

Caractérisation des particules et des suspensions dans un liquide

Contrôle en ligne dans les procédés industriels

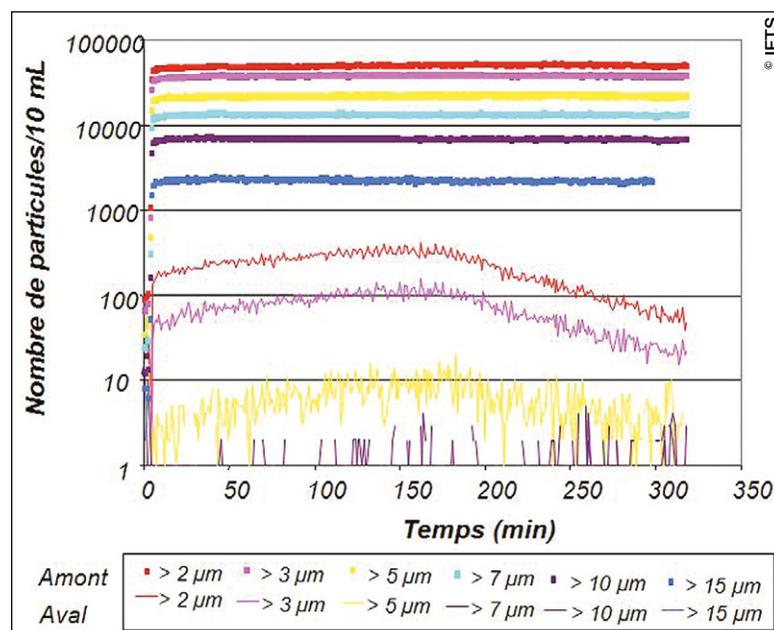
L'organisation par l'IFTS d'un séminaire sur le thème « Caractéristiques physiques des particules et des suspensions/Contrôle en ligne dans les procédés industriels » a donné l'occasion à une dizaine d'intervenants de détailler les divers types de mesures et les derniers développements d'appareils pour caractériser les particules et les suspensions en applications industrielles.

► « La mesure de la concentration, de la taille et du comportement des particules et des gouttelettes en suspension ou en émulsion dans un liquide et le suivi du comportement d'un liquide simple ou complexe servent à contrôler la performance de nombreux procédés industriels et la qualité de multitudes de produits, par exemple :

- . la cristallisation ou la précipitation de composés organiques ou minéraux,
 - . la formation ou le cassage d'émulsions synthétiques ou biologiques,
 - . la clarification par filtration d'un jus alimentaire, d'une solution chimique ou pharmaceutique, d'une eau de procédé ou d'un effluent,
 - . la réduction de la contamination particulaire d'un fluide (lubrifiant, carburant, solvant, soluté injectable, eau ultrapure...) pour maîtriser sa propreté,
 - . ou encore, la floculation d'un effluent, d'une suspension organique ou minérale ou d'une boue.
- Dans toutes ces applications, le responsable Production ou Qualité doit disposer d'outils fiables de caractérisation, en particulier en ligne, pour un contrôle continu des procédés. L'IFTS (Institut de la filtration et des techniques séparatives) a récemment mené un séminaire à Paris au cours duquel une dizaine d'intervenants ont détaillé les principes de divers types de mesure et les derniers développements d'appareils pour caractériser les



Fournitures de flacons de suspension de référence pour l'étalonnage primaire et secondaire des compteurs automatique de particules selon ISO 11171 et ISO 11943.



Suivi en ligne de la pollution particulaire en amont et en aval d'un filtre à liquide à l'aide de compteurs automatiques.

particules et les suspensions en applications industrielles.

Présence de particules et de gouttelettes

Le contrôle en temps réel de la pollution particulaire d'un liquide utilise le comptage automatique des particules par absorption de lumière qui renseigne sur la présence des particules selon leur taille de 1 à plus de 200 μm . Des solides grossiers détectés dans des huiles annoncent une usure des pièces à travers lesquelles elles s'écoulent. L'analyse en ligne verra la part des particules de quelques μm progresser, signe de la rupture des plus grosses particules dont le nombre ne baisse pas si le défaut persiste. Cette caractéristique relevée en continu, comparée à des seuils d'alerte, renseigne sur l'état de la propreté du fluide en service et déclenche si besoin une action de maintenance.

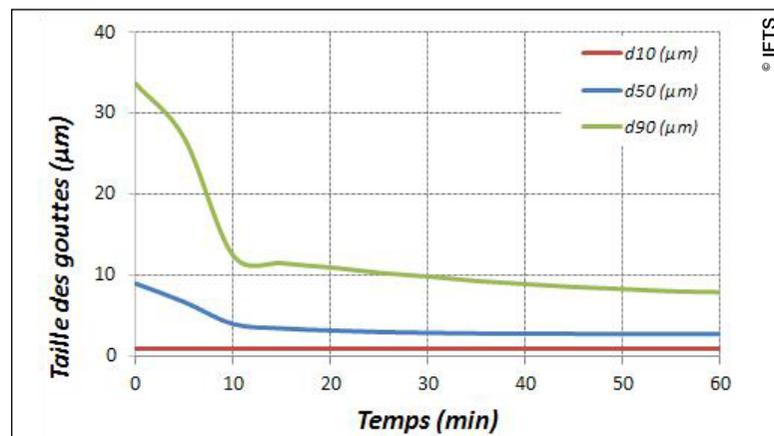
Le contrôle de la propreté de fluides très dilués sert aussi à surveiller l'intégrité d'une opération de clarification par filtration. L'utilisation des compteurs automatiques de particules par absorption de lumière laser impose leur vérification et leur étalonnage à l'aide de particules de référence (billes de polystyrène monodispersées dans de l'eau en suivant la procédure ISO 20501-3 ou ASTM F 58-87 ou poudre de silice polydispersée dans de l'huile selon la norme ISO 11171, 2011).

Les conditions d'utilisation de

ces analyseurs en ligne doivent limiter les sources d'erreur (contrôle du débit et du temps d'analyse, dilution maîtrisée pour éviter les coïncidences de particules sans être dans le bruit de fond de l'appareil, dégazage et séparation liquide-liquide pour éliminer l'erreur due aux microbulles et aux microgouttes, changement des débits selon la viscosité du liquide.

La vérification grâce à des cartes de contrôle permet d'assurer la bonne pratique d'analyse et de développer de nouvelles analyses en ligne en adaptant les pratiques à d'autres fluides.

Le suivi du taux d'humidité de fluides hydrauliques mesuré selon le principe de capacité électrique renseigne sur une autre contamination à limiter (traitement en amont) ou à



Variation de la distribution granulométrique de gouttes d'eau dans le gazole. Analyse en ligne par diffraction laser.

corriger (traitement en aval par absorption, évaporation sous vide).

Les appareils en ligne avec prélèvement en continu sous contrôle du débit, sont fixes ou portables et traitent en continu une partie du débit d'un fluide aqueux ou organique, neutre ou même agressif.

Combinaison des deux techniques

Le couplage de l'analyse d'images et de l'extinction d'une lumière laser est récemment développé pour construire un robot pour l'analyse de particules ou de gouttes. Le signal d'un laser mobile est interrompu pendant une durée proportionnelle à la

taille des objets présents indépendamment de leur opacité ou de leur transparence. La mesure de la granulométrie ne demande aucune autre donnée du produit, ni l'indice de réfraction, ni la viscosité, ni la conductivité électrique. La combinaison des deux techniques permet de caractériser des solides de plus de 800 nm selon leur forme, même quand leur granulométrie est voisine ou que le liquide est très coloré.

Le couplage de l'analyse d'images et de la spectroscopie permet, après avoir déposé les solides sur une membrane de déterminer leur taille, leur forme, et, en les ayant localisés un par un automatiquement, d'identifier leur nature :

. par spectroscopie LIBS (Laser-Induced Breakdown) d'émission atomique à partir d'un plasma induit par laser (illumination laser 337 nm pendant 3 ns) pour

les particules métalliques, ou par spectroscopie Raman (illumination par une lumière monochromatique et analyse de la lumière diffusée (laser 532 ou 785 nm) par les particules minérales ou organiques.

La comparaison des spectres avec des données d'éléments déjà identifiés permet de déduire la nature des composants.

L'analyse des particules de plus de $5 \mu\text{m}$ renseigne sur la pureté du produit et révèle aussi les contaminations particulières selon leur origine, ce qui permet d'éliminer les produits ayant des défauts et de corriger les conditions opératoires pour rendre la production «propre».

Turbidité

La turbidité est une caractéristique photométrique de particules dispersées dans un liquide. La

transmission, la réflexion de lumière blanche ou infrarouge varient selon la teneur en matières en suspension, leurs tailles, formes, couleurs et selon la couleur du liquide porteur. Deux normes décrivent les quatre méthodes quantitatives ou semi-quantitatives pour analyser les eaux : ISO 7027, EPA 180.x

Les turbidimètres en ligne sont :

- des cellules de mesure équipées de systèmes de nettoyage (essuie-glace) étalonnés avec des références liquides ou solides,

- des détecteurs (sans cellule de mesure) adaptés même au suivi des basses valeurs de turbidi-



Banc d'étalonnage de compteurs automatiques de particules et d'indicateurs de contamination

tés, aux fluides neutres, agressifs ou chauds,

- des sondes pour les environnements difficiles, milieux très concentrés ou pour des mesures en immersion.

Suivi de variations en dispersion solide ou liquide

Les MES sont révélées par le suivi de la turbidité dans des liquides clairs ou plus chargés (voile de boue), de l'atténuation d'un signal ultrasonore dans une masse de liquide, par la déformation d'un tube à l'occasion de la circulation du liquide (principe de mesure Coriolis). La totalité du liquide dans la conduite en charge est analysée, ou seulement une fraction dans une dérivation.

Des mesures radiométriques utilisent l'absorption du rayonnement gamma par le produit, combinées à un débitmètre, ceci permet de calculer un débit massique, une densité liquide, une masse de solide présente dans un liquide transporté, au repos ou en phase de séparation liquide-solide.

La diffraction dynamique de lumière exploite le mouvement brownien des particules de 0.3 nm à $10 \mu\text{m}$ pour mesurer leur granu-

lométrie, même quand elles sont dans un liquide opaque.

La lumière diffusée par les particules en mouvement est décalée en fréquence quand on applique un champ électrique. Ce décalage est fonction de la mobilité électrophorétique des particules, proportionnelle à leur potentiel zêta qui représente leur charge électrique dans la dispersion.

Des appareils en ligne sur la conduite principale ou sur une circulation dérivée sont reliés à des interfaces pour l'exploitation en continu dans les procédés (réactions chimiques, séparation liquide-solide).

La mesure de la réflectance d'un faisceau de lumière focalisée permet de suivre des changements de dimensions des particules de $0.5 \mu\text{m}$ ou des agglomérats jusqu'à 3 mm au sein d'une suspension quand elles se présentent devant la sonde. Aucun échantillonnage n'est nécessaire. Des sondes permettent aussi l'analyse d'images en ligne des particules ou des gouttelettes, même quand les fluides sont visqueux ou opaques, et d'apprécier la croissance de cristaux ou leur forme, la coalescence de gouttes dans leur milieu sans risquer de les rompre pendant l'échantillonnage.

Ces capteurs in situ permettent d'automatiser la conduite de procédés, même instables comme le contrôle d'une sursaturation, pour former plus sûrement de gros cristaux plus faciles à filtrer et à déshydrater.

La forme, l'organisation des particules ou des gouttes dispersées dans un liquide lui confèrent des propriétés de viscosité simple ou de rhéologie particulière.

De même, les variations de viscosité de fluides complexes sont des caractéristiques du traitement qu'ils subissent comme le cisaillement ou l'élongation.

Des viscosimètres peuvent être utilisés en ligne sur les filières des procédés industriels sans pouvoir déterminer toutes les propriétés rhéologiques ».

Dr-Ing. Marie Andrée Sirvain,
ingénieur d'études à l'IFTS