

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 85402321.5

51 Int. Cl.⁴: **G 01 N 11/00**

22 Date de dépôt: 27.11.85

30 Priorité: 07.12.84 FR 8418691

43 Date de publication de la demande:
02.07.86 Bulletin 86/27

84 Etats contractants désignés:
DE GB SE

71 Demandeur: **ELF FRANCE**
Tour ELF 2 place de la Coupole La Défense 6
F-92400 Courbevoie(FR)

72 Inventeur: **Fournier, Pascale**
8 rue Francois Villon
F-31700 Blagnac(FR)

72 Inventeur: **Bertrand, Joel**
8 Allée des Tilleuls
F-31320 Castanet(FR)

72 Inventeur: **Casamatta, Gilbert**
50 rue Pargaminière
F-31000 Toulouse(FR)

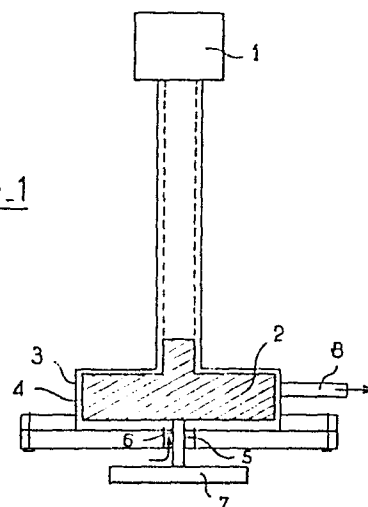
72 Inventeur: **Bouchez, Dominique**
22 Boulevard de l'Europe
F-69600 Oullins(FR)

74 Mandataire: **Kohn, Armand**
5 Avenue Foch
F-92380 Garches(FR)

54 Procédé et appareil pour la production de suspensions de solides pulvérulents dans des liquides, stables dans le temps.

57 Production d'une suspension de poudre, dont les grains ne dépassent pas 100 microns, dans du liquide, par une agitation telle que le mélange soit soumis à un cisaillement d'au moins 8000 s^{-1} . Un appareil, pour sa réalisation, est du type à pompe centrifuge à aspiration directe, avec un entrefer de 0,5 à 2,5 mm entre le stator et le rotor. La stabilité dans le temps des suspensions est déterminée au moyen de courbes de sédimentation tracées à partir de profils de viscosité. Le vieillissement par centrifugation des suspensions est prévu pour l'étude de la stabilité au stockage de longue durée.

FIG.1



Procédé et appareil pour la production de suspensions de solides pulvérulents dans des liquides, stables dans le temps.

La présente invention se rapporte à un procédé permettant d'obtenir des suspensions de poudres dans un ou plusieurs liquides, de stabilité, dans le temps, fortement améliorée. Elle comprend également un appareil perfectionné pour la
5 mise en oeuvre de ce procédé, ainsi qu'une méthode de détermination de la stabilité des suspensions.

La préparation d'un mélange de poudre avec un liquide, où des particules solides sont uniformément dispersées dans
10 le liquide, constitue une opération industrielle importante, étant donné l'intérêt pratique que présentent différentes suspensions, notamment peintures, pesticides, cosmétiques, médicaments, produits d'entretien, combustibles, etc. Il est en général nécessaire que ces suspensions
15 soient des mélanges homogènes et aussi stables que possible, c'est-à-dire résistant longtemps à la sédimentation de leurs particules solides. Lorsqu'un tel produit comprend plusieurs phases liquides, immiscibles entre elles, celles-ci ne doivent pas se séparer.

20

L'agitation convenable du mélange, qui constitue l'opération fondamentale de la préparation d'une suspension, joue un rôle important, aussi diverses techniques d'agitation sont utilisées : agitation mécanique en cuve, avec des mo-
25 biles de type turbine, hélice, vis, ruban hélicoïdal, ancres, etc., ou l'agitation mécanique en conduite, avec des mélangeurs en ligne, en particulier à turbine ou à vis. Un mode d'agitation fort efficace consiste à soumettre le mélange à l'action d'ondes d'ultrason, solution coûteuse.

30

L'obtention d'une bonne stabilité de la suspension néces-

site le plus souvent l'adjonction d'un additif choisi parmi des composés chimiques connus comme agents de dispersion, tensioactifs ou épaississants. Une telle addition élève le coût de l'opération et exige un dosage délicat.

5

La présente invention apporte l'avantage de permettre l'obtention de suspensions de stabilité grandement améliorée, sans recours aux ultrasons ni aux additifs chimiques.

- 10 Le procédé suivant l'invention, qui consiste à agiter le mélange d'un ou de plusieurs liquides avec une poudre, pour former une suspension de celle-ci dans les liquides, est caractérisé en ce que, les dimensions des grains de la poudre ne dépassant pas 100 microns, l'agitation est
15 effectuée de la façon à soumettre le mélange à un cisaillement d'au moins 8000 s^{-1} .

De préférence, le cisaillement, produit au sein du mélange, est de 10000 à $60\,000 \text{ s}^{-1}$, et surtout de 15000 à 40000 s^{-1} .

20

- Etant donné l'échauffement auquel une telle agitation donne lieu, le procédé comprend éventuellement un refroidissement, afin d'éviter la montée de la température au dessus de celle qui pourrait être préjudiciable à la stabilité des composants du mélange. Ainsi, selon la nature des substances en jeu, la température du mélange en cours d'agitation est-elle réglée à la valeur appropriée. Le plus souvent elle est comprise entre 20° et 100°C , lorsque le mélange traité contient de l'eau, de préférence entre 60°
25 et 95°C .
30

Bien que la condition de grosseur des grains de la poudre, ne dépassant pas $100 \mu\text{m}$, soit suffisante, il est préférable d'opérer avec des poudres les plus fines possibles.

- 35 En particulier, est-il bon d'utiliser une poudre dont 80%

ont une granulométrie inférieure à 60 μm et 50% moins de 30 μm .

Les proportions de solide et de liquide, dans les suspensions suivant l'invention, peuvent varier largement, mais en général la teneur pondérale en solides ne dépasse pas 50%, étant le plus souvent comprise entre 20 et 50%, en particulier entre 30 et 45%.

10 Lorsque le mélange doit contenir deux liquides immiscibles, il est recommandable de commencer par les émulsionner ensemble, et - dans un second temps - leur incorporer la poudre et homogénéiser le tout, en pratiquant l'agitation selon le mode décrit plus haut.

15

L'appareil particulier, pour la réalisation du procédé de l'invention, est un mélangeur comprenant un rotor tournant dans un stator, un entrefer suffisamment étroit étant prévu entre ces deux parties, pour réaliser des cisaillements
20 d'au moins 8000 s^{-1} .

De préférence ce mélangeur présente les caractéristiques d'une pompe aspirant le liquide en amont de l'entrefer pour le refouler à l'aval de celui-ci.

25

Dans une forme préférée de l'appareil, une ou plusieurs pales mobiles sont montées transversalement à l'aspiration du mélange ; la ou les pales contribuent à prémélanger les matières à traiter, et favorisent l'aspiration du mélange
30 dans l'espace entre les rotor et stator.

Bien que la largeur, en valeur absolue, de l'entrefer dépende de la nature des matières en présence, notamment de la viscosité du mélange, les entrefers usuels sont en général
35 ral d'environ 0,5 à 2,5 mm, et le plus souvent de 0,8 à

1,8 mm, pour des appareils permettant une vitesse périphérique de l'ordre de 10 m/s.

Des entrefers plus larges peuvent être employés avec des
5 vitesses de rotation plus grandes.

L'invention peut être appliquée à des nombreuses matières, comme par exemple pigments, tels qu'oxydes de titane, de fer, d'alumine ou de zinc, sulfure de zinc, chromate de
10 plomb, noir de carbone, laques et autres, pesticides comme oxychlorure de cuivre, éthylène-bis dithiocarbamates de Zn et Mn, soufre, etc., combustibles, notamment poudre de charbon. Les liquides, dans lesquels sont dispersées les poudres, peuvent être, par exemple, des huiles végéta-
15 les ou minérales, en particulier l'huile de lin cuite, des solutions de résines dans des solvants organiques, des hydrocarbures, du pétrole ou autre combustible liquide, de l'eau et un fluide organique hydrophobe, sous la forme d'une émulsion, comme c'est par exemple le cas pour certai-
20 nes compositions pesticides et pour des combustibles à base de poudre de charbon.

Cette dernière application est particulièrement avantageée par l'utilisation du procédé de la présente invention. En
25 effet, celle-ci permet d'obtenir des suspensions charbon-eau-combustible liquide de stabilité améliorée, contenant plus d'eau qu'il n'y en a en général dans ce genre de suspensions combustibles de la technique connue.

30 Ainsi peut-on obtenir des mélanges liquides, par exemple composés en poids de 40 à 50% de particules de charbon, 10 à 20% d'eau, le reste étant une fraction du pétrole, en particulier un fuel lourd ; la suspension reste stable durant au moins 3 mois à 60°C, malgré la forte teneur en eau, qui
35 - dans l'art antérieur - ne dépassait généralement pas 10%,

afin d'éviter une viscosité trop grande et la sédimentation rapide du solide dispersé. Plus particulièrement d'excellentes suspensions combustibles, fluides, obtenues par le procédé de l'invention, titrent 41 à 47% en poids de charbon en particules de 10 à 100 μm , 14 à 20% d'eau, le reste étant une fraction hydrocarbonée, connue sous le nom de fuel lourd n°2 ; la viscosité, qui ne dépasse pas 10 Pl à 60°C, permet le pompage aisé de ce produit.

10 Comme indiqué plus haut, grâce au fort cisaillement, produit suivant l'invention, il n'est plus nécessaire - en général - d'ajouter au mélange traité des agents de dispersion. On peut néanmoins utiliser tout-de-même un tel agent, afin de faciliter encore davantage la préparation et la
15 conservation de la suspension. Dans ce cas le dosage de l'additif devient beaucoup plus aisé que dans la technique connue, et il en faut bien moins ; par exemple 0,2% de dispersant suffisent là où le procédé connu en exigerait 0,4 à 0,6%.

20

L'invention se rapporte également à un nouveau mode de détermination de la stabilité de suspensions de poudres dans des liquides. Ce procédé comprend la mesure de la viscosité relative du milieu à différents niveaux au sein de la
25 suspension, en fonction des temps de conservation.

L'invention est caractérisée en ce qu'à partir du profil de viscosité, ainsi obtenu, on trace une courbe de sédimentation de la forme $h/H = f(t)$ où h est la hauteur du
30 niveau, au sein de la suspension, auquel on trouve une certaine lecture L d'un viscosimètre, H est la hauteur totale de la suspension étudiée et t le temps de conservation ou stockage de celle-ci. Le diagramme suivant l'invention comporte une courbe $h_0/H = f(t)$, h_0 désignant la hauteur,
35 teur, à partir du fond de la suspension, à laquelle le vis-

cosimètre fournit une indication L pratiquement nulle, et une courbe $h_{100}/H = f(t)$ où h_{100} est la hauteur correspondant à une lecture L d'au moins 100.

- 5 Le diagramme, ainsi tracé, permet de connaître l'état de sédimentation de la suspension à un temps donné.

Suivant une forme préférée de l'invention, les longues durées de stockage des suspensions sont simulées par des
10 centrifugations appropriées ; cela permet de connaître, après des minutes ou heures de centrifugation, la sédimentation qu'une suspension subirait après des mois ou années de repos statique. Par comparaison de quelques diagrammes suivant l'invention, tracés après m mois de stockage de
15 suspensions, avec ceux que donnent les suspensions de même composition, à la même température, après une centrifugation avec une certaine accélération g, pendant θ minutes, on peut établir la correspondance entre m et θ . Il est ainsi possible, conformément à l'invention, d'antici-
20 per rapidement le comportement qu'aurait une suspension après des mois ou années de repos.

Dans ce qui suit on décrit de manière non limitative un appareil pour la réalisation de l'invention, des exemples
25 d'application de celle-ci, ainsi que la nouvelle méthode pour la détermination de la stabilité des suspensions.

Fig. 1 représente schématiquement, en coupe axiale, une forme préférée de l'appareil suivant l'invention:

30

Fig. 2 est un graphique montrant les variations des indications du viscosimètre suivant la profondeur de la suspension dans un tube de stockage, entre la surface et le fond, pour quatre suspensions différentes.

Fig. 3 est un diagramme de sédimentation $h/H = f(t)$ suivant l'invention.

Fig. 4 représente le diagramme d'une suspension après 3
5 mois de conservation, comparativement avec une suspension
similaire vieillie par centrifugation.

L'appareil selon Fig. 1 est en fait une pompe centrifuge
immergée, à aspiration directe. Le moteur 1 fait tourner le
10 rotor 2 qui tourne dans le stator 3, dont il est séparé
par un étroit entrefer 4. Le mélange à traiter pénètre
dans l'appareil par un canal d'aspiration 5 situé de préfé-
rence dans l'axe du stator 3. Ce canal est également tra-
versé par une tige 5 qui porte une pale 7 pour l'agitation
15 primaire du mélange avant l'aspiration 5. La pale 7 étant
solidaire du rotor 2, par l'intermédiaire de la tige 6,
elle tourne en même temps que le rotor mû par le moteur 1.

C'est dans l'entrefer 4 que la suspension traitée subit le
20 cisaillement voulu, avant de quitter l'appareil par la tu-
bulure de refoulement 8.

La figure 1 représente seulement le mélangeur pour la for-
mation d'une suspension, mais il est bien entendu que
25 celui-ci est plongé dans un récipient dans lequel on intro-
duit le ou les liquides voulus avec la poudre à disperser.

Dans une des formes d'exécution préférées, la paroi infé-
rieure du stator 3, et celle du rotor 2, sont coniques, ce
30 qui fait que l'aspiration 5 aboutit au sommet du cône ainsi
formé.

Voici à titre d'exemple non limitatif les caractéristiques
d'un appareil en acier inoxydable, suivant l'invention,
35 permettant de produire quelques kilogs de suspension, no-

tamment 1 à 5 kg, par heure.

	Diamètre intérieur du stator	9 cm
	Diamètre total de l'appareil	13 cm
5	Largeur de l'entrefer entre le stator et le rotor	1 mm
	Diamètre de la pale	6 cm
	Hauteur de la pale	1 cm
	Volume interne de passage	30 ml
	Puissance du moteur (asynchrone).	0,75 kW
10	Vitesse de rotation	2815 t/mn.

Au moyen de cet appareil on a préparé différentes suspensions, dont certaines sont illustrées par les exemples ci-après.

15

EXEMPLE 1

Dans une cuve de 4000 ml de capacité on introduit 1170 g de fuel lourd n°2 (ex RSV) de densité 0,994 à 20°C et d'une viscosité de 433 cSt à 50°C ; 600 g d'eau sont ajoutés, on
20 plonge la partie rotor-stator de l'appareil décrit dans la cuve, et l'on fait fonctionner le mélangeur à 2815 t/mn durant 30 minutes, ce qui produit une émulsion fine du fuel avec l'eau.

25 On ajoute alors progressivement, à cette émulsion, en 60 minutes, 1245 g de poudre de charbon dont la teneur en cendres est de 6,1% et la granulométrie

20% < 12,8 µm

50% < 28,6 µm

80% < 51,6 µm

30

97,5% < 96 µm,

tout en continuant à faire fonctionner le mélangeur. L'addition de poudre terminée, on fait encore tourner le rotor pendant 15 minutes pour parachever l'homogénéisation de la suspension formée.

35 La température de celle-ci est alors de 90°C.

Afin de tenir compte de l'évaporation de l'eau pendant le traitement, on détermine la composition des 3000 g de suspension obtenue après refroidissement, ce qui donne en poids :

5	charbon	41,5%	soit 1245 g
	fuel	39,0	soit 1170 g
	eau	19,5	soit 585 g

La perte d'eau pendant l'opération n'a donc été que de 15g;
10 alors que l'élévation de la température a abaissé la viscosité du produit en permettant l'écoulement facile de celui-ci après la préparation.

La puissance maximale consommée a été de 140 W par kg ; la
15 viscosité de la suspension à 60°C ressortait à 10000cP.
La vitesse à la périphérie du rotor atteignait environ 10 m/s et le cisaillement environ 25000 s^{-1} .

EXEMPLE 2

20 Le mode opératoire de l'exemple 1 est appliqué à des quantités différentes des mêmes composants, ce qui conduit à l'obtention d'une suspension de la composition pondérale :

	charbon	45,6%
	fuel	38,7%
25	eau	15,7%

qui se conserve bien pendant 3 mois, tandis qu'une suspension similaire, préparée avec un agitateur classique, produisant un cisaillement de 800 s^{-1} , subit une sédimentation presque complète dans le même temps.

30

EXEMPLE 3

Les opérations de l'exemple 1 sont répétées avec la seule différence que le mélange à traiter est additionné de 0,2% de l'agent de dispersion connu sous la dénomination ATLAS
35 EL 1601 H.

La stabilité de la suspension était améliorée au bout d'un mois ; elle ne différait plus de celle de l'exemple 1 après 3 mois de stockage.

5 EXEMPLE 4

Le même agent de dispersion qu'à l'exemple 3 est utilisé, à raison de 0,2%, dans une préparation selon l'exemple 2. On constate également une bonne amélioration de la stabilité dans le temps. Par contre, l'adjonction de 0,2% de
10 dispersant, dans le cas de la suspension obtenue avec un cisaillement de 800 s^{-1} , ne permet pas d'avoir une stabilité de plus d'un mois.

EXEMPLE 5

15 On répète les opérations de l'exemple 2, en faisant varier les durées des trois étapes du procédé entre les limites suivantes :

- 15 à 45 mn pour l'émulsification de l'eau avec le fuel lourd ;
- 20 20 à 70 mn en ce qui concerne l'incorporation du charbon ;
- 15 à 120 mn pour l'homogénéisation finale.

Il en est résulté que ces limites sont acceptables bien
25 que les conditions optimales soient d'environ 30 mn pour l'émulsification, 60 mn pour l'addition du charbon et 15 mn d'homogénéisation finale.

DETERMINATION DE LA STABILITE DE SUSPENSIONS DANS LE TEMPS,
30 PAR LE PROCEDE DE L'INVENTION

Cette détermination est effectuée par la mesure de la viscosité relative à différents niveaux, au sein d'une suspension stockée, après différentes durées. La suspension étant au repos dans un tube de 64 mm de diamètre intérieur
35 et 126 mm de haut, on procède à des mesures de viscosité, au moyen d'un viscosimètre Brookfield muni d'une aiguille

en T, et d'un pied Helipath permettant le déplacement vertical de l'aiguille ; celle-ci suit donc un trajet hélicoïdal dans la suspension. La viscosité étant très sensible à la concentration en charbon de la suspension, une
5 augmentation de cette concentration se traduit par un accroissement de la viscosité que l'appareil détecte.

Le viscosimètre Brookfield utilisé est du type LVTD, à affichage digital, fournissant des indications L de 0 à
10 100. Huit vitesses, de 0,3 à 60 tours/mn, sont disponibles. L'aiguille est le modèle standard T.F., dont la barre transversale mesure 10,92 mm, la hauteur étant de 114,3 mm et le diamètre de 1,6 mm. Un enregistreur est couplé au viscosimètre, permettant le tracé direct du profil de visco-
15 sité.

Pour effectuer ce tracé on fait descendre l'aiguille, en continu, jusqu'au fond de la suspension, pour la faire remonter ensuite à la surface de celle-ci.

20

Au cours des déterminations comparatives, relatées dans la présente description, toutes les mesures étaient effectuées dans les mêmes conditions, à savoir : vitesse de rotation 6 tours/mn, température 60°C, hauteur H de la sus-
25 pension dans les tubes de stockage 60 à 80 mm.

La figure 2 montre les profils de quatre suspensions différentes A,B,C et D, tracés avec l'appareil décrit ci-dessus. L'échelle verticale, graduée de 0 à 100, indique
30 les lectures L de la viscosité relative détectée par le Brookfield aux différentes positions de l'aiguille, au sein de la suspension ; ces positions s'étagent entre le point S - surface de la suspension - et F, fond du tube. A droite de l'ordonnée L on a les enregistrements pendant la descen-
35 te de l'aiguille du viscosimètre, tandis qu'à gauche se

trouvent les profils obtenus au cours de la remontée de l'aiguille.

- 5 A - correspond à la suspension fraîche à 60°C, obtenue
selon l'exemple 3 (41,5% charbon, 39% fuel, 19,5%
eau+ 0,2% agent de dispersion); la branche horizontale
est sensiblement parallèle à l'axe F-S, avec à peine
un léger enflement près du fond F; cela signifie
que la viscosité n'a pratiquement pas varié, peu après
10 la préparation, entre le fond et la surface.
- 15 B - est le profil de la même suspension qu'en A, mais après
un mois de stockage à 60°C. On constate ici une
certaine augmentation de la viscosité, en particulier
près du fond F, par rapport au profil A; cet
accroissement, d'ailleurs peu marqué, s'accompagne
d'une chute de la viscosité au voisinage de la surface,
figurée sur l'enregistrement par un léger décalage
de la branche montante de B, en deça du point
20 S.
- 25 C - illustre l'enregistrement du profil d'une suspension
fraîche de la même composition que la suspension
A, mais préparée par le procédé classique
avec un cisaillement de 500 s^{-1} . La branche horizontale
est parfaitement parallèle à l'axe F-S, ce qui
prouve qu'au départ il n'y a eu aucune sédimentation.
- 30 D - est le profil de viscosité de la même suspension
qu'en C, mais après la conservation de 6 semaines
à 60°C. Le changement est profond : la viscosité
au fond a augmenté considérablement (lecture L bien
au-dessus de 100) tandis qu'elle a chuté à 0 sur
35 environ 1/3 de la hauteur de suspension au-dessous

de la surface S.

En comparant l'évolution de A à B avec celle de C à D, on constate que le procédé de l'invention ($A \rightarrow B$) a
5 apporté une remarquable amélioration de la stabilité.

Sur la figure 3 on a tracé les courbes de sédimentation $h/H = f(t)$ qui constituent une des caractéristiques de l'invention. Elles sont construites à partir de profils
10 comme par exemple ceux de la figure 2. La courbe supérieure, des h_0/H , correspond aux niveaux (h_0) où la lecture L du viscosimètre est pratiquement 0. Par conséquent $H-h_0$ représente la hauteur du liquide surnageant pour chaque temps t.

15 La courbe inférieure des h_{100}/H correspond aux niveaux (h_{100}) au-dessus du fond, où la lecture L du viscosimètre est supérieure ou égale à 100. Ainsi, la courbe inférieure définit la hauteur h_{100} du sédiment formé par la décanta-
20 tion du liquide surnageant (h_0).

Au moyen des enregistrements des profils à différents temps on peut donc, suivant l'invention, obtenir des graphiques comme celui de la figure 3, qui renseignent par-
25 faitement sur la stabilité d'une suspension.

La raison pour laquelle le paramètre h_{100} , défini plus haut, a été choisi, est que pour des suspensions relativement épaisses, et en particulier celles qui font l'objet
30 des exemples vus plus haut, la viscosité apparente, correspondant à la valeur 100 de L, est assez forte et caractérise un sédiment épais. Notamment, dans le cas des suspensions des exemples 1 à 5, on a trouvé qu'à 60°C avec l'aiguille T.F. du viscosimètre, à 6 tours/mn, la viscosi-
35 té apparente était d'environ 90 Pl pour un gradient de vitesse apparent de $0,05 \text{ s}^{-1}$, ce qui dénote un sédiment

déjà épais.

Figure 4 se rapporte à la forme particulière d'exécution de l'invention, dans laquelle un vieillissement accéléré
5 de suspensions est réalisé par une centrifugation de celle-ci avant la détermination des courbes de sédimentation. Ainsi a-t-on trouvé, dans certains cas, qu'un mois de stockage à 60°C pouvait être simulé par une centrifugation de 30 minutes à la même température, avec une accélé-
10 ration centrifuge de 100 g en fond de tube.

La suspension est stockée dans des tubes pouvant aller tant sur la centrifugeuse que sur le viscosimètre.

Fig. 4 montre deux paires de courbes de sédimentation I-I
15 et II-II, dont les premières correspondent au vieillissement naturel et les secondes, II-II, au vieillissement accéléré par centrifugation avant la détermination de la stabilité. Les abscisses en jours se rapportent aux courbes I-I et les abscisses en minutes aux courbes II-II
20 de sédimentation accélérée. On peut voir, dans le cas de cet exemple, que le stockage de trois mois à 60°C selon I produit sensiblement le même degré de sédimentation qu'une centrifugation d'environ 60 mn à 100 g d'accélération en fond de tube.

25

Revendications

1. Procédé de production d'une suspension de poudre dans un ou plusieurs liquides par agitation de la poudre avec ces liquides, dans lequel, les dimensions des grains de la poudre ne dépassent pas 100 microns, l'agitation est effectuée avec un cisaillement d'au moins 8000 s^{-1} , et le procédé comporte la détermination de la stabilité de la suspension par la mesure de la viscosité de celle-ci, caractérisé en ce qu'il comprend l'établissement du profil de la viscosité relative (L) au sein de la suspension, tout-au-long de la hauteur de celle-ci (S-F), qu'à partir de ce profil on construit un graphique comportant deux courbes de sédimentation de la forme $h/H = f(t)$, h étant la hauteur du niveau, dans la suspension, correspondant à une certaine indication (L) du viscosimètre, H la hauteur totale de la suspension et t le temps, une des courbes étant $h_0/H = f(t)$ où h_0 désigne la hauteur du niveau correspondant à une réponse du viscosimètre $L = 0$, tandis que la seconde courbe est $h_{100}/H = f(t)$, h_{100} étant la hauteur du niveau où L est au moins 100.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que des mesures de viscosité relative sont effectuées sur des suspensions ayant subi un vieillissement accéléré par centrifugation.

3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que les déterminations ont lieu dans des tubes prévus pour aller à la fois sur une centrifugeuse et sur un viscosimètre.

4. Procédé suivant une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le cisaillement, produit au sein du mélange,

étant de 8000 à 60000 s^{-1} et, plus particulièrement, de 14000 à 40000 s^{-1} , la température du mélange, au cours de l'agitation, est maintenue entre 20° et 100°C et de préférence entre 60° et 95°C.

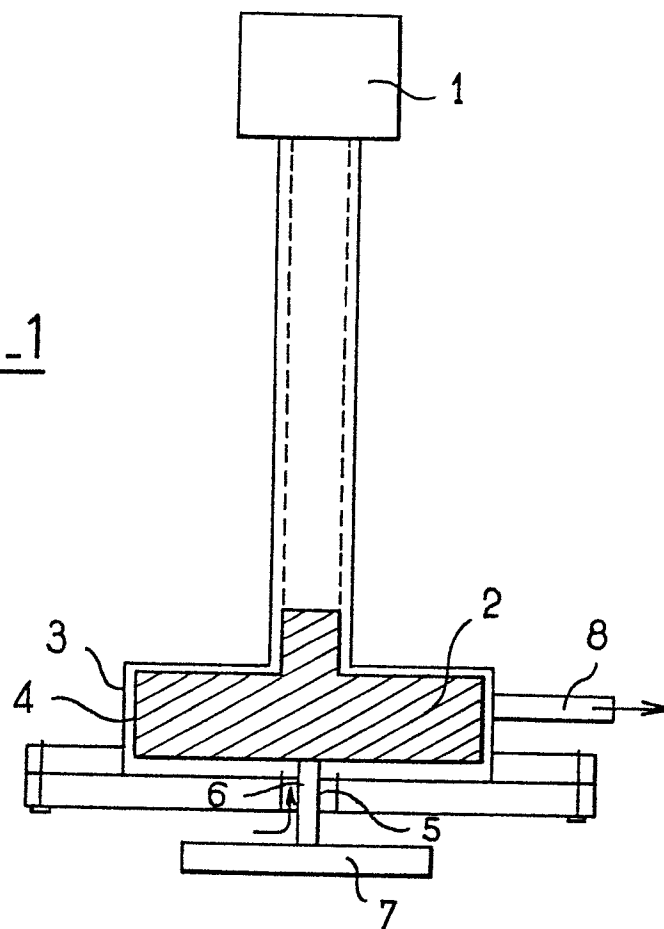
5

5. Procédé suivant une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la poudre utilisée se compose de 80% de grains de grosseur inférieure à 60 μm , 50% mesurant moins que 30 μm , et le mélange traité contient 20 à 50% en 10 poids de poudre.

6. Application du procédé suivant une des revendications 1 à 5 à des suspensions de poudre de charbon dans des hydrocarbures et de l'eau, caractérisé en ce que les portions pondérales des matières mélangées sont : 40 à 50% 15 de charbon, 10 à 20% d'eau, le reste étant un combustible liquide, et plus particulièrement 41 à 47% de charbon, 14 à 20% d'eau, le reste étant une fraction du pétrole, le mélange pouvant être additionné d'une faible quantité, d'un 20 agent de dispersion.

7. Appareil pour la réalisation du procédé suivant une des revendications 1 à 6, constitué par un mélangeur du type à pompe centrifuge à aspiration directe, comprenant un 25 rotor (2) tournant dans un stator (3), la largeur de l'entrefer (4), entre le stator et le rotor étant telle, que cet entrefer produise dans le mélange liquide, qui le traverse, un cisaillement de 8000 à 60000 s^{-1} , caractérisé en ce que pour une vitesse périphérique du rotor de l'ordre de 10 m/s, l'entrefer (4) a une largeur de 0,5 à 2,5 mm 30 et de préférence de 0,8 à 1,8 mm.

8. Appareil suivant la revendication 7, caractérisé en ce qu'une pale 7, située au-dessous et près de l'aspiration 35 (5), est solidaire du rotor (2) par l'intermédiaire d'une tige (6) passant par le canal d'aspiration (5).

FIG. 1FIG. 3