

Caractérisation Rhéologique Empirique Et Relative - Détermination De La Loi Constitutive Des Suspensions Eau Et Déchets Papiers-Cartons

[Empirical And Relative Rheological Characterization And Determination Of The Constitutive Law Of Water And Waste Paper-Cardboard Suspensions]

Tsiry A. Andriamanampisoa¹, Gabriely Ranaivoniarivo², Bienvenue Raheliarilalao³,
Edouard Andrianarison⁴

Université d'Antananarivo, École Supérieure Polytechnique, 101 Antananarivo-Madagascar



Résumé – Pour mettre au point un procédé de fabrication de briques autobloquantes à partir de déchets papier-carton, et d'en garantir la reproductibilité, maîtriser la qualité de la suspension eaux et déchets papier-cartons devient fondamental. En effet, cette suspension est mélangée avec du sable et du ciment pour obtenir les briques autobloquantes. Il est alors essentiel de déterminer la loi constitutive des suspensions eaux et déchets papier-carton. Une méthode de caractérisation rhéologique empirique et relative du type viscosimètre rotatif a été adoptée à partir de la conception et de réalisation d'un broyeur de déchets-papiers. Cette méthode propose d'utiliser ce broyeur comme rhéomètre de process et de définir la viscosité apparente de la suspension à partir de celle d'un fluide newtonien de référence qui nécessiterait la même puissance consommée dans des conditions opératoires et géométriques identiques. Dans le cadre de cette étude, la suspension eaux et déchets cellulosiques suit la loi d'Ostwald de Waële et l'eau est utilisée comme fluide de référence. La courbe caractéristique obtenue sur le broyeur avec l'eau sera comparée avec celles obtenues avec les différentes pâtes de papier. Les données mesurées sont les vitesses de rotation et les puissances électriques consommées pour en déduire les nombres de puissances (N_p). À partir de la fonction modèle $N_p = k Re^x Fr^y$, les paramètres k , x , y seront déterminés pour ajuster les données expérimentales enregistrées. Pour constituer ces données expérimentales et modéliser les courbes caractéristiques du broyeur, l'inclinaison des pales de l'agitateur a été variée : 30° (T30), 45° (T45) et 60° (T60). Différents types de déchets cellulosiques ont également été utilisés : papiers journaux (PJ), papiers vélin (PV) et papiers cartons (PC). La vitesse de rotation du mobile passe de 1 tr/s, à 2,5 tr/s, à 4 tr/s, à 5 tr/s puis elle est augmentée par pas de 2,5 tr/s jusqu'à atteindre la vitesse maximale du moteur qui est de 25 tr/s. Les nombres de puissances obtenus des expériences ont été ajustés par la régression non-linéaire avec deux types de mises en équation sous MatLab. La première mise en équation a été faite par l'algorithme de Nelder Mead (N-M) qui, après 38 à 47 itérations et 75 à 88 évaluations des fonctions, a donné des valeurs de k , x et y . La deuxième a été faite par l'algorithme de Levenberg Marquadt (L-M) et a donné des valeurs de k , x , y après 4 à 5 itérations et 15 à 18 évaluations des fonctions. Ces deux méthodes donnent des résultats différents. Les nombres d'itérations montrent la puissance de chaque algorithme et celui de Levenberg Marquadt converge plus vite. Les valeurs du facteur de fiabilité $R < 5\%$ obtenues montrent une différence négligeable des équations littérales issues des deux méthodes et valident la multiplicité des solutions. De ces courbes caractéristiques littérales obtenues par ajustement, nous procédons à une caractérisation rhéologique empirique et relative des suspensions eaux et déchets papiers-cartons en déterminant successivement par identification un Nombres de Reynolds apparente, une viscosité apparente et les lois constitutives suivant le modèle de puissance d'Ostwald Waële. Les lois constitutives obtenues sont de la forme $\sigma = m \cdot \dot{\gamma}^n$ avec m , indice de consistance et n , indice d'écoulement. Nous avons constaté un indice de consistance entre 9.10-4 et 11.10-4 et un indice d'écoulement entre 1,03 et 1,08. La cohérence de ces valeurs a été constatée en ayant un $n > 1$, qui signifie un comportement rhéoépaississant. Les suspensions eaux et déchets papiers-cartons sont généralement dans les mêmes classes des solutions d'amidons agitées.

Mots clés – Rhéologie, Rhéomètre de process, Déchets cellulósiques, Indice de consistance, Indice d'écoulement, Brique autobloquante.

Abstract – To develop a process for the manufacture of self-locking bricks from paper-cardboard waste, and in guaranteeing its reproducibility, the control of the quality of the water and paper-cardboard waste suspension becomes fundamental. Indeed, this suspension is mixed with sand and cement to obtain the self-locking bricks. It is then essential to determine the constitutive law of the water and paper-cardboard waste suspensions. A method of empirical and relative rheological characterization of the type rotary viscometer was adopted from the design and realization of an agitator-grinder of waste paper. This method proposes to use this agitator as a process rheometer and to define the apparent viscosity of the suspension from that of a reference Newtonian fluid which would require the same power consumption under identical operating and geometric conditions. In this study, the suspension of water and cellulosic waste follows Ostwald de Waële's law and water is used as reference fluid. The characteristic curve obtained of the agitator with water will be compared with those obtained with the different paper pulps. The measured data are the rotational speeds and the electrical power consumption in order to derive the power numbers (N_p). From the model function $N_p = k Re^x Fr^y$, the parameters k , x , y will be determined to fit the recorded experimental data. To build up the experimental data and model the characteristic curves of the agitator, the inclination of the agitator blades was varied: 30° (T30), 45° (T45) and 60° (T60). Different types of cellulosic waste were also used: newspaper, vellum paper and cardboard paper. The rotation speed of the mobile increases from 1 rev/s, to 2.5 rev/s, to 4 rev/s, to 5 rev/s and then it is increased by steps of 2.5 rev/s until reaching the maximum speed of the motor which is 25 rev/s. The power numbers obtained from the experiments were fitted by non-linear regression with two types of equations in MatLab. The first equation was done by the Nelder Mead (N-M) algorithm which, after 38-47 iterations and 75-88 function evaluations, yielded values for k , x , and y . The second was done by the Levenberg Marquadt (L-M) algorithm and gave values of k , x , y after 4 to 5 iterations and 15 to 18 function evaluations. These two methods give different results. The number of iterations show the power of each algorithm and the Levenberg Marquadt algorithm converges faster. The values of the reliability factor $R < 5\%$ obtained show a negligible difference of the literal equations from both methods and validate the multiplicity of solutions. From these literal characteristic curves obtained by adjustment, we proceed to an empirical and relative rheological characterization of the water and waste paper-cardboard suspensions by determining successively by identification an apparent Reynolds number, an apparent viscosity and the constitutive laws according to the power model of Ostwald de Waële. The constitutive laws obtained are of the form $\sigma = m \cdot \dot{\gamma}^n$ with m , consistency index and n , flow index. We found a consistency index between 9.10^{-4} and 11.10^{-4} and a flow index between 1.03 and 1.08. The consistency of these values was found by having a $n > 1$, which means a rheo-thickening behavior. Water and waste paper-cardboard suspensions are generally in the same classes of stirred starch solutions.

Keywords – Rheology, Process rheometer, Cellulosic waste, Consistency index, Flow index, Self-locking bricks.

I. INTRODUCTION

Avec l'évolution grandissante des industries de transformation à Madagascar, il y a une accumulation des déchets papier-cartons qui ont été utilisés comme conditionnement. Cependant, la législation environnementale malgache n'emmène pas immédiatement les industriels à la culture de recyclage de déchets. De plus, il n'existe pas encore d'infrastructure de collecte et de transformation ni de valorisation de déchets structurée pour contribuer à la protection de l'environnement. Par conséquent, des milliers de tonnes de déchets papiers –cartons par an sont laissés dans la nature [1]. Ces déchets provenant des emballages des produits d'origines diverses comme l'agroalimentaire polluent notre écosystème. L'inexistence d'autres alternatives de réutilisation de ces déchets, à part dans les industries de papiers ou dans les arts malgaches comme le papier ANTEMORO, limite l'accessibilité de la valorisation dans l'utilisation quotidienne. Or les déchets papier-carton offrent une multitude de possibilités de recyclage, que ce soit dans le domaine de la papeterie, des matériaux de construction ou des articles de décoration [2].

Une étude [3] en échelle de prototype de laboratoire a été conduite pour mettre au point un procédé de fabrication d'un nouveau produit de valorisation des déchets papier-carton en brique autobloquant de liant-papier. Cette étude vise à répondre aux enjeux écologiques. Elle vise également à répondre aux enjeux financiers, en partageant le procédé de fabrication du produit et en le rendant accessible aux utilisateurs potentiels. Effectivement, l'exploitation en milieu réel des résultats ne renforce pas seulement la valeur de la recherche, mais contribue aussi au développement durable local.

Afin de maîtriser la stabilité et la reproductibilité du produit de recyclage, qui est la brique autobloquante de liant-papier, la caractérisation de la suspension eaux et déchets papier-carton est indispensable. Pour ce faire, cette étude a pour objectif de déterminer la loi constitutive des suspensions eau/déchets papier-carton en utilisant un agitateur comme rhéomètre de process. La connaissance des lois constitutives relatives aux différents types de déchets permet de concevoir un broyeur de déchets papiers-cartons en phase pâteuse et d'utiliser le même broyeur comme rhéomètre de process en fin de cycle de broyage. En d'autres termes,

celui-ci est utilisé, dans un mélange homogène, pour valider le produit semi-fini (suspension eaux et déchets papiers-cartons) en constituant leurs lois constitutives et en les comparant aux lois constitutives de références.

II. MATÉRIELS ET MÉTHODES

2.1. Rhéologie empirique et relative

La rhéologie est la science qui étudie la relation entre la contrainte et la déformation d'un produit donné, autrement dit, elle étudie l'écoulement de ce produit [4]. La caractérisation de l'écoulement repose sur l'exploitation des résultats des tests expérimentaux, qui sont plus ou moins complexes, durant lesquels un échantillon de produit est soumis à une sollicitation (en effort/contrainte ou en déplacement). Cela provoque ensuite une réponse (en déplacement ou en effort/contrainte) qui est évaluée. Lorsque la contrainte et la déformation (et vitesse de déformation) sont simples à calculer à partir des sollicitations et des réponses expérimentales, alors il s'agit de rhéologie fondamentale. Il y a quelques géométries simples qui permettent d'assurer une telle configuration : cône – plan, plan – plan, cylindre coaxial, capillaire [5].

Cependant, des limitations d'usage doivent être rappelées :

- la géométrie imposée à l'échantillon doit rester compatible avec le volume élémentaire représentatif du matériau à tester.
- la taille de l'échantillon et la consistance des produits testés peuvent conduire à un dépassement des capacités d'essai de rhéomètres commerciaux.

En présence d'un matériau évolutif, le temps requis pour le conditionnement de l'échantillon peut limiter l'intérêt d'une approche rhéologique rigoureuse. Cette problématique est bien illustrée par le contrôle de production en ligne. C'est pour cette raison qu'il est courant pour un opérateur d'avoir recours à des techniques rhéologiques non fondamentales. Lorsqu'au moins une des grandeurs, contrainte ou déformation, ne peut pas être calculée moyennant des approximations acceptables (ou justifiées), alors il s'agit de rhéologie empirique. Les méthodes empiriques et relatives [6] sont par ailleurs couramment utilisées lorsque :

- Les méthodes traditionnelles sont prises en défaut (glissement, thixotropie...);
- L'objectif est de reproduire un procédé de transformation afin de caractériser un produit dans des conditions plus réalistes de procédé ou afin de récolter des données utiles pour la mise en échelle et le dimensionnement de l'installation ;
- Le contrôle ou la caractérisation par des méthodes simples sont impossibles (manque de temps, contrôle sur ligne...);
- Le prix d'une machine permettant d'accéder à la « rhéologie fondamentale » est trop élevé.

Plusieurs dispositifs avec les méthodes dites « empiriques et relatives » sont utilisés dans la détermination des caractères rhéologiques des fluides, nous pouvons en citer quelques exemples :

- Les viscosimètres à bille [7];
- Les viscosimètres rotatifs [8];
- Rétro-extrusion pour la mesure du seuil d'écoulement [9]

2.2. Conditions de réalisation du procédé

Ici, les qualificatifs « empirique » et « relative » ne doivent pas être compris dans une acception négative. Il s'agit principalement d'évaluer les propriétés d'un matériau en référence à un autre matériau dans des conditions opératoires et géométriques identiques.

Dans le cadre de cette recherche, les conditions sont réunies pour utiliser une caractérisation rhéologique empirique et relative, car :

- Il y a un besoin de caractériser le produit dans des conditions plus réalistes de procédé ;
- Il est nécessaire de disposer de données utiles de puissances consommées à vitesse réelle pour envisager une mise à l'échelle de la solution ;

- Dans le contexte de Madagascar, le prix d'un rhéomètre de laboratoire est élevé et ne permet ni d'accéder à la rhéologie fondamentale ni de dupliquer à plus large échelle la solution,

Pour réaliser cette caractérisation rhéologique empirique et relative des suspensions eaux et déchets papiers-cartons, les successions d'étapes ci-dessous ont été réalisées :

- Conception et réalisation d'une machine à broyer de type rotor -stator avec 3 (trois) différents types de pales de rotor T30, T45 et T60. Chaque type de pale se caractérise par son angle d'inclinaison : T30 pour une inclinaison de 30°, T45 pour 45° et T60 pour 60° ;
- Broyage du mélange eau – déchets papiers cartons sur un ratio de 1 Kg de papier pour 21 L d'eau pendant 5 mn. Ce ratio a été déterminé après plusieurs essais et expérimentations ;
- Obtention d'une suspension homogène ;
- Variation de la vitesse de rotation du mobile allant de 1 à 2 tr/s, puis de 2 à 4 tr/s, de 4 à 5 tr/s et après augmentée par pas de 2,5 tr/s jusqu'à atteindre 25 tr/s ;
- Enregistrement des puissances consommées avec un analyseur de réseau du type Chauvin Arnoux C8836 avec un pas d'enregistrement de 1 s pour l'eau et pour les suspensions ;
- Obtention des valeurs des puissances d'agitation en fonction de la vitesse de rotation par type de pale et par type de papier.

Ensuite, grâce à l'obtention de ces données, le tableau des puissances d'agitation peut être dressé. Cela permet également le calcul des Nombres de Puissances expérimentales N_p [10] tels que :

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 d^5} \quad (1)$$

Avec P : Puissance active (W)

ρ : masse volumique du fluide

N : vitesse de rotation du mobile (tr/s)

d : Diamètre du mobile d'agitation (m)

Avec l'utilisation de la fonction modèle [11] :

$$N_p = k Re^x Fr^y \quad (2)$$

Avec k : constante de la fonction caractéristique

Re : Nombre de Reynolds

Fr : Nombre de Froude

Les courbes des données expérimentales sont ajustées. Ces valeurs des Nombres de Puissances sont ensuite mises en équation avec 2 (deux) différents algorithmes sous Matlab : celui de Nelder-Mead et celui de Levenberg Marquart. Les courbes ajustées obtenues sont alors utilisées pour calculer $N_p=f(N)$. Puis, l'équation $N_p=f(Re)$ est recherchée pour l'eau (notée N_{p-eau}) et pour les suspensions (notée $N_{p-pâte}$).

Les conditions opératoires et géométriques étant identiques, la relation $N_{p-eau}(Re_a) = N_{p-pâte}(Re)$ peut alors être établie (avec Re_a : Nombres de Reynolds apparents). Ceci donne une équation de $Re_a=f(Re)$ et permet d'exprimer une équation de la viscosité apparente μ_a telle que :

$$\mu_a = \frac{\rho N D^2}{Re_a} \quad (3)$$

Cette équation de μ_a est exprimée et par identification, un indice d'écoulement n est obtenu. Par ailleurs, il existe une relation telle que

$$\mathbf{Re}_a = \mathbf{B}^{1-n} \mathbf{Re} \tag{4}$$

Avec B étant la constante caractéristique de l'agitateur. Par conséquent, B peut être trouvé.

Dans le cas d'un viscosimètre rotatif, le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ est :

$$\dot{\gamma} = \mathbf{BN} \tag{5}$$

et
$$\mu_a = \mathbf{m}(\mathbf{BN})^{n-1} \tag{6}$$

Avec m : indice de consistance

n : indice de comportement

Suivant la loi de puissance d'Ostwald de Waële selon laquelle la loi de puissance s'écrit

$$\sigma = \mathbf{k} \dot{\gamma}^n \tag{7}$$

Avec σ la contrainte de cisaillement

Et la viscosité
$$\mu = \mathbf{k} \dot{\gamma}^{n-1} \tag{8}$$

Dans la viscosité, les lois constitutives peuvent ainsi être écrites telles que :

$$\sigma = \mathbf{m}(\mathbf{BN})^n \tag{9}$$

2.3. Agitateur

L'objectif de cette recherche est d'exploiter une machine à double effets servant à la fois de machine à broyer et d'agitateur mécanique comme rhéomètre de procédés. Les caractéristiques du broyeur utilisé sont présentées dans le tableau 1 et la figure 1.

Tableau 1 : Caractéristiques du broyeur

Entrainement	
Direct et par le bas	
Mobile d'agitation	
Débit	Radial
Diamètre	d = 0,2 m
Hauteur de palme	w = 0,08 m
Longueur	l = 0,05 m
Angle d'inclinaison des pales	30° (T30), 45° (T45) et 60° (T60)
Chicane (stator)	
Largeur	b=0,1 m
Distance de la paroi	b'= 0,1 m

Cuve	
Diamètre	D=0,46m
Ratio	d/D=0,43
Standard de conception	Entre 0,2 – 0,7
Élévation du centre du mobile par rapport au fond de la cuve	Y=0,04m

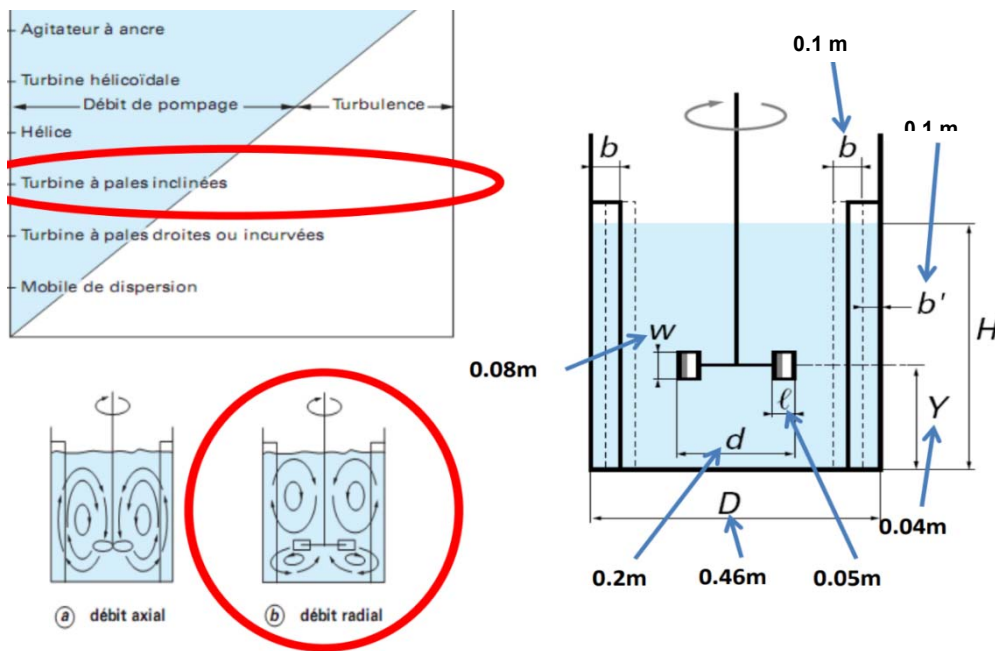


Figure 1 : Caractéristiques du broyeur

Dans le cadre de cette étude, l'hypothèse prise est que la machine fonctionne à température constante et que tout effet de la température sur le process est négligeable.

2.4. Ajustement de courbe

Le but de l'ajustement de courbe est de construire une courbe avec des données issues de fonctions mathématiques et ensuite d'ajuster ses paramètres pour qu'elle se rapproche de la courbe issue des données expérimentales.

Le système utilisé dans cette recherche étant un système cuve-agitateur, la fonction modèle de la courbe retenue est $N_p = k \cdot Re^x \cdot Fr^y$.

Pour ajuster ses paramètres, il faut utiliser des méthodes de régression. La fonction modèle utilisée ici étant très complexe, il faut travailler par essai-erreur pour se rapprocher d'une solution, au sens de la méthode des moindres carrés. La solution obtenue n'est pas nécessairement unique.

Les algorithmes permettant de trouver rapidement un minimum local sont utilisés. Puisque la fonction « objectif » est multivariable, un algorithme d'ordre zéro est comparé avec l'algorithme de Nelder-Mead, ainsi qu'avec un algorithme d'ordre deux qui utilise la valeur de la fonction, de sa dérivée et de sa dérivée seconde.

Habituellement, un algorithme de régression, visant à minimiser l'écart quadratique entre la courbe simulée et la courbe expérimentale, est utilisé. C'est un algorithme de minimisation de l'erreur.

Un facteur de fiabilité (reliability factor) R est alors défini

$$R = \sqrt{\frac{\sum_i (y_i^{exp} - y_i^{cal})^2}{\sum_i y_i^{exp2}}} \tag{10}$$

où y_i^{exp} est le $i^{ème}$ point mesuré et y_i^{cal} est le $i^{ème}$ point calculé.

Pour ajuster les courbes d'équations caractéristiques de notre rhéomètre de procédés, deux algorithmes de résolution ont été utilisés. Il s'agit de l'algorithme de Nelder et Mead et de l'algorithme de Levenberg-Marquardt.

➤ Méthode du simplexe de Nelder-Mead

La méthode de Nelder-Mead souvent appelée « méthode du simplexe » est un algorithme d'optimisation non linéaire qui cherche à minimiser une fonction continue dans un espace à plusieurs dimensions. L'algorithme exploite le concept de simplexe qui est un polytope de $n + 1$ sommets dans un espace à n dimensions. L'algorithme débute par la définition d'un simplexe non dégénéré choisi dans cet espace. Par itérations successives, le processus consiste à déterminer le point du simplexe où la fonction est maximale afin de le substituer par la réflexion de ce point par rapport au centre de gravité des n points restants. Si la valeur de la fonction en ce nouveau point est inférieure aux valeurs prises sur les autres points, le simplexe est étiré dans cette direction. Sinon, l'allure locale de la fonction est supposée être une vallée. Le simplexe est alors réduit par une similitude centrée sur le point du simplexe où la fonction est minimale [12].

La figure 2 présente l'algorithme de Nelder et Mead :

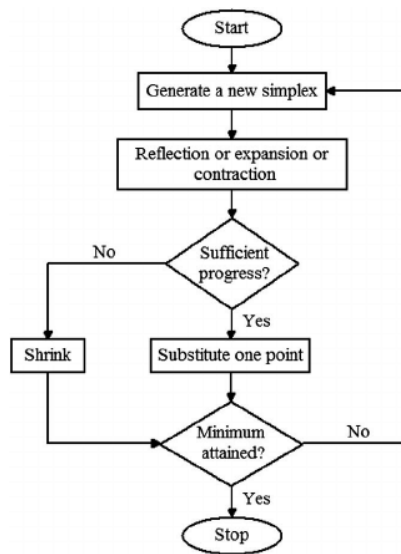


Figure 2 : Algorithme de Nelder-Mead

➤ Méthode de Levenberg-Marquardt

Cette méthode permet d'obtenir une solution numérique au problème de minimisation d'une fonction, souvent non linéaire et dépendant de plusieurs variables [13] [14]. Elle utilise comme direction de descente, le vecteur D_k solution de l'équation :

$$(R(X) + \lambda_k I)D_k = -\nabla f(X) \text{ avec } \lambda_k > 0 \tag{11}$$

Si λ_k est nul, la direction est celle d'un algorithme de Gauss-Newton. Quand λ_k tend vers l'infini, la direction est celle de la plus forte pente.

λ_k est calculé à chaque itération et favorise la direction de la plus forte pente dans les cas où la méthode de Gauss-Newton n'est pas adaptée. Il est toutefois, possible de diminuer λ_k si tout se passe bien (la fonction « objectif » diminue) et de l'augmenter s'il y a divergence (la fonction « objectif » augmente).

La méthode de Levenberg - Marquardt est particulièrement robuste et efficace. Elle est devenue l'algorithme de référence pour la minimisation des problèmes de moindres carrés non linéaires.

III. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

3.1. Analyse des données globales

En partant de la courbe caractéristique $N_p = kRe^x Fr^y$, les paramètres k, x, y sont à déterminer. Ils ajusteront les données expérimentales enregistrées sur un point de fonctionnement de 21 L d'eau et en utilisant les 03 types de pales T30 ; T45 ; T60. Nous avons établi un code sous MATLAB en exploitant les algorithmes de Nelder Mead et de Levenberg Marquardt.

➤ Données de base

Le tableau 2 résume les puissances expérimentales obtenues avec l'analyseur de réseau :

Tableau 2 : Puissances enregistrées à 21 L d'eau

F [Hz]	N [s-1]	Puissance à 21 L d'eau(en W)		
		T30	T45	T60
2,000	1,000	64,5	52,8	55,1
5,000	2,500	196,8	196,9	199,2
8,000	4,000	275,0	276,0	284,7
10,000	5,000	320,7	322,3	333,2
15,000	7,500	440,4	473,0	497,8
20,000	10,000	506,4	550,3	606,0
25,000	12,500	642,7	734,5	780,7
30,000	15,000	840,1	915,7	989,8
35,000	17,500	1087,0	1176,4	1276,3
40,000	20,000	1359,3	1463,9	1597,8
45,000	22,500	1602,3	1761,5	2302,3
50,000	25,000	1798,7	2146,4	2365,1

Ces valeurs montrent les effets apparents du changement d'angle de pale sur la puissance consommée à charge constante.

Les nombres de puissances sont calculés par l'équation 1 :

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 d^5}$$

Le tableau 3 résume les résultats obtenus :

Tableau 3 : Nombres de puissances

F [Hz]	N [s-1]	Nombres de Puissances		
		T30	T45	T60
2,000	1,000	201,663	164,853	172,289
5,000	2,500	39,369	39,386	39,830
8,000	4,000	13,426	13,476	13,903
10,000	5,000	8,017	8,057	8,331
15,000	7,500	3,262	3,504	3,687
20,000	10,000	1,583	1,720	1,894
25,000	12,500	1,028	1,175	1,249
30,000	15,000	0,778	0,848	0,916
35,000	17,500	0,634	0,686	0,744
40,000	20,000	0,531	0,572	0,624
45,000	22,500	0,440	0,483	0,632
50,000	25,000	0,360	0,429	0,473

Par la régression non linéaire, les équations littérales de chaque type de pale sont établies.

En faisant une déclaration sous forme de matrice des valeurs de N_p et de N dans le programme Matlab, les résultats des ajustements sont obtenus en utilisant les boutons de commandes.

3.2. Mise en équation par l'algorithme de Nelder et Mead

D'après les recherches effectuées par ANDRIAMANAMPISOA T. A. [15], quand le programme est lancé sous N-M, il faut 38 à 47 itérations et 75 à 88 évaluations de fonctions pour obtenir les valeurs de k, x, y de chaque pale. Cela est résumé par le tableau 4.

Tableau 4 : Équations littérales par Nelder-Mead

	Valeurs de k, x, y		
	T30	T45	T60
<i>K</i>	0,716	0,987	0,970
<i>X</i>	0,160	0,145	0,147
<i>Y</i>	-1,014	-0,927	-0,932
<i>Nombres d'itérations</i>	46	47	38
<i>Nombres d'évaluations de fonctions</i>	85	88	75
<i>Équations littérales de N_p pour 21 L d'eau</i>	$0,716Re^{0,16}Fr^{-1,014}$	$0,987Re^{0,145}Fr^{-0,927}$	$0,97Re^{0,147}Fr^{-0,932}$

À partir des équations littérales, nous sommes en mesure de déterminer le facteur de fiabilité de l'ajustement. Le tableau 5 montre une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles qui ont été calculées suivant Nelder-Mead.

Tableau 5 : Comparaison des valeurs expérimentales et des valeurs calculées suivant N-M

F [Hz]	N [s-1]	Nombres de Puissances					
		T30exp	T30cal	T45exp	T45cal	T60exp	T60cal
2,000	1,000	201,663	201,891	164,853	168,820	172,289	172,670
5,000	2,500	39,369	36,482	39,386	35,239	39,830	35,779
8,000	4,000	13,426	15,169	13,476	15,777	13,903	15,958
10,000	5,000	8,017	10,000	8,057	10,773	8,331	10,877
15,000	7,500	3,262	4,690	3,504	5,386	3,687	5,420
20,000	10,000	1,583	2,741	1,720	3,293	1,894	3,307
25,000	12,500	1,028	1,807	1,175	2,249	1,249	2,254
30,000	15,000	0,778	1,286	0,848	1,646	0,916	1,648
35,000	17,500	0,634	0,964	0,686	1,265	0,744	1,264
40,000	20,000	0,531	0,751	0,572	1,007	0,624	1,005
45,000	22,500	0,440	0,603	0,483	0,823	0,632	0,821
50,000	25,000	0,360	0,495	0,429	0,687	0,473	0,685
R =		0,0216	R =	0,0432	R =	0,033	

3.3. Mise en équation par l’algorithme de Levenberg-Marquardt

Selon les recherches de ANDRIAMANAMPISOA T. A. [15], il faut 4 à 5 itérations et 15 à 18 évaluations de fonctions pour obtenir les valeurs de k, x, y de chaque pale. Ceci est résumé dans le tableau 6

Tableau 6 : Équations littérales par Levenberg - Marquardt

	Valeurs de k, x, y		
	T30	T45	T60
K	2,245	1,713	1,750
X	0,069	0,101	0,100
Y	-0,968	-0,899	-0,909
<i>Nombres d’itérations</i>	4	5	5
<i>Nombres d’évaluations de fonctions</i>	15	18	18
<i>Équations littérales de N_p pour 21 L d’eau</i>	$2,245Re^{0,069}Fr^{-0,968}$	$1,713Re^{0,101}Fr^{-0,899}$	$1,75Re^{0,1}Fr^{-0,909}$

Le tableau 7 ci-après montre le facteur de fiabilité des équations littérales établies suivant la méthode de Levenberg – Marquardt :

Tableau 7 : Comparaison de valeurs expérimentales et valeurs calculées suivant L-M

F [Hz]	N [s-1]	Nombres de Puissances					
		T30exp	T30cal	T45exp	T45cal	T60exp	T60cal
2,000	1,000	201,663	201,893	164,853	165,284	172,289	172,668
5,000	2,500	39,369	36,480	39,386	34,895	39,830	35,781
8,000	4,000	13,426	15,167	13,476	15,714	13,903	15,959
10,000	5,000	8,017	9,999	8,057	10,760	8,331	10,878
15,000	7,500	3,262	4,690	3,504	5,406	3,687	5,421
20,000	10,000	1,583	2,741	1,720	3,318	1,894	3,307
25,000	12,500	1,028	1,807	1,175	2,272	1,249	2,254
30,000	15,000	0,778	1,285	0,848	1,667	0,916	1,648
35,000	17,500	0,634	0,964	0,686	1,283	0,744	1,265
40,000	20,000	0,531	0,751	0,572	1,023	0,624	1,005
45,000	22,500	0,440	0,603	0,483	0,838	0,632	0,821
50,000	25,000	0,360	0,495	0,429	0,700	0,473	0,685

R =	0,0216	R =	0,0378	R =	0,033
------------	--------	------------	--------	------------	-------

Il peut être constaté que chaque méthode dispose de valeurs différentes de k, x, et y, car les ajustements par essai-erreur ne donnent pas de solution unique.

Les nombres d’itérations montrent la puissance de chaque algorithme. Celui de L-M converge plus rapidement, car en utilisant le gradient, la direction de descente est plus précise. Nous pouvons observer que la courbe ajustée se rapproche déjà considérablement des valeurs expérimentales à la 2^{ème} itération.

Les valeurs du facteur de fiabilité R obtenu montrent une différence non significative des équations littérales issues des deux méthodes et valident encore une fois la multiplicité des solutions sur ce type d’algorithme.

3.4. Analyses rhéologiques des équations viscométriques

Après avoir déterminé les équations littérales des nombres de puissances de chaque type de pale, l'étape suivante consiste à calculer les fonctions viscosimétriques de chaque type de papiers (papiers journaux, papiers cartons et papiers vélin).

➤ Calcul de m, N, et B

Dans cette étude, l'eau est le fluide newtonien de référence et la solution eau –déchets cellulosiques est composée de 1 Kg de déchets et de 21 L d'eau.

Les puissances consommées sont enregistrées en variant la vitesse de 2 Hz à 50 Hz avec de l'eau uniquement. Ensuite, les nombres de puissances sont calculés. Une courbe $N_{p-eau} = f(N)$ peut alors être tracée en y insérant une courbe de tendance en loi de puissance pour disposer d'une équation littérale en N.

La figure 3 montre le nombre de puissances de l'eau en fonction de N :

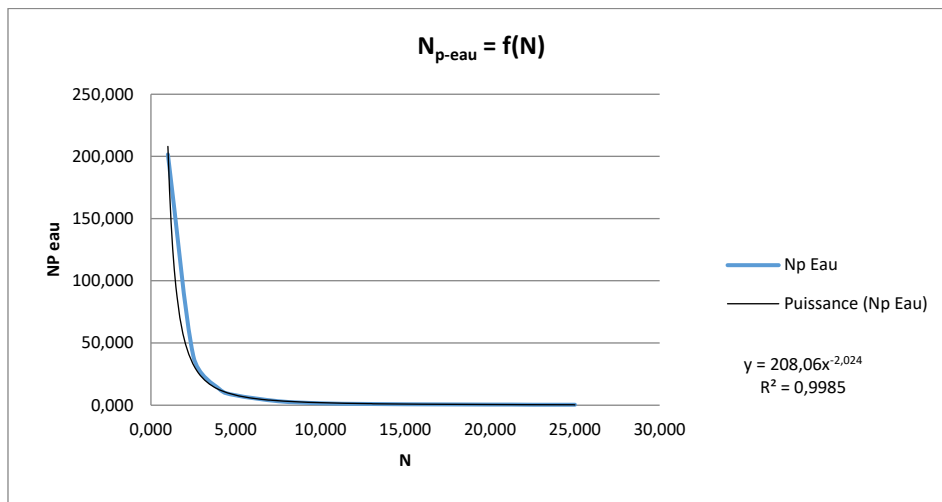


Figure 3 : Le nombre de puissances de l'eau en fonction de N

Ainsi,

$$N_{p-eau} = 208.06N^{-2.024} \tag{12}$$

Cette valeur permet d'avoir les valeurs ajustées de N_{p-eau} sur les points de vitesse 1 à 25 tours/s similaires aux consignes de références en données expérimentales. Ces données sont exploitées pour avoir l'équation de $N_{p-eau} = f(Re)$ par la même démarche de fonction de courbe sur Excel qui est présentée sur la figure 4 :

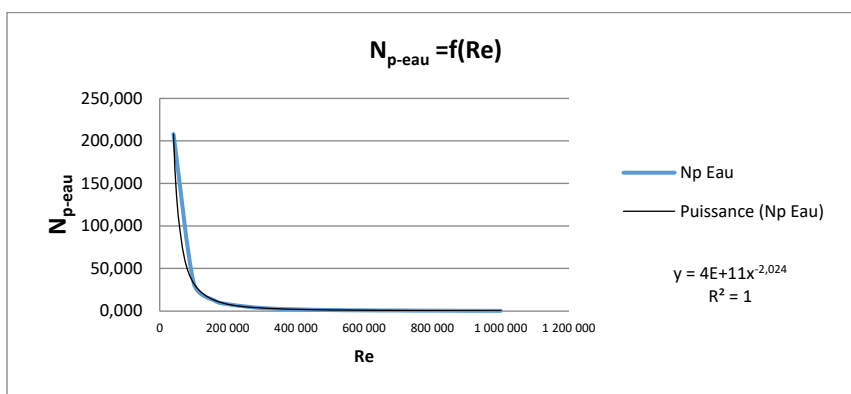


Figure 4 : Le nombre de puissances de l'eau en fonction de Re

La figure 4 représente la variation du nombre de puissances en fonction du nombre de Reynolds Re pour le fluide de référence eau. L'allure de la courbe est cohérente aux résultats trouvés par KAMLA Youcef [16]. Si la vitesse de rotation de

l'agitateur augmente, la dissipation visqueuse sera plus accentuée, ce qui implique une faible puissance consommée. Nous observons aussi 2 zones bien distinctes sur le graphe, une allure presque linéaire décroissante de N_p en régime laminaire et intermédiaire (Re environ inférieur à 100000) et une allure hyperbolique avec une tangente avoisinant le zéro en régime turbulent.

Et on a
$$N_p = 4 \cdot 10^{11} Re^{-2.024} \tag{13}$$

Le tableau 8 résume les équations de Nombres de puissances de chaque pale en ajoutant dans la cuve 21 L d'eau en fonction de la vitesse et du nombre de Reynolds :

Tableau 8 : Équations de $N_{p-eau} = f(Re)$ et $N_{p-eau} = f(N)$ par pale

N_{p-eau}	T30	T45	T60
$N_{p-eau} = f(N)$	$208.06N^{-2.024}$	$181.88N^{-1.937}$	$180.7N^{-1.897}$
$N_{p-eau} = f(Re)$	$4 \cdot 10^{11} Re^{-2.024}$	$10^{11} Re^{-1.937}$	$10^{11} Re^{-1.897}$

La puissance consommée avec le fluide non newtonien (la suspension de déchets/eau) a été mesurée. Et les équations $N_{p-pâte} = f(N)$ et $N_{p-pâte} = f(Re)$ ont pu être établies avec les courbes dans les figures 5 et 6 :

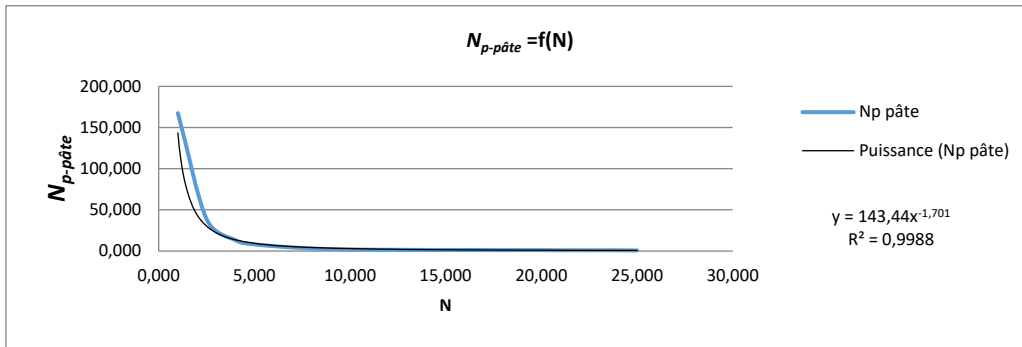


Figure 5 : Nombre de puissances de déchets papiers carton en fonction de N

Ce qui donne
$$N_{p-pâte} = 143,44 N^{-1.701} \tag{14}$$

Par conséquent :

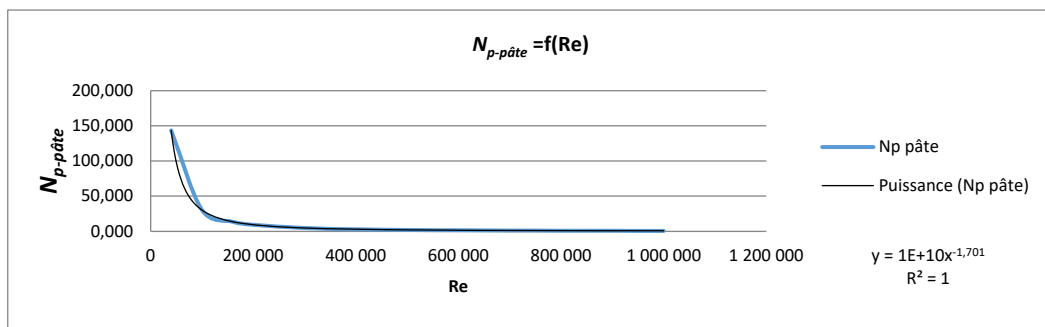


Figure 6 : Nombre de puissances de déchets papiers carton en fonction de Re

Ainsi,

$$N_{p-pâte} = 10^{10} Re^{-1.701} \tag{15}$$

En synthèse, le tableau 9 ci-dessous regroupe les équations du nombre de puissances de la pâte de papiers en fonction du nombre de Reynolds :

Tableau 9 : Équations de $N_{p-p\grave{a}te} = f(Re)$ par pale et par type de déchets

$N_{p-p\grave{a}te} = f(Re)$	T30	T45	T60
Papiers-cartons	$10^{10}Re^{-1.701}$	$2.10^{10}Re^{-1.74}$	$10^{11}Re^{-1.698}$
Papiers – vélins	$3.10^{10}Re^{-1.794}$	$4.10^{10}Re^{-1.803}$	$8.10^9Re^{-1.677}$
Papiers journaux	$3.10^{11}Re^{-2}$	$4.10^9Re^{-1.616}$	$2.10^9Re^{-1.574}$

À partir de la théorie de Metzner et Otto [17], il existe un nombre de Reynolds apparent Re_a tel que :

$$N_{p-eau}(Re_a) = N_{p-p\grave{a}te}(Re) \tag{16}$$

Une équation de $Re_a = f(Re)$ peut donc être obtenue par type de papiers et par pale.

Le tableau 10 ci-dessous résume les équations de $Re_a = f(Re)$:

Tableau 10 : Équations de $Re_a = f(Re)$ par pale et par type de déchets

$Re_a = f(Re)$	T30	T45	T60
Papiers-cartons	$6.1877Re^{0.8404}$	$2.2954Re^{0.8943}$	$3.3663Re^{0.8951}$
Papiers – vélins	$3.5958Re^{0.8864}$	$1.6049Re^{0.9308}$	$3.7865Re^{0.884}$
Papiers journaux	$1.1527Re^{0.9881}$	$5.2687Re^{0.8343}$	$7.8634Re^{0.8297}$

La connaissance de la valeur de Re_a permet de trouver l'équation de la viscosité apparente μ_a par :

$$\mu_a = \frac{\rho ND^2}{Re_a} \tag{17}$$

Pour pouvoir utiliser par identification l'équation,

$$\mu_a = m(BN)^{n-1} \tag{18}$$

Il est plus pratique d'écrire l'équation de μ_a résultante des valeurs de Re_a sous la forme $\mu_a = f(N)$.

Le tableau 11 regroupe des équations de la viscosité apparente

Tableau 11 : Équations de $\mu_a = f(N)$ par pale et par type de déchets

μ_a	T30	T45	T60
Papiers-cartons	$9.10^{-4}N^{0.1596}$	$13.10^{-4}N^{0.1017}$	$9.10^{-4}N^{0.1049}$
Papiers – vélins	$9.10^{-4}N^{0.1136}$	$13.10^{-4}N^{0.0692}$	$9.10^{-4}N^{0.116}$
Papiers journaux	$10^{-3}N^{0.0119}$	$11.10^{-4}N^{0.1657}$	$8.10^{-4}N^{0.1703}$

Il est désormais possible de déduire les valeurs de l'indice d'écoulement n de chaque mélange. Ces valeurs sont présentées dans le tableau 12.

Tableau 12 : Valeurs de l'indice d'écoulement n par mélange

n	T30	T45	T60
Papiers-cartons	1.1596	1.1017	1.1049
Papiers – vélins	1.1136	1.0692	1.116
Papiers journaux	1.0119	1.1657	1.1703

La cohérence des valeurs est déjà constatée, où la pâte de papiers est généralement rhéoépaississant ($n > 1$), dans les mêmes classes que les solutions d'amidons agitées.

Avec l'équation de Metzner et Otto, nous savons que :

$$Re_a = B^{1-n} Re \tag{19}$$

Et comme n est déjà connu, et que $Re_a = f(Re)$ est disponible dans le tableau 10, une équation littérale de B est immédiatement obtenue et cela est présenté sur le tableau 13 ci-après :

Tableau 13 : Valeurs de B

B	T30	T45	T60
Papiers-cartons	$10^{-5} Re$	$3.10^{-4} Re$	$9.10^{-6} Re$
Papiers - vélins	$10^{-5} Re$	$3.10^{-4} Re$	$10^{-5} Re$
Papiers journaux	$6.10^{-6} Re$	$4.10^{-5} Re$	$6.10^{-6} Re$

Une valeur de B entre $6.10^{-6} Re$ est obtenue et $3.10^{-4} Re$ et avec un nombre de Reynolds compris entre 40 000 et 1 000 000, on a :

$$0.24 \leq B \leq 300$$

La méthode de Metzner et Otto est bien établie depuis les 5 dernières décennies comme référence dans la caractérisation empirique des fluides non-newtoniens en régime laminaire. Selon le modèle unifié expérimenté par Karl Heinz, [18], il y a un coefficient dans l'extension de constante de Metzner et Otto en régime intermédiaire et turbulent. Les résultats de recherche établis ici montrent l'existence de cette constante qui est de la forme $B = K.Re$, où K est une constante caractéristique de l'agitateur et Re , le nombre de Reynolds.

Une fois que N et B sont connus, l'indice de consistance m est déduit à partir de l'équation de μ_a . ces valeurs de m sont récapitulées dans le tableau 14 :

Tableau 14 : Valeurs de m

m	T30	T45	T60
Papiers-cartons	9.10^{-4}	11.10^{-4}	9.10^{-4}
Papiers - vélins	9.10^{-4}	11.10^{-4}	9.10^{-4}
Papiers journaux	10^{-3}	10^{-3}	9.10^{-4}

Soit une valeur de $9.10^{-4} \leq m \leq 11.10^{-4}$ caractérisant les pâtes de papiers.

La théorie de Metzner et Otto a permis de déterminer de manière structurée les paramètres permettant de définir les lois rhéologiques de chaque solution et pour différents types de pâtes.

➤ **Équations de $\mu_a = f(BN)$ et $\sigma = f(BN)$**

La finalité est d'établir les équations viscométriques de chaque suspension c'est-à-dire l'équation reliant la contrainte et le taux de cisaillement. Dans le cas de cette recherche, le taux de cisaillement est représenté par le produit BN et toutes les valeurs obtenues ci-dessus peuvent être utilisées pour tracer la viscosité en fonction du taux de cisaillement et de la contrainte.

Puisque :

$$\mu_a = m(BN)^{n-1} \tag{64}$$

Les valeurs de μ_a sont tracées en fonction de BN et l'équation littérale est ensuite déduite par une courbe de tendance.

En remplaçant BN par la notation standard γ du taux de cisaillement, les équations dans le tableau 15 sont obtenues :

Tableau 15 : Équations de viscosité en fonction de taux de cisaillement

μ_a	T30	T45	T60
Papiers-cartons	$9.10^{-4} \gamma^{0.0798}$	$11.10^{-4} \gamma^{0.0509}$	$9.10^{-4} \gamma^{0.0525}$
Papiers - vélins	$9.10^{-4} \gamma^{0.0568}$	$11.10^{-4} \gamma^{0.0346}$	$9.10^{-4} \gamma^{0.058}$
Papiers journaux	$10^{-3} \gamma^{0.059}$	$10^{-3} \gamma^{0.0829}$	$9.10^{-4} \gamma^{0.0851}$

Par la loi d'Ostwald [19], en connaissant l'équation de viscosité, intégration l'équation de contrainte est obtenue par intégration :

Si
$$\mu_a = m(BN)^{n-1} \tag{20}$$

On a
$$\sigma = m(BN)^n \tag{21}$$

Et les équations obtenues sont présentées dans le tableau 16 :

Tableau 16 : Équations de la contrainte en fonction du taux de cisaillement

σ	T30	T45	T60
Papiers-cartons	$9.10^{-4} \gamma^{1.0798}$	$11.10^{-4} \gamma^{1.0509}$	$9.10^{-4} \gamma^{1.0525}$
Papiers – vélins	$9.10^{-4} \gamma^{1.0568}$	$11.10^{-4} \gamma^{1.0346}$	$9.10^{-4} \gamma^{1.058}$
Papiers journaux	$10^{-3} \gamma^{1.059}$	$10^{-3} \gamma^{1.0829}$	$9.10^{-4} \gamma^{1.0851}$

Ces résultats montrent que la pâte de papiers est un fluide rhéoépaississant non newtonien. Toutefois, il convient de noter que, selon les recherches effectuées par LEWALL et SINGH [20] et celles de VENTURA Carla et son équipe [21], ce comportement rhéologique est influencé par la consistance de la suspension cellulosique. Par conséquent, si la pâte de papier n'est pas obtenue de la même manière que celle utilisée dans cette étude (broyer 1 Kg de papier dans 21 L d'eau pendant 5 mn), alors les résultats ne seront pas les mêmes.

IV. PERSPECTIVES

Les études et recherches effectuées pour cet article sont basées sur l'hypothèse, selon quelques références bibliographiques, de la possibilité de l'extension de la théorie de Metzner et Otto en régime turbulent [10] [16]

La démarche empirique et relative, suivie, a montré l'existence de la constante de Metzner et Otto, en régime turbulent, de la forme $B=K.Re$. Les résultats obtenus ne sont pas complets. Cela nécessite alors un approfondissement sur plusieurs caractérisations empiriques et relatives de fluides connus. Cela nécessite également de faire une démarche de rhéologie fondamentale moyennant l'acquisition de rhéomètre et de recourir aux modélisations y afférentes. Ces caractérisations se feront via des travaux expérimentaux. Ces derniers devront se faire en respectant des principes [22]. Il faut absolument s'assurer de la reproductibilité des échantillons et surtout de la mesure. Il faut aussi que les protocoles suivis permettent la maîtrise des conditions de mesures, et le cas échéant, permettent l'évaluation et la correction des erreurs liées aux appareils utilisés.

V. CONCLUSION

Cette étude cherche à déterminer la loi constitutive des suspensions eau et déchets papier-carton. L'objectif est de contrôler la reproductibilité de la fabrication de briques autobloquantes de liant papier, un produit de recyclage. Cependant, les suspensions eau et déchets papier-carton sont hétérogènes, rhéologiquement complexes et leurs propriétés sont difficiles à caractériser. Ainsi, nous avons adopté une nouvelle approche. Il s'agit de l'utilisation d'un agitateur comme rhéomètre de process, cela constitue une alternative méthodologique originale au service du génie de la formulation. Pour cette recherche, des essais empiriques ont été entrepris pour qualifier et quantifier les propriétés rhéologiques des suspensions eau et déchets papier-carton. L'analyse repose sur la comparaison des propriétés mesurées sur l'eau, qui est le fluide de référence, avec celles mesurées sur les suspensions. Cette recherche nous a permis de confirmer l'existence de la constante de Metzner et Otto, en régime turbulent.

L'application de la théorie de Metzner et Otto en prenant l'eau comme fluide newtonien de référence nous permet d'obtenir les lois constitutives à différents types de papiers et de pâles. Les résultats nous montrent que la pâte de papier avec une suspension 21 L d'eau et 1 Kg de déchets papier suit le comportement rhéoépaississant avec $n > 1$. Ces informations rhéologiques intègrent des paramètres et des conditions liés au procédé d'élaboration des briques autobloquantes. Ainsi, la rhéologie, avec le rhéomètre de process, devient un outil d'aide efficace pour le génie de la formulation. Nous avons ainsi un cas de génie de formulation assisté par rhéologie.

Toutefois, en ce qui concerne les valeurs de B, constante caractéristique du broyeur, son équation exacte qui est $B = f(Re, n)$, nécessite encore plusieurs essais avec des fluides à lois constitutives connues.

REFERENCES

- [1] <https://www.environnement.mg/?p=2373> consulté le 08/01/2023
- [2] Rastogi V., Samyn P., *Bio-based coatings for paper applications*, MDPI, Vol 5, N° 4, 887-930, (2015)
- [3] <https://www.africa-press.net/madagascar/toutes-les-actualites/des-briques-a-base-de-papier-recycle> consulté le 08/01/2023
- [4] Couarraze, G., Grossiord, J. L., *Initiation à la rhéologie*, 3^{ème} édition, Tec & Doc, (2000)
- [5] Grossiord J.L., Coussot P., *Comprendre la rhéologie*, EDP Sciences, (2002)
- [6] Estellé P., Michon C., Lanos C., Grossiord J.L., *De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative*, ResearchGate (2015)
- [7] Bondeau, A., Huck, J., *Mesure par pénétrométrie de viscosités élevées (104- 1011 Pa) à basse température (77-300 K)*, Revue Phys. Appl., 18, 307-312, (1983)
- [8] Larrard, F., Sztikar, J.C., Hu, C., Joly, M., *Design of a rheometer for fluid concretes*, RILEM Workshop Special Concretes Workability and Mixing, 201-208, (1993)
- [9] Perrot A., Lanos C., Estellé P., Mélinge Y., *Caractérisation rhéologique et tribologique d'un fluide viscoplastique à l'aide d'un essai de back-extrusion*, Rhéologie, 9, 1-10, (2006)
- [10] Deepak D., Richard K. G., Arthur W. E., *Two-Score Years of the Metzner-Otto Correlation*, Industrial & Engineering Chemistry Research, 33, 2253-2258, (1994)
- [11] Roustan M., Pharamond J.P., Line A., *Agitation et Mélanges : Concepts théoriques de base*, Techniques de l'ingénieur, Génie des procédés, Vol J4, Num J3800, J3800.1-J3800.22 (1999)

- [12] Nelder J., Mead R., *A simplex method for function minimization*, Computer Journal, vol 7, N° 4, 308-313, (1965)
- [13] Levenberg K., *A method for the solution of certain problems in least squares*, Quart. Appl. Math. 2, 164-168, (1944)
- [14] Marquart D., *An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters*, SIAM J. Appl. Math. 11, 431-441, (1963)
- [15] Andriamanampisoa A., *Contribution à la conception et à la réalisation d'une machine à broyer des déchets celluloses pilotée par fonction viscométrique - Application à la valorisation de déchets papiers-cartons en liant papier*, Thèse de doctorat (2015)
- [16] Kamla Y., Ameer H., Belalia A., Hadjeb A., *Etude de l'effet de comportement rhéologique sur la structure de l'écoulement et la consommation d'énergie dans une cuve agitée par un agitateur hélicoïdal*, 1st National Conference on Applied Energetics. NCAE 2020, 11 and 12 February 2020, NAAMA, Algeria. (2020)
- [17] Metzner A.B., Otto R.E., *Agitation of non-Newtonian fluids*, AICh J,1, 3-10 (1957)
- [18] Karl-Heinz W., Klaus-Dieter H., *An Unified Model for the Mixing of Non-Newtonian Fluids in the Laminar, Transition, and Turbulent Region*, Macromol. Mater. Eng. , 290, 294–301, (2005)
- [19] Blétry M., Passet M., *Chimie des solutions : de l'élémentaire aux calculs numériques*, LMD Chimie, (2019)
- [20] Lewalle J. , Singh K. M., Bambacht J. P., *Analysis of the wet pressing of paper pulp*, Int. J. Multiphase Flow Vol. 20, No. 2, pp. 415-437 (1994)
- [21] Ventura C., Blanco A., Negro C., Ferreira P., Garcia F., Rasterio L., *Modeling pulp fiber suspension rheology*, Tappi Journal, Vol 6, N°7, 17-23, (2007)
- [22] Roos, H., Bolmsted, T.U., Axelsson, A., *Evaluation of new methods and measuring systems for characterisation of flow behaviour of complex foods*, Appl. Rheol., 16,19-25, (2006)