFarlane, C. M. 1997. Alternative Ways of Applying the Hydrogen Peroxide Steady State Method of KLa Measurement. *Chemical Engineering Research and Design*, **75**(5), 467–472.
- Vasconcelos, Jorge M. T., Orvalho, Sandra C. P., Rodrigues, Ana M. A. F., & Alves, Sebastiao S. 2000. Effect of Blade Shape on the Performance of Six-Bladed Disk Turbine Impellers. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, **39**(1), 203.
- Venneker, B. C.H., Derksen, J. J., & Van den Akker, H. E.A. 2010. Turbulent flow of shear-thinning liquids in stirred tanks - The effects of Reynolds number and flow index. *Chemical Engineering Research and Design*, **88**(7), 827–843.
- Vrabel, P., Van der Lans, R. G. J. M., Luyben, K. C., Boon, L., & Nienow, A. W. 2000. Mixing in large-scale vessels stirred with multiple radial or radial and axial up-pumping impellers : modelling and measurements. *Chemical Engineering Science*, **55**(23), 5881.
- Wang, D., Cooney, C., Demain, A., Dunnill, P., Humphrey, A., & Lilly, M. 1979. *Fermentation and Enzymes Technology*. New York : John Wiley and Sons.

- Warzywoda, M., Bardin, V., & Pourquie, J. 1983. *Procédé de production d'enzymes cellulolytiques FR-B-2 555 603*.
- Whitton, M. J., & Nienow, A. W. 1993. Scale up correlations for gas holdup and mass transfer coefficients in stirred tank reactors. *Proc. 3rd Int. Conf. Bioreactor Bioprocess Fluid Dynamics*, 135–149.
- Wichterle, K., & Wein, O. 1975. Agitation of Concentrated Suspensions.
- Wilkins, R. J., Miller, J. D., Plummer, J. R., Dietz, D. C., & Myers, K. J. 2005. New techniques for measuring and modeling cavern dimensions in a Bingham plastic fluid. *Chemical Engineering Science*, **60**(19), 5269–5275.
- Wongwicharn, A., McNeil, B., & Harvey, L. M. 1999. Effect of oxygen enrichment on morphology, growth, and heterologous protein production in chemostat cultures of *Aspergillus niger* B1-D. *Biotechnology and Bioengineering*, **65**(4), 416–424.
- Wu, H., & Patterson, G.K. 1989. Laser-Doppler measurements of turbulent-flow parameters in a stirred mixer. *Chemical Engineering Science*, **44**(10), 2207–2221.
- Wucherpfennig, T., Kiep, K. A., Driouch, H., Wittmann, C., & Krull, R. 2010. Morphology and Rheology in Filamentous Cultivations. *Advances in Applied Microbiology, Vol 72*, **72**, 89–136.
- Wyman, C. E. 1999. Biomass ethanol : Technical progress, opportunities, and commercial challenges. *Annual Review of Energy and the Environment*, **24**, 189–226.
- Wyman, C. E. 2007. What is (and is not) vital to advancing cellulosic ethanol. *Trends in Biotechnology*, **25**(4), 153–157.
- Wyman, C. E. 2008. Cellulosic ethanol : A unique sustainable liquid transportation fuel. *Mrs Bulletin*, **33**(4), 381–383.
- Yagi, H., & Yoshida, F. 1975. Gas Absorption by Newtonian and Non-Newtonian Fluids in Sparged Agitated Vessels. *Industrial and Engineering Chemistry Process Design and Development*, **14**(4), 488.
- Yang, H., & Allen, D. G. 1999. Model-based scale-up strategy for mycelial fermentation processes. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, **77**(5), 844.
- Yianneskis, M., Popiolek, Z., & Whitelaw, J. H. 1987. An experimental study of the steady and unsteady flow characteristics of stirred reactors. *Journal of Fluid Mechanics*, **175**, 537.
- Zetelaki, K., & Vas, K. 1968. The role of aeration and agitation in the production of glucose oxidase in submerged culture. *Biotechnology and Bioengineering*, **10**(1), 45–59.

- Zhao, D. L., Gao, Z. M., Muller-Steinhagen, H., & Smith, J. M. 2001. Liquid-phase mixing times in sparged and boiling agitated reactors with high gas loading. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, **40**(6), 1482–1487.
- Zhu, H., Kim, Y.D., & Kee, D. De. 2005. Non-Newtonian fluids with a yield stress. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, **129**(3), 177–181.

Annexe A

I Mesures des propriétés rhéologiques

Il existe un grand nombre d'instrument disponible pour la mesure des propriétés rhéologiques des fluides. Chacun a ses avantages et ses inconvénients. C'est pourquoi, le choix de l'instrument de mesure doit être choisi en fonction du fluide à étudier et des propriétés que l'on veut mesurer. Trois types d'instruments sont utilisés en rhéologie :

- les viscosimètres à chute de billes ;
- les viscosimètres capillaires ;
- les viscosimètres rotatifs.

Les viscosimètres rotatifs sont souvent utilisés pour caractériser les fluides non-Newtoniens. Ils en existent un très grand nombre. Ils fonctionnent tous sur le même principe. Un mobile de géométrie connue est mis en rotation dans le fluide de mesure. La vitesse de rotation est reliée au taux de cisaillement alors que le couple nécessaire à la mise en rotation est relié à la contrainte de cisaillement.

I.A Rhéomètre plan

La situation idéale est celle où contrainte et vitesse de déformation sont constantes dans tout le volume du matériau. C'est ce que l'on rencontre dans un matériau homogène soumis à un écoulement de cisaillement simple comme celui de la figure 1.7. Les contraintes tangentielles, $\sigma = \sigma_{xy}$, sont constantes et égales aux contraintes sur les plans. La vitesse de déformation est la même en tout point et vaut $\dot{\gamma} = \frac{V}{e}$. La viscosité de cisaillement est définie comme le rapport de la contrainte tangentielle et du taux de cisaillement $\mu = \sigma/\dot{\gamma}$. Si le matériau est inhomogène, le profil de vitesse n'est plus celui de l'écoulement de cisaillement simple car la viscosité varie de point en point. On en est réduit à mesurer une viscosité effective que l'on peut exploiter si l'on dispose d'un modèle théorique du milieu. Les autres écoulements viscométriques sont issus de l'écoulement de cisaillement simple et sont des généralisations pratiques de celui-ci.

I.B Rhéomètre de Couette

Dans le rhéomètre Couette, le fluide est cisailé dans un entrefer, entre un cylindre fixe de diamètre R_1 et un cylindre mobile de diamètre R_2 ayant une vitesse angulaire Ω . On appelle aussi la géométrie Couette, la géométrie cylindrique coaxiale. Les hypothèses permettant une analyse mathématique des grandeurs rhéologiques sont les suivantes :

- l'écoulement est en régime stationnaire, laminaire et isotherme (avec un entrefer large, un gradient de température peut apparaître) ;
- les effets inertiels sont négligeables ;
- l'entrefer doit être étroit (en pratique $R_1/R_2 > 95 - 98\%$) ;
- la surface libre reste horizontale (une hypothèse essentielle dont il convient de vérifier la validité expérimentalement). Les effets perturbateurs liés aux contraintes normales sont donc négligeables. Ceci implique a priori que la composante verticale de la vitesse est nulle.

En prenant en compte ces hypothèses, les relations donnant les grandeurs rhéologiques $\dot{\gamma}$ et τ sont :

$$\dot{\gamma} = 2\Omega \frac{R_1 R_2}{R_2^2 - R_1^2} \quad (40)$$

$$\tau(R_1) = \frac{C_m}{2\pi h R_1^2} \quad (41)$$

où h est la hauteur de l'entrefer, et C est le couple en N·m. L'expression de l'équation (41) est évidemment donnée pour un fluide Newtonien. Cette géométrie est particulièrement bien adaptée aux fluides peu visqueux. De plus, les risques d'éjection du produit sont limités grâce à l'étendue des surfaces en regard. Par contre les inconvénients principaux sont représentés par un gradient de cisaillement non homogène dans les larges entrefers et un remplissage de la cellule de mesure délicat surtout pour les fluides visqueux. De même, l'inclusion d'air est difficile à éviter et provoque une instabilité sur la mesure du couple. Il existe un autre problème rencontré dans toutes les géométries rotatives : l'arbre du mobile d'agitation ne s'aligne pas parfaitement par rapport à l'axe de rotation. Ce défaut engendre aussi une instabilité sur la mesure du couple. Enfin un dernier facteur d'erreurs à ne pas négliger, à vitesse d'agitation élevée, la dissipation visqueuse peut provoquer un échauffement de l'échantillon. L'augmentation de température provoquant une chute de viscosité, une mesure stable du couple devient difficile.

I.C Rhéomètre cône-plan

Dans le rhéomètre cône-plan, le fluide est placé entre un plan et un cône de rayon R comme présenté sur la figure 34. Le cône fait un angle ψ avec le plan

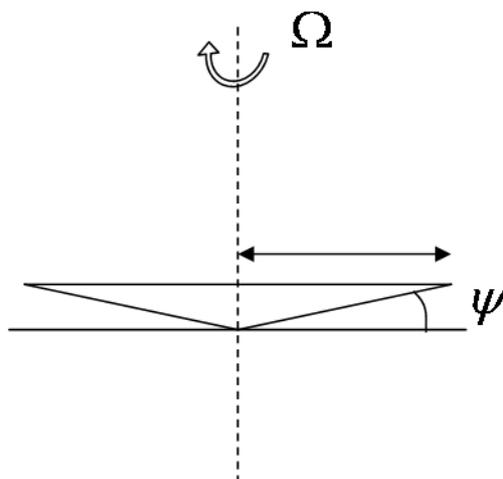


Figure 34 – Rhéomètre cône-plan

et peut tourner à une vitesse angulaire Ω . Ici encore, on peut travailler soit à vitesse imposée soit à moment imposé. A partir du couple C et de la vitesse angulaire, on en déduit la viscosité. En effet, si l'angle du cône est assez petit ($\psi < 5^\circ$), la contrainte et la vitesse de déformation sont constantes dans tout l'espace occupé par l'échantillon (toujours homogène) et sont respectivement égales à :

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\psi} \quad (42)$$

$$\tau = \frac{3C_m}{2\pi \Omega R^3} \quad (43)$$

La viscosité est donnée par :

$$\mu = \frac{3C_m \psi}{2\pi \Omega R^3} \quad (44)$$

Ce rhéomètre est très utile lorsqu'on ne dispose que d'une faible quantité de fluide car en général une goutte suffit, le fluide tenant entre le cône et le plan grâce à la tension capillaire. Il est aussi très intéressant car on peut atteindre des vitesses de cisaillement élevées. Les inconvénients sont que la mesure est très sensible à la position du cône (qui est tronqué et remplacé par un petit méplat) et que ce type d'appareil ne convient pas pour des matériaux complexes et fragiles comme les suspensions de particules. Un grand avantage est que l'on peut mesurer la poussée sur la plaque, ce qui permet une mesure des contraintes normales.

I.D Rhéomètre à pales

Les rhéomètres à pales sont très souvent utilisés pour caractériser les fluides biologiques notamment les milieux issus de fermentations. Ils sont souvent préférés aux rhéomètres cités précédemment car :

- les organismes, notamment les pelotes, sont souvent du même ordre de grandeur que la taille de l'entrefer de mesure. Ceci peut entraîner une destruction de ces pelotes d'une part. D'autre part on ne se place pas dans de bonnes conditions pour réaliser une rhéométrie. En effet, le fluide doit pouvoir être considéré comme homogène à l'intérieur de l'entrefer, ce qui suppose donc que les entités en suspensions sont de petite taille par rapport à cet entrefer ;
- il peut se former des fines couches à la surface des appareils de mesures ;
- la suspension a tendance à devenir inhomogène par sédimentation des particules.

Pour un rhéomètre à pales, le cylindre du Couette est remplacé par une turbine (ex : turbine de Rushton). Grâce aux pales de l'agitateur, on minimise les effets de séparation des phases. De plus, la géométrie est plus semblable à celle d'une cuve agitée. Les conditions hydrodynamiques sont certainement plus proches de ce qu'il se passe dans un fermenteur (Metz *et al.*, 1979).

I.D.A Théorie

L'utilisation d'un rhéomètre à pales est basée sur un certain nombre d'équations que nous allons développer. La puissance consommée est définie de la manière suivante :

$$P = Np_0 \rho N^3 D^3 \quad (45)$$

En régime laminaire ($Re < 10$), le nombre de puissance de l'agitateur s'écrit :

$$Np_0 = \frac{cst}{Re} \quad (46)$$

où la constante dépend du type de mobile. Pour un fluide non-Newtonien, le nombre de Reynolds est donné par :

$$Re = \frac{\rho ND^2}{\mu_{app}} \quad (47)$$

La puissance peut aussi être reliée au couple mécanique appliqué au mobile :

$$P = 2\pi N \cdot C_m \quad (48)$$

En combinant les équations (45),(46),(1.13) et (48) on peut relier directement le couple mécanique de la façon suivante :

$$C_m = \frac{cst}{2\pi} \mu_{app} N D^3 \quad (49)$$

Pour chaque système, la constante de l'équation (49) doit être déterminée. Pour cela, on utilise un fluide Newtonien dont on connaît la viscosité. On mesure le couple pour plusieurs vitesses de rotation et on déduit sa valeur dans l'équation (49).

Pour la mesure en milieux rhéofluifiant, il faut connaître le taux de cisaillement moyen dans le système. Pour cela, on utilise la loi de [Metzner & Otto \(1957\)](#) établie pour un régime d'écoulement laminaire :

$$\dot{\gamma}_{moy} = k_S \cdot N \quad (50)$$

avec k_S une constante qui dépend du mobile et qui est proche de 10. Cette relation est indépendante du fluide de mesure quand celui-ci est Newtonien généralisé et que l'indice de comportement n'est pas trop faible. Pour un liquide qui suit une loi puissance (équation (51)), on peut écrire :

$$\frac{\tau}{\dot{\gamma}_{moy}} = \mu_{app} = K (k_S N)^{n-1} \quad (51)$$

On obtient :

$$\tau = \frac{2\pi \cdot C_m k_S}{cst D^3} \quad (52)$$

Ainsi, en mesurant le couple, on peut déterminer la contrainte avec l'équation (52). Le cisaillement est déduit de la vitesse de rotation par l'équation (1.32). Un exemple d'utilisation de cette méthode est présenté dans ([Roels et al., 1974](#)) pour le cas du champignon filamentueux *Penicillium chrysogenum*.

I.D.B Précautions

Les viscosimètres à pales sont très utiles pour mesurer les propriétés rhéologiques des suspensions de champignons. Néanmoins un certain nombre de précautions sont à prendre afin d'avoir une mesure la plus reproductible possible. Dans un premier temps, la mesure doit toujours être effectuée en régime laminaire. Dans le cas contraire, l'équation (46) n'est plus valable. Ensuite, un ou plusieurs fluides Newtoniens de rhéologies différentes doivent être utilisés pour calculer la constante de l'équation (46). On peut aussi utiliser des milieux homogènes non-Newtoniens dont la rhéologie a été mesurée dans un rhéomètre

Couette ou cône plan pour vérifier la validité de l'équation (1.32). Le principal inconvénient de cette méthode c'est qu'on estime le cisaillement par une corrélation alors que dans les autres cas, on connaît précisément l'écoulement et donc le cisaillement.

I.D.C Validité de la mesure

Metz et al. (1979) ont observé des diminutions de la contrainte de cisaillement au cours du temps pour une vitesse de rotation constante. Les auteurs avancent deux hypothèses pour expliquer cet effet :

- le milieu se restructure par défloculation à cause d'une augmentation de la contrainte ou par orientation des particules dans le sens de l'écoulement laminaire ;
- les particules sont séparées de la phase claire par centrifugation ou par gravité.

Ces résultats obtenus avec un rhéomètre à pales peuvent aussi varier en fonction des conditions opératoires :

- la façon dont le taux de cisaillement est augmenté ou diminué ;
- le temps auquel est maintenu le taux de cisaillement à chaque mesure ;
- le temps entre lequel l'échantillon a été prélevé du réacteur à la mesure.

Certains auteurs (*Kim et al.*, 1983; *Svihla et al.*, 1997) ont démontré que la turbine n'était pas le meilleur mobile pour effectuer des mesures rhéologiques sur les systèmes non-homogènes. Ils préconisent l'utilisation d'un ruban hélicoïdal comme mobile car il permet de mieux suspendre les particules. Dans les travaux de *Allen & Robinson* (1990), les turbines et les rubans hélicoïdaux ont été comparés pour trois types de micro-organismes filamenteux. Les auteurs attirent l'attention sur le choix du type de mobile en fonction de l'application. Il semble que le ruban hélicoïdal ne permet pas de balayer une gamme de cisaillement assez large comme celle qu'on peut trouver dans les fermenteurs de production.

II Les méthodes de caractérisation du mélange

Une des façons les plus simples de quantifier le mélange dans un réacteur agité est de mesurer une grandeur appelée « temps de mélange ». On définit le temps de mélange t_{mix} comme la durée nécessaire, à partir de l'injection du traceur, à l'obtention d'un degré d'homogénéité donné, par exemple l'obtention de 95% de la concentration de mélange du traceur ayant des propriétés différentes du milieu. Il exista plusieurs méthodes pour déterminer le temps de mélange.

II.A Les méthodes visuelles

Une méthode simple consiste à injecter un traceur coloré dans un système transparent et à visualiser l'écoulement. Malheureusement, lorsqu'un traceur est ajouté, il n'est pas possible d'observer la zone située à l'arrière de cette coloration (Brown *et al.*, 2004). C'est pourquoi les méthodes de décoloration sont parfois préférées. Deux méthodes de décoloration sont utilisées :

- les réactions acides bases en présence d'indicateur coloré approprié comme le bleu de bromotymol (bleue vers jaune) ou phénolphtaléine (rose vers transparent) ;
- les réactions entre iode et thiosulphate en présence d'amidon.

Dans de nombreuses études, les méthodes de décoloration sont utilisées. Le temps de mélange est calculé entre l'injection de traceur et la disparition de la dernière trace de couleur (Cronin *et al.*, 1994). Bien entendu, le problème avec ces méthodes, c'est qu'il est difficile de relier le dernier pic de décoloration avec un degré de mélange.

II.B Les méthodes quantitatives

Pour obtenir des mesures les plus fiables et quantitatives possibles, un certain nombre de précautions doivent être prises. La méthode idéale pour obtenir une bonne mesure du temps de mélange devrait respecter ces spécifications suivantes :

- le diamètre du réacteur ne devra pas être trop grand pour éviter les problèmes d'effets de moyenne ;
- la sonde devra avoir un temps de réponse négligeable par rapport au temps de mélange ;
- l'effet de ou des sondes sur l'hydrodynamique devra être négligeable ;
- les paramètres physico-chimiques du milieu ne devront pas être modifiés par l'ajout du traceur ;
- la mesure pourra être applicable à la mesure en présence de gaz ;
- idéalement, la méthode pourra être applicable plusieurs fois sur le milieu sans avoir besoin de le changer.

En réalité, aucune méthode ne respecte toutes ces conditions. Dans la partie suivante, les différentes méthodes sont présentées ainsi que leurs avantages et inconvénients.

II.B.A Les méthodes conductimétriques

La méthode la plus utilisée pour déterminer le temps de mélange dans un réacteur agité est basée sur la mesure de la conductivité suite à l'ajout d'un traceur contenant des sels. L'avantage de cette méthode réside dans le fait que les

sondes conductimétriques ont un temps de réponse assez court. Le principal inconvénient de cette méthode c'est qu'elle est peu utilisable sans précautions en présence de gaz. Lorsque c'est le cas, les bulles d'air, non conductrices, passent entre les électrodes et provoquent une augmentation du bruit de la mesure qui rend la mesure du temps de mélange impossible. [Pinelli *et al.* \(2001\)](#) ont montré que la méthode conductimétrique pouvait être utilisée de façon satisfaisante en présence de gaz si la sonde était protégée par une petite cage contenant des trous d'un diamètre de 0.5 mm. Les mesures de temps de mélange en monophasique avec et sans la cage ont donné des valeurs similaires. Néanmoins, cette méthode s'est avérée efficace sur la réduction du bruit de mesure seulement si de petites bulles étaient entraînées à l'intérieur de la cage de la sonde. L'autre inconvénient de cette méthode est que chaque mesure nécessite un ajout important dans le milieu, ce qui rend le saut de conductivité de moins en moins marqué. De même, si le temps de mélange est mesuré dans un milieu de fermentation, le changement de conductivité sera faible car les milieux de culture sont souvent très salés.

II.B.B Les méthodes pH-métriques

De même que les méthodes conductimétriques, les méthodes pH-métrique ont souvent été utilisées pour mesurer le temps de mélange dans les réacteurs agités ([Marten & Wenger, 1997](#)). Cette technique consiste à mesurer l'évolution du pH après ajout d'une solution concentrée en acide ou en base. L'avantage de cette méthode est que la mesure n'est pas influencée par la présence de gaz. Par le temps de réponse de ces sondes est souvent long. C'est pourquoi cette méthode n'est pas adaptée à des réacteurs de laboratoire qui peuvent avoir un temps de mélange de quelques secondes. De plus, les quantités d'acide ou de base pour avoir une bonne sensibilité de mesure peuvent être très élevées.

II.B.C Les méthodes thermiques

Dans la méthode thermique, un liquide ayant une température différent du milieu est injecté et la température est mesurée par des thermocouples (par exemple ([Hoogendoorn & den Hartog, 1967](#))). L'inconvénient de cette méthode, c'est lorsque le milieu est sensible à la température. De plus, les quantités à injecter sont très grandes lorsque le réacteur est grand.

II.C Traitement des données de temps de mélange

Les données issues des méthodes précédentes doivent être traitées afin d'obtenir le temps de mélange du système. La concentration normalisée E est obtenue

nue par l'équation suivante :

$$E = \frac{c(t) - c_0}{c_{final} - c_0}. \quad (53)$$

On postule souvent que le mélange est un système d'ordre un (Pedersen *et al.*, 1994; Marten & Wenger, 1997). Si c'est en effet le cas, il existe une relation de forme exponentielle.

$$|E - 1| = \left| \frac{c(t) - c_{final}}{c_{final} - c_0} \right| = \exp(-k_{mix}t) \quad (54)$$

$1/k_{mix}$ est le temps caractéristique du mélange qui correspond à un temps de mélange à 63.2% du mélange final. k_{mix} peut être obtenu en traçant en coordonnées logarithmique $|E - 1|$ en fonction de t . Il peut être utilisé ensuite pour calculer le temps de mélange pour un degré de mélange m dans le cas d'un système de premier ordre.

$$t_{mix,m} = \frac{1}{k_{mix}} \ln(1 - m) \quad (55)$$

Dans cette méthode, le temps entre l'injection du traceur est négligé car seul la régression est utilisée pour calculer k_{mix} . Certains auteurs estiment le temps de mélange étant égal à la somme entre le temps de mélange calculé par régression et le temps entre l'injection et la première réponse de la sonde.

Brown *et al.* (2004) ont proposé que les données de mesure devaient être tracées à l'aide d'une fonction logarithme variance :

$$\log(\sigma^2) = \log([E - 1]^2), \quad (56)$$

et que le temps de mélange à 95% de l'homogénéité devait être lu lorsque $\log(\sigma^2)$ était égal à $2\log(0.05) = -2.60$. Selon Brown *et al.* (2004), cette méthode de traitement du signal est la plus adaptée. Dans le cas où plusieurs sondes sont utilisées, la réponse des M sondes pouvaient être combinées et pondérées par rapport à la sonde qui avait la plus grande variation de l'équilibre. Cela se fait en calculant la variance RMS qui est calculée de la manière suivante :

$$\log(\sigma_{RMS}^2) = \log\left(\frac{1}{M} \sum_{i=1}^M [E_i - 1]^2\right). \quad (57)$$

III Les méthodes de caractérisation du transfert de matière

La détermination du k_{la} dans un bioréacteur est essentielle pour connaître l'efficacité de l'aération et quantifier les effets des conditions opératoires sur la

concentration en oxygène dissous dans le réacteur. Il existe un grand nombre de méthodes pour déterminer le coefficient de transfert de matière dans un réacteur agité (van't Riet, 1979). Dans cette partie, nous allons présenter les plus utilisées en présence ou non de micro-organismes. Pour plus de détails sur ce sujet, on pourra se référer à deux excellentes revues publiées récemment (Garcia-Ochoa & Gomez, 2009; Garcia-Ochoa *et al.*, 2010).

Si l'on fait un bilan matière sur un bioréacteur parfaitement mélangé, on obtient l'équation suivante :

$$\frac{dC_l}{dt} = OTR - OUR \quad (58)$$

avec dC_l/dt l'accumulation d'oxygène dans la phase liquide du réacteur, OTR le taux de transfert volumique (voir équation (1.25)) et OUR la consommation d'oxygène par les micro-organismes. On peut séparer les méthodes en deux groupes :

- en absence de micro-organismes ;
- en présence de biomasse qui consomme l'oxygène dissous.

III.A Méthodes de mesure en absence de consommation

En absence de consommation d'oxygène, $OUR = 0$. L'équation (58) devient :

$$\frac{dC_l}{dt} = OTR = k_{la}(C_l^* - C_l). \quad (59)$$

A partir de cette équation, plusieurs méthodes sont disponibles pour mesurer expérimentalement la valeur du k_{la} .

III.A.A La méthode dynamique avec sonde à oxygène

Cette méthode consiste dans un premier temps à éliminer l'oxygène du liquide, par exemple en faisant buller de l'azote ou en ajoutant du sulfite jusqu'à ce que la concentration en oxygène soit proche de zéro. Ensuite on injecte rapidement de l'air en entrée du réacteur et la concentration en oxygène dissous est mesurée par une sonde. Le bilan sur l'oxygène est donné par l'équation (59). Si l'on considère C_l^* comme constant et que l'on peut négliger le temps de réponse de la sonde, le k_{la} est donné par identification du coefficient directeur de la droite $\ln(C_l^* - C_l)$ en fonction du temps. Néanmoins, lorsque le temps de réponse de la sonde τ_r , n'est pas négligeable par rapport à $1/k_{la}$, la dynamique de la sonde doit être prise en considération. Pour mesurer τ_r , on peut changer rapidement la sonde d'un milieu où la concentration est nulle vers un milieu où la concentration en oxygène est égale à la saturation. De plus, pour détermination correcte du coefficient de transfert, il est nécessaire de prendre en considération la dynamique des phases (gaz et liquide).

III.A.B La méthode « start-up »

La méthode « start-up » est une variante de la méthode dynamique avec sonde à oxygène où l'aération est démarrée dans un liquide désoxygéné avec un taux de gaz nul. Ainsi, les problèmes liés au transfert d'oxygène dans les bulles d'azote sont diminués. Cependant d'autres problèmes, décrits par [Linek et al. \(1981\)](#) peuvent intervenir. [Nocentini \(1990\)](#) suggère que la méthode « start-up » permet d'obtenir de bonnes mesures de $k_{l}a$ si la phase liquide était considérée comme parfaitement mélangée, la phase gaz comme ayant un écoulement piston et que la sonde à oxygène était placée au centre du réacteur.

Comme il a été souligné au dessus, les principaux inconvénients des méthodes dynamiques sont qu'il est nécessaire de postuler la dynamique des phases. Il s'avère que ces problèmes sont de moindre importance si l'écoulement est coalescent.

III.A.C La méthode d'échelon de pression

La méthode d'échelon de pression a été mise en place par [Linek et al. \(1989\)](#). Elle est basée sur la mesure de l'évolution de la concentration en oxygène dissous suite à un changement de pression totale dans le réacteur (environ 20%). Ce changement de pression s'opère rapidement dans toutes les bulles de gaz. Ainsi, avec cette méthode, les problèmes de mélange non idéaux des phases sont supprimés. Il est conseillé d'utiliser cette méthode en augmentant la pression car une diminution pourrait entraîner une rupture des bulles et donc une augmentation du $k_{l}a$. Quelques années plus tard, [Linek et al. \(1993\)](#) ont démontré que cette méthode pouvait être utilisée dans un réacteur de plus grand volume même lorsque le changement de pression total n'était pas rapide.

[Linek et al. \(1989\)](#) ont comparé la méthode d'échelon de pression avec différentes autres méthodes de mesures. Il ressort que pour un milieu coalescent (eau pure), la méthode « start-up » donnait des valeurs de $k_{l}a$ similaires. En revanche ils ont montré que ce n'était pas le cas pour des solutions non coalescentes. De plus, [Linek et al. \(1989\)](#) ont montré que pour la méthode d'échelon de pression il n'y avait pas de différence de valeurs de $k_{l}a$ si le gaz utilisé était de l'air ou de l'oxygène pur (ce qui n'est pas le cas de la méthode au sulfite). Un autre aspect important, est que pour des $k_{l}a$ inférieurs à 730 h^{-1} le transport d'azote peut être négligé [Linek et al. \(1993\)](#). Ainsi, la méthode de pression dynamique est une méthode qui donne des valeurs de $k_{l}a$ fiables sans utiliser un modèle complexe sur la phase gaz.

III.A.D Les autres méthodes

Il existe d'autres méthodes de mesure du $k_{l}a$ pour des systèmes agités. Parmi les plus utilisées, on pourra citer la méthode au sulfite, la méthode au

peroxyde d'hydrogène, la méthode de la réponse initiale ou double réponse. Ces méthodes ne sont pas détaillées dans ce rapport. Pour plus d'informations sur le sujet, on pourra se référer aux travaux de [Gogate & Pandit \(1999\)](#) qui reprennent les différentes méthodes et les comparent.

III.A.E Conclusions sur les méthodes

Il n'existe pas de méthode idéale pour mesurer le $k_l a$. Pour chacune des méthodes, il est nécessaire de prendre certaines précautions et de faire certaines hypothèses. Pour chaque étude, il est important de connaître la précision que l'on veut obtenir et minimiser les difficultés liées à la mesure ou au traitement des données.

III.B Méthodes de mesure avec consommation

III.B.A Analyse des gaz

Cette méthode utilise des analyseurs de gaz pour mesurer la concentration en oxygène à l'entrée et à la sortie du réacteur, et une sonde pour mesurer la concentration en oxygène dissous dans le réacteur. Ensuite on fait un bilan matière en régime permanent :

$$F_{O_2}^{entree} - F_{O_2}^{sortie} - V \cdot OUR = 0, \quad (60)$$

avec F^{entree} et F^{sortie} les flux molaires à l'entrée et à la sortie du réacteur. Lorsque l'on est en régime permanent, la consommation par les micro-organismes est égale au transfert d'oxygène :

$$OUR = k_l a (C_l^* - C_l). \quad (61)$$

On peut ainsi déterminer le $k_l a$ de la façon suivante :

$$k_l a = \frac{F_{O_2}^{entree} - F_{O_2}^{sortie}}{V \cdot (C_l^* - C_l)}. \quad (62)$$

Pour cette méthode, il est important de quantifier la consommation en oxygène par les micro-organismes. Lorsque celle-ci est faible, les erreurs de mesure sur les concentrations en oxygène à l'entrée et à la sortie peuvent conduire à de gros erreurs sur la mesure du $k_l a$. Par ailleurs des hypothèses sur l'homogénéité des phases gaz et liquide sont également nécessaires.

III.B.B La méthode dynamique

La méthode dynamique se déroule en deux phases. Pendant la première phase, l'aération est coupée. L'équation bilan sur l'oxygène donne :

$$\frac{dC_l}{dt} = -q_{O_2} \cdot C_X. \quad (63)$$

En connaissant la concentration en biomasse, on peut déterminer la consommation d'oxygène des micro-organismes par identification de la pente de la concentration en oxygène dissous dans le liquide au cours du temps. Ensuite, lors de la deuxième phase, l'aération est redémarrée et on mesure la concentration en oxygène dissous. L'équation bilan devient alors :

$$\frac{dC_l}{dt} = k_l a (C_l^* - C_l) - q_{O_2} \cdot C_X. \quad (64)$$

Enfin, par intégration de l'équation (64) et en connaissant C_X et q_{O_2} on peut remonter à la valeur du $k_l a$.

IV Données PIV complémentaires

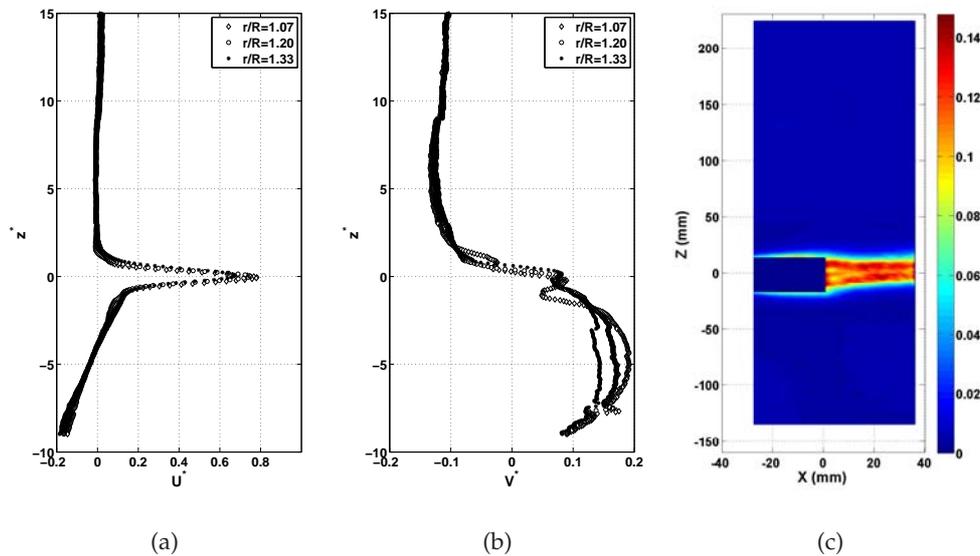


Figure 35 – Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans de l'eau à 150 rpm.

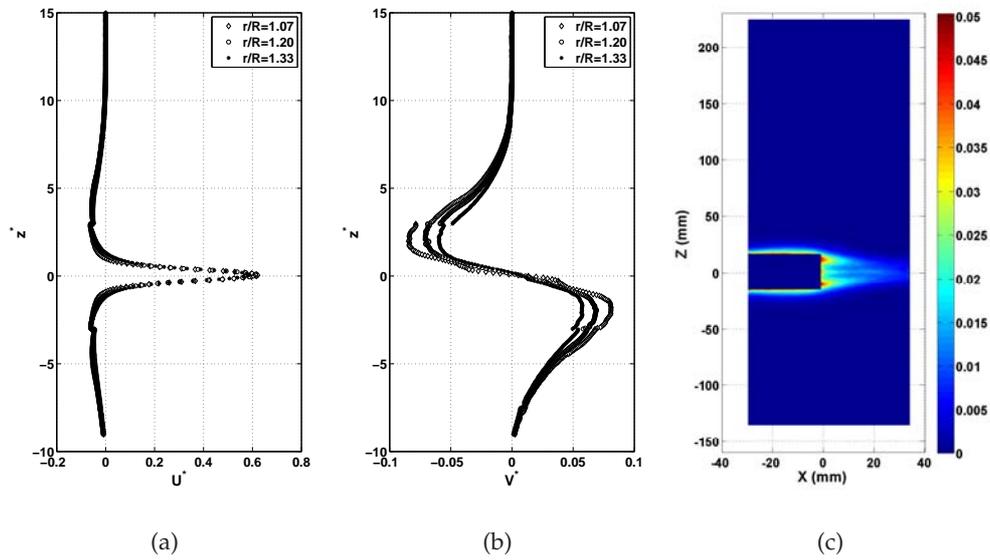


Figure 36 – Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Carbopol à 0,08% à 150 rpm.

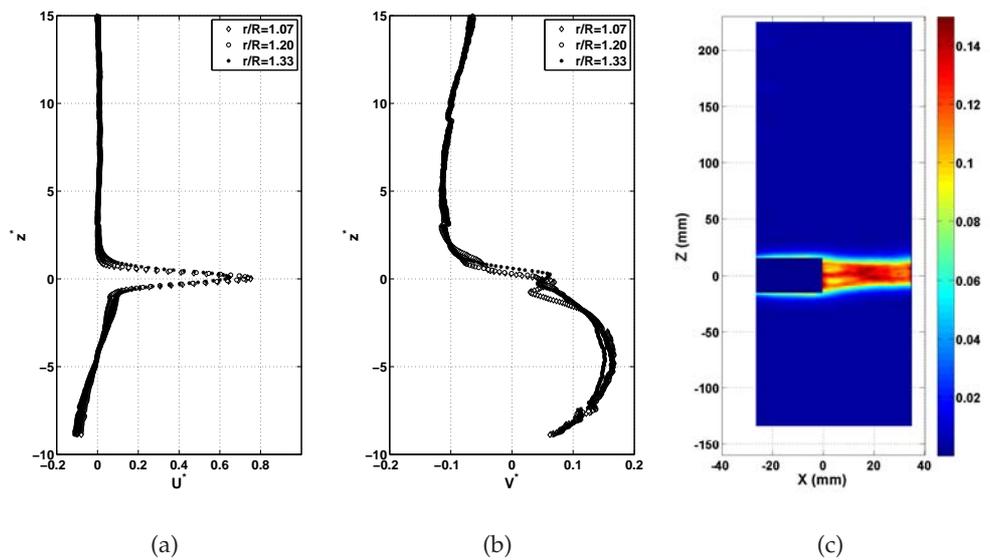


Figure 37 – Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Zetag à 0,1% à 150 rpm.

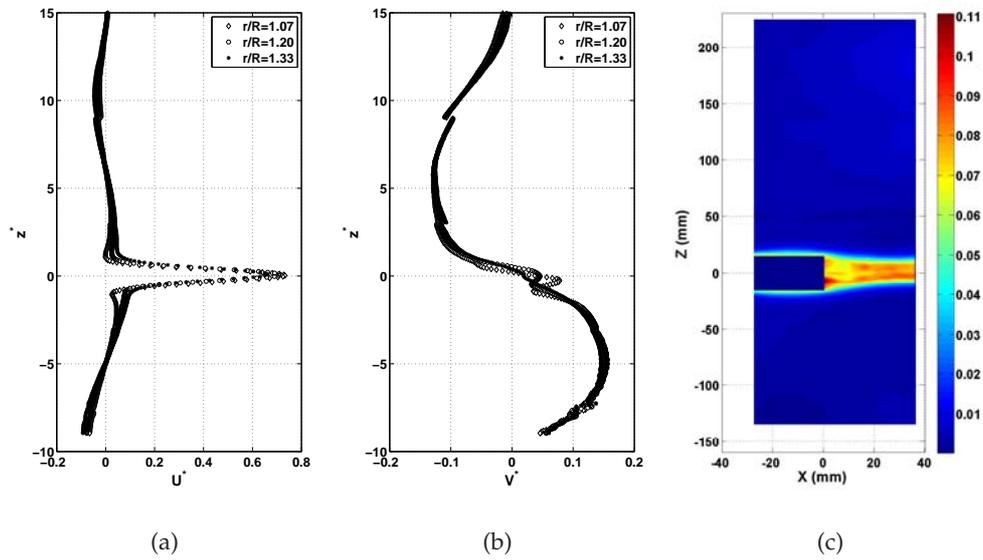


Figure 38 – Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Zetag à 0, 2% à 150 rpm.

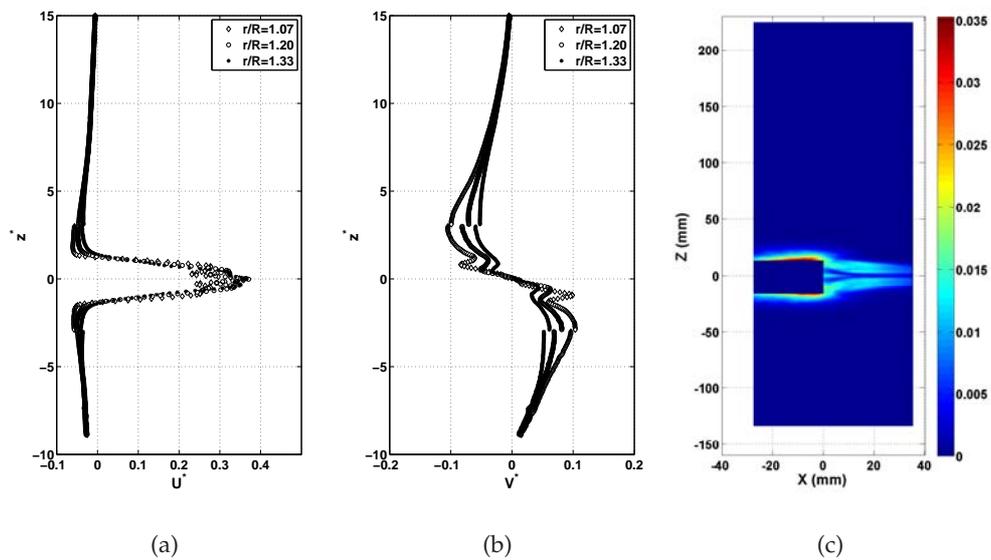


Figure 39 – Vitesses radiales et axiales normalisées, et énergie cinétique du mouvement moyen dans du Zetag à 0, 4% à 150 rpm.