

IRSNINSTITUT
DE RADIOPROTECTION
ET DE SÛRETÉ NUCLÉAIRE

Etude de la mise en suspension de particules par chute de poudre

Marjorie JACQUELIN

Octobre 2007

ISRN/IRSN-2007-92

Laboratoire de Physique et de Métrologie des Aérosols



Systeme de management
de la qualite IRSN certifie

THESE

présentée à la

FACULTE DES SCIENCES DE CRETEIL
UFR DES SCIENCES ET DE TECHNOLOGIE
UNIVERSITE PARIS XII – VAL DE MARNE

En vue de l'obtention du grade de

Docteur de l'Université Paris XII - Val de Marne

Discipline : Sciences de l'Univers et de l'Environnement

Spécialité : Physique des aérosols

par

Marjorie JACQUELIN

Etude de la mise en suspension de particules
par chute de poudre

Soutenue le 18 octobre 2007 à Créteil, devant le jury constitué par :

Mme N. Fatah, Professeur, ENSCL et Ec. Centrale de Lille	Rapporteur
Mr D. Boulaud, Directeur-adjoint DEI, IRSN	Rapporteur
Mr Y. Candau, Professeur, Université Paris XII	Examineur
Mme E. Géhin, Professeur, Université Paris XII	Directrice de thèse
Mr G. Tymen, Professeur, Université de Bretagne Occidentale	Examineur
Mr F. Gensdarmes, Ingénieur chercheur, Chef du LPMA, IRSN	Encadrant IRSN

« Le degré de mauvaise compréhension que nous avons des écoulements de grains peut se mesurer au nombre de bosses que l'on peut voir sur les parois d'un silo métallique : la meilleure façon de rétablir l'écoulement d'un silo bloqué est effectivement d'appliquer de violents coups de masse sur les parois extérieures. »

Andrew W. Jenike

A Jean, André et Marthe

A toute ma famille

A tous mes amis

Remerciements

Cette thèse a été réalisée à l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (IRSN), en collaboration avec l'Université Paris XII. Que Messieurs Jean-Claude Laborde, Jacques Vendel et Yves Candau trouvent ici l'expression de mes remerciements pour leur accueil au sein, respectivement, du Service d'Etudes et de Recherches en Aérodispersion des polluants et en Confinement (SERAC), du Laboratoire de Physique et de Métrologie des Aérosols (LPMA) et du Centre d'Etudes et de Recherche en Thermique, Environnement et Systèmes (CERTES). Je tiens aussi à les remercier particulièrement pour l'intérêt manifesté pour mes travaux et pour les conditions très favorables dans lesquelles s'est déroulé ce travail de thèse.

Que les membres du jury trouvent ici l'expression de ma gratitude pour avoir accepté de juger ce travail. Madame Nouria Fatah et Monsieur Denis Boulaud, pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'accepter la « lourde » tâche de rapporter ce mémoire et pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail. Messieurs Georges Tymen et Yves Candau, pour avoir accepté d'être examinateurs de ce travail et d'être venus compléter ce jury. Et pour terminer, Madame Evelyne Gehin et Monsieur François Gensdarmes pour leur confiance et leur soutien tout au long de ce travail. Je voudrais tout d'abord leur exprimer ma reconnaissance pour avoir dirigé ce travail mais aussi pour avoir participé grandement à sa réalisation. Le temps qu'ils ont bien voulu me consacrer et leur rigueur scientifique m'ont été d'un réel soutien. Je tiens aussi à les remercier pour leurs qualités humaines, ils ont ainsi su trouver les mots justes qui m'ont permis de rebondir et de repartir d'un bon pied lors des moments de doute et de léger découragement.

Un grand merci à tous les membres, permanents ou non, du SERAC, et plus particulièrement du LPMA, ainsi qu'à ceux du CERTES pour leur accueil, leur sympathie, les discussions sérieuses ou non et tous les moments qui contribuent à faire que ces années de thèse resteront inoubliables. Un clin d'œil aux thésards des deux laboratoires et en particulier à mes acolytes de bureau à qui je passe le relais.

Je profite aussi de ces quelques lignes pour remercier vivement les personnes avec lesquelles j'ai eu l'occasion de collaborer au cours de ce travail. Je remercie tout d'abord Messieurs Dodds, De Ryck, Devrient et Ansart du centre RAPSODEE de L'Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, pour leur accueil lors de ma visite dans leur laboratoire et pour les mesures réalisées sur mes poudres ainsi que pour les échanges que nous avons pu avoir par la suite. Je tiens aussi à remercier Mme Sommer, du laboratoire Biophy Research, pour les discussions que nous avons pu avoir concernant les mesures

AFM et pour le vif intérêt qu'elle a porté à mon travail et aux mesures « un peu particulières » à réaliser. Merci aussi aux personnes du LTME_x, de la DRT/Liten/DTNM du CEA de Saclay, pour leur accueil et leur disponibilité ainsi que pour avoir mis à ma disposition les dispositifs afin de caractériser mes matériaux. Qu'il me soit permis de remercier également Mr Queffelec, de la Société S.I.E.R., pour m'avoir conseillée et guidée dans l'analyse et l'interprétation des plans d'expériences.

A ma famille et mes amis ... ces quelques lignes qui ne sont qu'un très bref résumé de tout ce que je pense et que je leur dois.

Avec une pensée toute particulière et émue pour mon papy, qui malgré tout l'intérêt que ce travail de thèse a pu susciter en lui n'a malheureusement pu voir l'aboutissement de celui-ci, mais je sais qu'aujourd'hui il serait très fier de sa petite-fille. Je lui dédie donc ce travail et ce mémoire.

A mes parents sans qui bien entendu je ne serais pas là aujourd'hui : pour leur soutien quotidien dans les bons comme dans les mauvais moments, leurs encouragements sans limites et pour avoir su être présents lorsqu'il le fallait.

A ma petite sœur et mes petits frères, pour la fierté qu'ils ont aujourd'hui de leur « grande sœur » et en leur souhaitant de trouver dans quelques années la voie qui leur convient le mieux, comme cela a été le cas pour moi.

A mes amis de plus ou moins longue date, dont je ne citerais pas ici les noms car la liste serait beaucoup trop longue, pour leur amitié, leur patience et leur écoute, même si la plupart ne comprenaient pas grand-chose, et surtout pour ne m'avoir jamais tenu rigueur du peu de temps disponible pour eux. Parmi eux, je remercie plus particulièrement certaines et certains pour leur soutien, leurs encouragements ainsi que pour la relecture de certaines parties de ce mémoire qui n'était pas forcément une tâche aisée et agréable.

J'associe enfin à ces remerciements tous ceux qui m'ont manifesté leur sympathie et aidée dans ce travail. Je n'oublie pas ceux que j'ai pu croiser avant, qui m'ont encouragée à suivre la voie que j'ai choisie et qui ont grandement contribué à faire de moi ce que je suis aujourd'hui. Cette tranche de vie n'aurait pas été aussi agréable sans des compagnons de route aux qualités remarquables.

Merci à tous ... pour ces belles années.

Merci à ceux qui ont bravé les grèves pour venir m'écouter le jour J.

Table des matières

Liste des figures	xi
Liste des tableaux	xvii
Nomenclature.....	xix
Introduction	1
<i>Contexte industriel général.....</i>	<i>1</i>
<i>Contexte particulier de l'industrie nucléaire</i>	<i>2</i>
<i>Motivations et objectifs du travail.....</i>	<i>3</i>
<i>Plan du mémoire</i>	<i>5</i>
I. Etat de l'art sur la mise en suspension	7
1.1. Matériaux granulaires	7
1.1.1 Généralités.....	8
1.1.1.1. Définitions et classification.....	8
1.1.1.2. Caractéristiques physiques	10
1.1.1.3. Caractéristiques géométriques	17
1.1.2. Interactions dans les milieux granulaires	19
1.1.2.1. Cohésion	19
1.1.2.2. Forces interparticulaires	20
1.1.2.3. Distribution des contraintes.....	24
1.1.3. Dynamique des milieux granulaires	27
1.1.3.1. Principe de dilatance de Reynolds.....	27
1.1.3.2. Frottement granulaire.....	28
1.1.3.3. Ecoulements.....	28
1.2. Aérosols.....	32
1.2.1. Généralités.....	32
1.2.1.1. Mode de formation.....	32
1.2.1.2. Caractéristiques physiques	33
1.2.2. Evolution des particules dans un milieu.....	35
1.2.2.1. Mécanismes d'évolution des aérosols.....	35
1.2.2.2. Sédimentation des aérosols.....	37
1.3. Mise en suspension - Emission de poussières	40
1.3.1. Généralités.....	40

1.3.2. Coefficients de mise en suspension.....	43
1.3.3. Phénoménologie	45
1.3.3.1. Description qualitative d'une chute de poudre.....	45
1.3.3.2. Induction d'air lors de la chute	50
1.3.4. Forces mises en jeu	55
1.3.5. Etudes de la mise en suspension de poudres.....	59
1.3.5.1. Etudes à l'aide de dispositifs de laboratoire.....	59
1.3.5.2. Etudes expérimentales sur la chute de poudre à grande échelle	72
1.3.5.3. Etudes sur la dispersion des particules et l'exposition des travailleurs	86
1.4. Conclusions du chapitre I.....	90
II. Dispositif expérimental, méthodes de mesure et d'analyse.....	93
2.1. Dispositif expérimental.....	93
2.1.1. Enceinte expérimentale	93
2.1.2. Verseurs de poudre.....	94
2.1.3. Surfaces d'impaction.....	95
2.1.4. Prélèvement des particules mises en suspension.....	95
2.1.5. Mesure de la concentration particulaire	96
2.1.6. Poudres utilisées pour les essais.....	96
2.2. Caractérisation des poudres et des particules	97
2.2.1. Caractéristiques physiques des poudres	98
2.2.1.1. Analyses granulométriques.....	98
2.2.1.2. Mesures des masses volumiques apparentes.....	105
2.2.1.3. Mesures angulaires.....	106
2.2.1.4. Teneur en eau des poudres	108
2.2.2. Caractéristiques rhéologiques des poudres	109
2.2.2.1. Indice de coulabilité et de déferlement - Méthode de Carr (1965a).....	109
2.2.2.2. Rhéomètre à poudre FT4 Powder Rheometer (Freeman Technology).....	111
2.2.2.3. Mesure en cellule de cisaillement.....	115
2.2.3. Caractérisation des particules.....	122
2.2.3.1. Détermination de la morphologie des particules.....	122
2.2.3.2. Topographie de surface des particules par microscopie à force atomique (AFM).....	124
2.2.3.3. Mesure des forces d'adhésion interparticulaires par microscopie à force atomique.....	133
2.3. Procédure expérimentale et méthodes de mesure	137
2.3.1. Procédure expérimentale de réalisation des expériences	137
2.3.2. Principe et évaluation des méthodes de mesures	139
2.3.2.1. Pesées des filtres.....	139
2.3.2.2. Pesées des poudres	139
2.3.2.3. Débits massiques des entonnoirs	140
2.3.2.4. Débit de Prélèvement.....	140
2.3.2.5. Méthode de récupération des particules collectées	141
2.3.2.6. Mesure de la granulométrie des particules collectées.....	142
2.3.3. Estimation des incertitudes sur les résultats de mesure et le calcul des fractions mises en suspension	143
2.4. Matrices expérimentales.....	146
2.5. Méthode de traitements des données	149
2.5.1. 1 ^{er} cas : déclenchement du prélèvement à la fin de la chute.	152

2.5.2. 2 ^{ème} cas : déclenchement du prélèvement après un temps d'attente	154
2.5.3. Détermination de la granulométrie des particules mises en suspension	156
2.5.4. Validation de la méthode de traitement des données	157
2.6. Conclusions du chapitre II.....	161
III. Résultats et discussion.....	163
3.1. Expériences préliminaires.....	164
3.1.1. Effet du temps d'attente avant le déclenchement du prélèvement	164
3.1.2. Effet de la nature du liquide	167
3.1.3. Conclusions sur les expériences préliminaires.....	170
3.2. Etude de l'influence des paramètres.....	171
3.2.1. Déversement de type fuite.....	171
3.2.1.1. Influence du type de poudre.....	175
3.2.1.2. Influence de la surface d'impaction.....	185
3.2.1.3. Influence de la masse initiale.....	191
3.2.1.4. Influence du diamètre du verseur.....	195
3.2.1.5. Prise en compte de plusieurs des paramètres.....	198
3.2.1.6. Conclusions sur le mode de déversement en fuite.....	201
3.2.2. Déversement de type paquet	203
3.2.2.1. Influence de la masse initiale.....	206
3.2.2.2. Influence de la surface d'impaction.....	211
3.2.2.3. Influence du diamètre du verseur.....	216
3.2.2.4. Influence du type de poudre.....	217
3.2.2.5. Prise en compte de plusieurs des paramètres.....	222
3.2.2.6. Conclusions sur le mode de déversement en paquet.....	223
3.2.3. Comparaison des deux modes de déversements	225
3.2.4. Conclusions sur l'étude paramétrique	229
3.3. Corrélations	232
3.3.1. Comparaison avec les corrélations empiriques de la littérature	232
3.3.1.1 Estimation des fractions mises en suspension.....	234
3.3.1.2 Estimation des concentrations numériques mises en suspension.....	239
3.3.1.3 Conclusion sur la comparaison avec les corrélations de la littérature	243
3.3.2. Elaboration de corrélations.....	244
3.3.2.1. Mode de déversement en fuite.....	244
3.3.2.2. Mode de déversement en paquet	246
3.3.2.3. Prise en compte du mode de déversement.....	248
3.3.2.4. Conclusion sur les corrélations élaborées.....	249
3.3.3. Conclusions	250
3.4. Conclusions du chapitre III.....	250
Conclusion	255
Références bibliographiques	263

Liste des figures

Figure I-1. Représentation schématique du phénomène de mise en suspension et de transfert.	7
Figure I-2. Classification des matériaux granulaires.....	9
Figure I-3. Classification des poudres suivant leur aptitude à la fluidisation (Castel, 1995)...	16
Figure I-4. Pont liquide entre deux sphères (Seville et al., 2000).....	22
Figure I-5. Comparaison des intensités de différentes forces interparticulaires pour des contacts ponctuels, dans l'air (d'après Seville et al., 2000).	24
Figure I-6. Image photo élastique d'un empilement de cylindres. Les grains les plus contraints apparaissent en clair (Bideau et Ammi, 2003).	25
Figure I-7. Illustration de la dilatance de Reynolds.	27
Figure I-8. Régimes d'écoulement de billes en conduite verticale (d'après Bertho et al., 2002 et 2003). De gauche à droite : régime frictionnel, cinétique et d'onde de densité..	29
Figure I-9. Profil de l'écoulement en masse (à gauche) et en cheminée (à droite) (Bideau et Ammi, 2001 et 2003).	30
Figure I-10. Emissions de poussières par différentes opérations (Schofield, 1981).	41
Figure I-11. Courbes conventionnelles définissant les trois fractions d'un aérosol (Hinds, 1999).	42
Figure I-12. Modèles phénoménologiques pour des chutes de poudres de type paquet (d'après Heitbrink, 1990a et Heitbrink et al., 1992).	46
Figure I-13. Modèles phénoménologiques pour des déversements de poudres de type fuite (Liu et al., 1999 ; Liu, 2003 ; Wypych et al., 2005).	47
Figure I-14. Modèles phénoménologiques pour des chutes de poudres de type fuite (Plinke et al., 1994a).	47
Figure I-15. Schématisation d'un groupe de particules en chute (d'après Liu et al., 1999 ; Liu, 2003 ; Wypych et al., 2005).	49
Figure I-16. Schématisation d'un convoyeur (Dennis et Bubenick, 1983).	51
Figure I-17. Modèles de Cooper et Arnold (1995) : panache miscible (à gauche) et chute massive (à droite).	52
Figure I-18. Débit d'air entraîné spécifique en fonction de la hauteur de chute pour des particules d'alumine de diamètre $d_p = 87 \mu\text{m}$ (Liu, 2003).	54
Figure I-19. Débit d'air entraîné spécifique en fonction du diamètre des particules avec pour les paramètres suivants : $h = 1,225 \text{ m}$, $Q_m = 0,0123 \text{ kg.s}^{-1}$, $\rho_p = 4228 \text{ kg.m}^{-3}$, diamètre de l'orifice de l'entonnoir $d_0 = 0,01 \text{ m}$ (Liu, 2003).	55
Figure I-20. Schématisation du choc élastique entre 2 sphères en mouvement.	57
Figure I-21. Comparaison des corrélations de Cowherd et al. (1989a) et de Plinke et al. (1992) obtenues avec le dispositif MRI.	72
Figure I-22. Dispositif expérimental (RART) de Sutter et al., 1981 et 1982.	73
Figure I-23. Comparaison entre les résultats expérimentaux de Sutter et al. (1981 et 1982) et la corrélation de Ballinger et al. (1988).	77
Figure I-24. Dispositif expérimental utilisé par Heitbrink (1990a) et Heitbrink et al. (1992).	78
Figure I-25. Dispositif expérimental de Plinke et al. (1991) pour l'étude de la chute de poudre.	81
Figure I-26. Représentation du laboratoire expérimental de Cowherd et al. (1989b).	87

Figure I-27. Détermination du facteur de correction du taux de renouvellement (Cowherd et al., 1989b).....	89
Figure II-1. Représentation schématique de l'enceinte expérimentale.	94
Figure II-2. Schémas des verseurs : entonnoir (à gauche) et tube cylindrique (à droite).....	95
Figure II-3. Illustration du principe de fonctionnement du Coulter Multisizer II.....	99
Figure II-4. Courbe d'étalonnage de l'orifice calibré de diamètre égal à 200 μm utilisé pour les analyses granulométriques.....	100
Figure II-5. Fractions cumulées en volume des poudres obtenues à l'aide du Coulter Multisizer II.....	100
Figure II-6. Système de dispersion (à gauche) et de détection des particules (à droite) du granulomètre TSI PSDA 3603.	101
Figure II-7. Fractions cumulées en volume des poudres obtenues à l'aide du granulomètre TSI PSDA 3603.....	102
Figure II-8. Représentation schématique d'un granulomètre laser.	103
Figure II-9. Fractions cumulées en volume des poudres mesurées avec le granulomètre Malvern Mastersizer.....	104
Figure II-10 - Evolution de la masse d'eau évaporée, en fonction du temps, pour les différentes poudres.	109
Figure II-11. Principe de fonctionnement FT4 Powder Rheometer.....	112
Figure II-12. Energies mesurées au cours d'un test en fonction de la vitesse de rotation de la pâle.	113
Figure II-13. Energies mesurées au cours d'un test en fonction de la vitesse d'air d'aération.	114
Figure II-14. Etapes d'un test de cisaillement et détermination des points du lieu cinématique de rupture.....	116
Figure II-15. Ajustements du lieu cinématique de rupture et détermination de la cohésion et de l'angle de friction interne.	117
Figure II-16. Classification du comportement des poudres en fonction de la valeur de la fonction d'écoulement (Schwedde, 2000).	119
Figure II-17. Lieux cinématiques de rupture obtenus pour la poudre de billes de verre à différentes valeurs de contraintes de consolidation (3, 6, 12 et 22 kPa).....	120
Figure II-18. Lieux cinématiques de rupture obtenus pour la poudre d'alumine à différentes valeurs de contraintes de consolidation (3, 6, 12 et 22 kPa).....	120
Figure II-19. Fonction d'écoulement et classification du comportement des deux poudres en fonction de la localisation sur le diagramme (Schwedde, 2000).....	121
Figure II-20. Photographies au microscope électronique à balayage de la poudre de billes de verre.....	123
Figure II-21. Photographies au microscope électronique à balayage de la poudre d'alumine.	123
Figure II-22. Principe d'un microscope à force atomique (AFM).	125
Figure II-23. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de 5 μm \times 5 μm .128	128
Figure II-24. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de 1 μm \times 1 μm .128	128
Figure II-25. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de 5 μm \times 5 μm	129
Figure II-26. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de 1 μm \times 1 μm	130
Figure II-27. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de 5 μm \times 5 μm .131	131
Figure II-28. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de 1 μm \times 1 μm .131	131

Figure II-29. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$.	132
Figure II-30. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$.	132
Figure II-31. Courbe de force obtenue en AFM (Reynaud, 2001).	134
Figure II-32. Illustration des différentes images obtenues par AFM en mode Force Volume.	135
Figure II-33. Diagramme présentant le déroulement des expériences et les techniques de mesure.	138
Figure II-34. Représentation schématique des différents paramètres et mécanismes mis en jeu lors de l'évolution d'un polluant dans une enceinte ventilée.	151
Figure II-35. Déroulement des expériences de mise en suspension pour les deux cas de figure.	151
Figure II-36. Evolution au cours du temps de la concentration de particules dans l'enceinte au cours d'une expérience pour des diamètres de particules compris entre $0,57$ et $2,44\ \mu\text{m}$.	158
Figure II-37. Evolution au cours du temps de la concentration de particules dans l'enceinte au cours d'une expérience pour des diamètres de particules compris entre $3,46$ et $17,32\ \mu\text{m}$.	158
Figure II-38. Comparaison des temps caractéristiques d'épuration expérimentales et théoriques.	160
Figure III-1. Distributions granulométriques des aérosols collectés pour les différents moments de déclenchement du prélèvement pour la poudre de billes de verre.	166
Figure III-2. Distributions granulométriques des aérosols déterminées après traitement des données pour les deux temps de déclenchement pour la poudre de billes de verre.	166
Figure III-3. Distributions granulométriques en volume des aérosols produits pour des chutes de poudre de billes de verre impactant sur différentes surfaces liquides.	168
Figure III-4. Distributions granulométriques en nombre des aérosols produits pour des chutes de poudre de billes de verre impactant sur différentes surfaces liquides.	169
Figure III-5. Effet de la nature de la poudre sur les fractions mises en suspension (Kmes) obtenues à partir de déversements en fuite.	175
Figure III-6. Effet de la nature de la poudre sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues à partir de déversements en fuite.	176
Figure III-7. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en fuite (diamètre de $10\ \text{mm}$) pour des impactions sur surface solide dans le cas de chutes de $100\ \text{g}$.	177
Figure III-8. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en fuite (diamètre de $10\ \text{mm}$) pour des impactions sur surface liquide dans le cas de chutes de $100\ \text{g}$.	177
Figure III-9. Comportement des matériaux lors de l'impact au niveau de la surface solide.	184
Figure III-10. Effet de la surface d'impaction sur les fractions mises en suspension (Kmes) obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en fuite.	185
Figure III-11. Effet de la surface d'impaction sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en fuite.	186
Figure III-12. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de $100\ \text{g}$ de poudre de billes de verre sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements en fuite de diamètre d'orifice égal à $15\ \text{mm}$.	188

Figure III-13. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 100 g de poudre d'alumine sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements en fuite de diamètre d'orifice égal à 15 mm.	189
Figure III-14. Effet de la masse initiale de poudre sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en fuite.....	192
Figure III-15. Distributions granulométriques des particules émises par des chutes de 100 et 200 g de poudre de billes de verre à travers une fuite de 15 mm impactant sur une surface liquide.....	193
Figure III-16. Distributions granulométriques des particules émises par des chutes de poudre d'alumine de 100 g et 200 g à travers une fuite de 15 mm impactant sur une surface liquide.....	193
Figure III-17. Distributions granulométriques des aérosols pour des déversements en fuite (de diamètre d'orifice de 10 et 15 mm) de masses de 100 g de poudre d'alumine impactant sur une surface solide.	197
Figure III-18. Effet du débit massique, de la vitesse initiale et du débit d'air induit spécifique sur les résultats de fractions massiques mises en suspension lors des expériences de chute réalisées par écoulements de poudre à partir d'entonnoir (déversement de type fuite).	199
Figure III-19. Effet du débit massique, de la vitesse initiale et du débit d'air induit spécifique sur les résultats de concentrations numériques mises en suspension lors des expériences de chute réalisées par écoulements de poudre à partir d'entonnoir (déversement de type fuite).	200
Figure III-20. Effet de la masse initiale de poudre sur les fractions mises en suspension (Kmes) obtenues à partir de déversements en paquet.	207
Figure III-21. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 60 mm de 100 g et 200 g de poudre de billes de verre sur une surface solide.....	208
Figure III-22. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 60 mm de 100 g et 200 g de poudre d'alumine sur une surface solide.....	208
Figure III-23. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 40 mm de 100 g et 200 g de poudre de billes de verre sur une surface liquide.	209
Figure III-24. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 40 mm de 100 g et 200 g de poudre d'alumine sur une surface liquide.	210
Figure III-25. Effet de la surface d'impaction sur les fractions mises en suspension (Kmes) obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en paquet.....	212
Figure III-26. Effet de la surface d'impaction sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en paquet.....	213
Figure III-27. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 100 g de poudre de billes de verre sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements de paquets de 60 mm de diamètre.....	214
Figure III-28. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 200 g de poudre de billes de verre sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements de paquets de 60 mm de diamètre.....	214

Figure III-29. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 100 g de poudre d'alumine sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements de paquets de 60 mm de diamètre.	215
Figure III-30. Effet de la nature de la poudre sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues à partir de déversements en paquet.	218
Figure III-31. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en paquet (diamètre de 60 mm) pour des impactions sur surface solide dans le cas de chutes de 200 g.	218
Figure III-32. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en paquet (diamètre de 60 mm) pour des impactions sur surface liquide dans le cas de chutes de 200 g.	219
Figure III-33. Comportement des matériaux lors de l'impact au niveau de la surface solide.	221
Figure III-34. Influence de la surface de poudre exposée sur les fractions massiques mises en suspension pour des déversements de poudres sous forme de paquet.	222
Figure III-35. Influence de la surface de poudre exposée sur les concentrations numériques mises en suspension pour des déversements de poudres sous forme de paquet.	223
Figure III-36. Comparaison des modes de déversements et des types de poudres pour des impactions sur surface solide (à gauche) et sur surface liquide (à droite).	226
Figure III-37. Comparaison des modes de déversements et des types de poudres pour des impactions sur surface solide (à gauche) et sur surface liquide (à droite).	227
Figure III-38. Comparaison des distributions granulométriques obtenues pour les deux poudres selon le mode de déversement pour des impactions sur surface solide (à gauche) et sur surface liquide (à droite).	228
Figure III-39. Comparaison des résultats de fractions mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide des corrélations empiriques de Cowherd et al. (1989a) et de Plinke et al. (1992).	235
Figure III-40. Comparaison des résultats de fractions mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide des corrélations empiriques de Ballinger et al. (1988), avec et sans les recommandations du DOE (1994), et de Cowherd et al. (1989b).	237
Figure III-41. Comparaison des résultats de fractions mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide de la corrélation empirique de Gensdarmes et al. (2004).	237
Figure III-42. Comparaison des résultats de concentrations numériques de particules mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide des corrélations empiriques de Heitbrink (1990a) et de Heitbrink et al. (1992).	242
Figure III-43. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les déversements au travers d'une fuite.	245
Figure III-44. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les déversements réalisés sous forme de paquets.	247
Figure III-45. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les déversements réalisés sous forme de paquets.	248
Figure III-46. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les différents modes de déversement.	249

Liste des tableaux

Tableau I-1. Interprétation de l'indice de compressibilité d'Hausner.....	11
Tableau I-2. Interprétation du facteur de compressibilité de Carr.	12
Tableau I-3. Coulabilité des poudres en fonction de la valeur de l'angle de repos.	12
Tableau I-4. Angles caractéristiques des poudres	13
Tableau I-5. Caractéristiques de la fluidisation des différentes catégories de poudres de la classification de Geldart.	16
Tableau I-6. Tableau récapitulatif des équations permettant de calculer un débit d'air entraîné lors d'une chute de poudre.	53
Tableau I-7. Dispositifs de laboratoire utilisés dans les tests de mise en suspension.	61
Tableau I-8. Paramètres étudiés dans les dispositifs de laboratoire et effets de leur variation sur la mise en suspension.	63
Tableau I-9. Classification du potentiel de mise en suspension à l'aide du tambour rotatif (AFNOR, 2005).	70
Tableau I-10. Classification du potentiel de mise en suspension à l'aide du dispositif de chute (AFNOR, 2005).	70
Tableau I-11. Caractéristiques des poudres utilisées dans l'étude de Sutter et al., 1981 et 1982.	74
Tableau I-12. Masses collectées moyennes pour les poudres de TiO ₂ et UO ₂ (Sutter et al., 1981 et 1982).	74
Tableau I-13. Diamètres aérodynamiques médians massiques moyens (Sutter et al., 1981 et 1982).	74
Tableau I-14. Résultats de mise en suspension pour les différentes chutes de TiO ₂ et UO ₂ (d'après les données de Sutter et al., 1981 et 1982).	75
Tableau I-15. Influence de l'augmentation des paramètres étudiés sur la fraction mise en suspension (d'après Sutter et al., 1981 et 1982).	76
Tableau I-16. Paramètres d'étude et effet sur la concentration particulaire.	79
Tableau I-17. Coefficients de l'équation I-37 (Heitbrink, 1990a et Heitbrink et al., 1992). ...	80
Tableau I-18. Coefficients d'ajustement pour chaque poudre (équation I-61) (d'après les données de Plinke et al., 1991).	83
Tableau I-19. Influence de l'augmentation des paramètres étudiés sur la fraction mise en suspension pour chaque poudre utilisée (d'après Plinke et al., 1991).	84
Tableau I-20. Paramètres pouvant influencer la mise en suspension dans le cas d'une chute de poudre.	91
Tableau II-1. Synthèse des analyses granulométriques (diamètres médians en volume équivalents et écarts-types géométriques) des poudres mesurées avec les trois techniques.	104
Tableau II-2. Résultats des mesures de masses volumiques apparentes et des paramètres calculés à partir de ces données pour les deux poudres.	106
Tableau II-3. Résultats des mesures angulaires pour les deux poudres.	107
Tableau II-4. Evaluation de l'indice de coulabilité des deux échantillons de poudre.	110
Tableau II-5. Evaluation de l'indice de déferlement des deux échantillons de poudre.	111
Tableau II-6. Paramètres déterminés par les tests effectués à l'aide du rhéomètre à poudre.	114

Tableau II-7. Paramètres déterminés par exploitation des lieux de rupture pour les deux poudres.....	121
Tableau II-8. Paramètres de rugosité pour les billes de verre dans l'air.....	129
Tableau II-9. Paramètres de rugosité pour les billes de verre dans l'eau.....	130
Tableau II-10. Paramètres de rugosité pour les particules d'alumine dans l'air.....	131
Tableau II-11. Paramètres de rugosité pour les particules d'alumine dans l'eau.....	132
Tableau II-12. Mesures des forces d'adhésion.....	136
Tableau II-13. Débits massiques des poudres pour les deux entonnoirs.....	140
Tableau II-14. Paramètres de prélèvement.....	141
Tableau II-15. Matrice expérimentale pour le mode de déversement de type « fuite ».....	148
Tableau II-16. Matrice expérimentale pour le mode de déversement de type « paquet ».....	148
Tableau II-17. Récapitulatif des constantes d'épuration calculées théoriquement et déterminées expérimentalement à partir des mesures de concentration au cours d'une expérience de chute ($h = 1,42$ m et $Q_p = 15,6$ m ³ /h).....	159
Tableau II-18. Caractéristiques et comparaison des poudres utilisées dans la présente étude.....	162
Tableau III-1. Masses collectées et mises en suspension obtenues pour un déclenchement du prélèvement effectué immédiatement après la phase d'écoulement. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$].....	165
Tableau III-2. Masses collectées et mises en suspension obtenues pour un déclenchement du prélèvement effectué après un temps d'attente (à t_i+30 s). [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$].....	165
Tableau III-3. Conditions expérimentales, masses collectées et mises en suspension obtenues pour des impactions dans différents liquides. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$].....	167
Tableau III-4. Conditions expérimentales et résultats de mise en suspension pour les déversements de poudres au travers de fuites. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$].....	172
Tableau III-5. Codage des variables pour l'analyse statistique.....	173
Tableau III-6. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les fractions mises en suspension pour des déversements de type fuite.....	174
Tableau III-7. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les concentrations numériques pour des déversements de type fuite.....	174
Tableau III-8. Conditions expérimentales et résultats de mise en suspension pour les déversements de poudres sous forme de paquets. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$].....	204
Tableau III-9. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les fractions mises en suspension pour des déversements de type paquet.....	205
Tableau III-10. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les concentrations numériques pour des déversements de type paquet.....	205
Tableau III-11. Synthèse des différentes études ayant conduit à l'élaboration de corrélations empiriques permettant d'estimer la mise en suspension.....	233
Tableau III-12. Caractéristiques des poudres utilisées dans les corrélations.....	233
Tableau III-13. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-8.....	245
Tableau III-14. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-9.....	246
Tableau III-15. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-10.....	247
Tableau III-16. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-11.....	249

Nomenclature

Lettres latines

A	constante de Hamaker (J).
A_0	section de l'écoulement (m^2).
A_{repos}	angle de repos (ou de talus) ($^\circ$).
B	indice de flottabilité (liée à la poussée d'Archimède) (m^4/s^3).
B_{ev}	mobilité dynamique de la particule de diamètre d_{ev} ($m \cdot s^{-1} \cdot N^{-1}$).
B_p	mobilité dynamique de la particule considérée ($m \cdot s^{-1} \cdot N^{-1}$).
c	cohésion (kPa).
C	compacité ou fraction volumique de solide (- ou %).
C_c	coefficient de correction de Cunningham (-).
C_D	coefficient de traînée (-).
C_e	coefficient prenant en compte les fuites d'air du système (-).
$\overline{C_N}(d_{ev})_{\Delta p}$	concentration numérique moyenne de particules prélevée (m^{-3}).
$C_N(d_{ev}, t)$	concentration numérique de particules de diamètre d_{ev} au temps t (m^{-3}).
d_p	diamètre des particules (m).
d_{ae}	diamètre aérodynamique (m).
$DAMM$	diamètre aérodynamique médian massique (m).
d_{em}	diamètre équivalent en masse (m).
d_{ev}	diamètre équivalent en volume (m).
d_{16}	diamètre correspondant à une fraction cumulée égale à 16 % (m).
d_{50}	diamètre médian de la distribution granulométrique (m).
d_{84}	diamètre correspondant à une fraction cumulée égale à 84 % (m).
D	diamètre du verseur de poudre (m).
Eff_e	facteur d'efficacité d'entraînement de l'air (-).
f_c	contrainte de consolidation ou de clef de voûte (kPa).
ff_c	fonction d'écoulement (-).
$f(d_i)$	fraction de particules de diamètre d_i dans le matériau (-).
$f_{N,p}(d_{ev})$	fraction en nombre des particules collectées de diamètre d_{ev} (-).
$f_{n,t_0}(d_{ev})$	fraction en nombre des particules de diamètre d_{ev} au temps t_0 (-).
$f_{V,p}(d_{ev})$	fraction volumique des particules collectées de diamètre d_{ev} (-).
$f_{V,t_0}(d_{ev})$	fraction volumique des particules de diamètre d_{ev} au temps t_0 (-).

F_{cap}	force de capillarité (N).
F_e	force électrostatique (N).
F_G	force de pesanteur (N).
$F_{trainée}^{ev}$	force de traînée exercée sur la particule sphérique de diamètre d_{ev} (N).
$F_{trainée}^p$	force de traînée agissant sur la particule non-sphérique (N).
F_{vdw}	forces de Van der Waals (N).
g	accélération de la pesanteur (9,81 m/s ²).
h	hauteur de chute (m).
HR	indice d'Hausner (-).
HR_{poudre}	teneur en eau, ou contenu en eau, du matériau (%).
k	constante de raideur du cantilever (N/m).
K_n	nombre adimensionnel de Knudsen (-).
K_{brut}	fraction massique mise en suspension « brute » (-).
K_{mes}	fraction massique mise en suspension (-).
IC	indice de Carr (ou facteur de compressibilité) (%).
m_c	masse de particules collectées au cours du prélèvement (kg).
m_0	masse initiale de poudre manipulée (kg).
m_p	masse de la particule (kg).
m_{mes}	masse mise en suspension (kg).
$N(d_{ev})$	nombre de particules de diamètre d_{ev} (-).
$N(d_{ev})_{\Delta t_p}$	nombre de particules de diamètre d_{ev} collectées (-).
q	charge électrique (C).
Q_{ind}	débit d'air induit (m ³ /s).
Q_m	débit massique d'écoulement du matériau (kg/s).
Q_p	débit du système de prélèvement (m ³ /s).
R	taux de renouvellement (s ⁻¹).
Re_p	nombre de Reynolds de la particule (-).
S_e	surface de dépôt par sédimentation (m ²).
t	temps de mesure (s).
t_0	déclenchement du prélèvement (s).
t_1	fin du prélèvement (s)
t_c	temps de chute (s)
t_i	déclenchement de la chute (s)
T_{mes}	taux de mise en suspension (s ⁻¹).
T_m	température de fusion du matériau composant la poudre (°C).
T_a	constante caractéristique d'épuration pendant la phase d'attente (s).
T_p	constante caractéristique d'épuration pendant le prélèvement (s).
$T_p(d_{ev})$	constante caractéristique d'épuration des particules de diamètre d_{ev} pendant le prélèvement (s).

$T_a(d_{ev})$	constante caractéristique d'épuration des particules de diamètre d_{ev} pendant la phase d'attente (s).
V_0	vitesse à la sortie de l'entonnoir (m/s).
V_e	volume de l'enceinte (m^3).
V_m	volume de matière constituant la particule (m^3).
V_p	volume de la particule (m^3).
$V_p(d_{ev})$	volume des particules de diamètre d_{ev} (m^3).
V_{solide}	volume total des particules (m^3).
V_{total}	volume total occupé par l'échantillon de poudre (m^3).
V	vitesse relative des particules (m/s).
$V_{TS}(d_{ev})$	vitesse de sédimentation des particules de diamètre d_{ev} (m/s).
$V_{TS}(d_{ae})$	vitesse de sédimentation des particules de diamètre d_{ae} (m/s).
z	distance de séparation interparticulaire (m).

Lettres Grecques

Δt	durée du phénomène de chute (s).
Δt_a	durée de la phase d'attente (s).
Δt_p	durée du prélèvement (s).
ε	porosité (- ou %).
ε_0	permittivité du vide ($\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$).
γ	tension superficielle liquide-air (N.m^{-1}).
λ	libre parcours moyen des molécules du gaz porteur ($\lambda = 0,0665 \mu\text{m}$ pour l'air à 20°C et 1 atm).
η	viscosité dynamique du fluide ($1,832 \cdot 10^{-5} \text{ Pa.s}$ pour l'air à 20°C et 1 atm).
ρ_0	masse volumique de référence (1000 kg/m^3).
ρ_b	masse volumique apparente en vrac du lit de particules (kg/m^3).
ρ_{bt}	masse volumique apparente tassée du lit de particules (kg/m^3).
ρ_g	masse volumique du fluide ($1,205 \text{ kg/m}^3$ pour l'air à 20 °C et 1 atm).
ρ_m	masse volumique du matériau composant la particule (kg/m^3).
ρ_p	masse volumique apparente des particules (kg/m^3).
σ_1	contrainte majeure de consolidation (kPa).
σ_g	écart-type géométrique de la distribution granulométrique (-).
σ_c	contrainte normale de consolidation (kPa).
σ_s	contrainte normale de cisaillement (kPa).
τ	temps de renouvellement (s).
τ_c	contrainte tangentielle de consolidation (kPa).
τ_s	contrainte tangentielle de cisaillement (kPa).

χ	facteur de forme dynamique (-)
φ	angle de friction interne de la poudre (°)

Indices

ev	fait référence à la particule de volume équivalent.
em	fait référence à la particule de masse équivalente.
ae	fait référence à la particule de diamètre aérodynamique équivalent.
N	fait référence au nombre.
V	fait référence au volume.
t0	fait référence à la fin de la chute.
Δt_p	fait référence au prélèvement.

Introduction

Contexte industriel général

Les procédés industriels et plus généralement l'activité humaine, ou encore certains processus naturels, produisent et dispersent dans l'air un ensemble de particules solides ou liquides. Lorsque ces particules sont dispersées sous une forme relativement fine, c'est à dire pour des diamètres aérodynamiques inférieurs à 100 μm , le système air-particules dispersées constitue un aérosol. Les aérosols ainsi générés peuvent constituer une contamination pour l'homme, l'environnement ou les produits.

L'émission de particules à partir de matériaux sous forme de poudres est l'un des scénarios à l'origine de la présence de particules dans l'air, notamment dans les atmosphères de travail. En effet, quand des matériaux pulvérulents sont manipulés, il est inévitable qu'une partie des particules les composant soit dispersée dans l'atmosphère environnante. Ainsi, les différents procédés et appareils utilisés dans l'industrie pour le stockage, le transport, la transformation et la production des poudres sont autant de sources potentielles de poussières pouvant être très importantes (Cheng, 1973 ; Schofield, 1981 ; Dennis et Bubenick, 1983 ; Jünemann et Holzhauser, 1992).

Les phénomènes conduisant à la mise en suspension d'une poudre sont très divers : chute de source ou d'objets contaminés, chute de charges sur une source, frottement de l'air à la surface d'un dépôt ou d'un tas, effet de vibrations d'une surface contaminée, etc. (Sutter *et al.*, 1983). Ces modes se retrouvent dans de nombreux domaines industriels, utilisant ou produisant des matériaux sous forme pulvérulente, tels que la micro-électronique, l'agroalimentaire, l'automobile, la pharmacie, la chimie, la cimenterie, la métallurgie, etc.

De ce fait, la mise en suspension et les problèmes qui en résultent intéressent l'ensemble des secteurs industriels dans lesquels sont manipulés des produits pulvérulents. En effet, la mise en suspension, ou la propension d'une poudre à se trouver sous forme

d'aérosols, peut avoir diverses conséquences aussi bien au niveau sanitaire par inhalation, ingestion ou contact cutané (risques spécifiques de maladies professionnelles ou empoisonnements si les produits sont toxiques ou nocifs), qu'au niveau de la sûreté des installations industrielles (contamination croisée, dépôt sur les surfaces, incendie ou explosion) ou bien encore économique (perte de produits à forte valeur ajoutée, équipements spécifiques de protection, etc.). Actuellement, divers moyens palliatifs sont mis en œuvre afin de limiter ces problèmes tels que l'utilisation d'éléments de protections individuelles des opérateurs (tenues étanches, masques), le confinement des procédés quand cela est possible (enceinte de type boîte à gant mise en dépression), le captage des poussières au niveau de la source (systèmes d'aspiration mobiles), l'épuration de l'air des locaux par le système de ventilation générale.

En conséquence de quoi, pour évaluer ces risques, il est nécessaire de pouvoir estimer la mise en suspension en termes de quantité de matière émise et de granulométrie des particules produites dans les différents procédés mettant en jeu des matériaux pulvérulents. Pour cela, depuis plus de trente ans, des études sur les émissions de poussières par les produits pulvérulents ont été menées dans le domaine de l'hygiène du travail et ont mis en évidence différents paramètres potentiellement influents (Heitbrink *et al.*, 1990 ; Plinke *et al.*, 1992 ; Chung et Burdett, 1994 ; Lyons et Mark, 1994 ; Breum, 1999 ; Boundy *et al.*, 2006). Néanmoins, ces études se révèlent difficiles à comparer car les conditions expérimentales (dispositifs, modes de déversement, méthodes de mesure), les paramètres étudiés, les poudres testées ainsi que les coefficients utilisés pour l'estimation de la mise en suspension sont souvent différents et les résultats obtenus sont quelquefois contradictoires.

Contexte particulier de l'industrie nucléaire

Dans le contexte plus particulier du domaine nucléaire, l'évaluation des conséquences d'une situation accidentelle dans les laboratoires et usines du cycle du combustible, pose des questions spécifiques de sûreté. Entre autres, dans certains scénarios d'accidents étudiés (séisme, incendie, explosion, chute d'objets...), des matières radioactives sont susceptibles d'être dispersées dans l'atmosphère des locaux, et éventuellement, d'être transférées jusqu'aux voies de rejet à l'environnement voire d'atteindre l'homme (Foulquier et Bretheau, 1998).

Parmi les scénarios d'accidents étudiés, la mise en suspension d'une contamination particulaire lors du phénomène de chute, qui fait l'objet de notre travail, suscite encore de nombreuses interrogations notamment dans la connaissance des coefficients de mise en suspension. En effet, ces coefficients sont essentiels pour l'analyse de sûreté et de la radioprotection afin d'estimer l'impact des sources potentielles de contamination. Ils permettent, pour un scénario d'accident hypothétique donné et à partir d'une quantité de matière radioactive potentiellement dispersable, de calculer la quantité de matière qui serait réellement dispersée. En définitive, ces coefficients de mise en suspension présentent un intérêt primordial lorsqu'il s'agit, d'une part, d'estimer les conséquences radiologiques de situations d'exploitation normales ou accidentelles, d'autre part, d'optimiser les moyens de protection à mettre en œuvre dans la conception des installations nucléaires (Libmann, 1996).

A l'heure actuelle, il existe assez peu de données disponibles dans la littérature scientifique sur l'émission de particules dans le cas d'un scénario de chute accidentelle de poudre. L'évaluation de la mise en suspension est réalisée à l'aide de coefficients obtenus expérimentalement lors d'études spécifiques, ou à l'aide de corrélations empiriques (Sutter *et al.*, 1981 et 1982 ; Ballinger *et al.*, 1988 ; Plinke *et al.*, 1991 et 1995). Par ailleurs, peu d'études proposent la caractérisation des émissions d'aérosols en termes de quantité et de granulométrie des particules produites.

Dans l'industrie nucléaire, la « valeur enveloppe de référence » actuellement en vigueur dans les analyses de sûreté effectuées pour des scénarios de chutes de poudres et qui est utilisée en vue du dimensionnement des installations est une fraction massique de l'ordre de 10^{-3} , c'est-à-dire que 0,1 % de la masse de matière manipulée est mise en suspension.

Motivations et objectifs du travail

Notre travail de recherche s'inscrit dans le cadre général des études et recherches sur l'évaluation de la sûreté des installations industrielles et plus particulièrement celles du domaine nucléaire. En effet, dans divers domaines industriels, notamment les laboratoires et usines du cycle du combustible nucléaire, de grandes quantités de matières sont manipulées sous forme divisée (poudres). Ainsi, l'étude de la mise en suspension de particules à partir de poudres dans divers procédés, en fonctionnement normal ou lors d'accident, présente donc un

intérêt de premier ordre afin d'estimer les conséquences de ce terme source de contamination sur l'opérateur, les installations avoisinantes et, le cas échéant, l'environnement.

L'objectif général de notre travail est donc d'améliorer le niveau de connaissances de la mise en suspension de particules issues de chutes de poudre dans une enceinte. Notre travail expérimental vise, d'une part, à étudier divers paramètres pouvant influencer la mise en suspension et à quantifier leurs effets sur la dispersion de particules, et d'autre part, à proposer des données caractérisant la mise en suspension en termes de quantité et de granulométrie des particules qui soient représentatives du terme source de contamination. De ce fait, notre travail présente un intérêt particulier pour toutes personnes confrontées à la quantification d'un niveau de pollution particulaire et à l'estimation des risques potentiels : les spécialistes chargés d'évaluer les expositions potentielles des opérateurs aux postes de travail, et également les personnes chargées de conduire les analyses de sûreté des installations industrielles en vue de leur mise en exploitation et notamment dans le domaine nucléaire.

Aux vues des enjeux importants que représente l'évaluation de la mise en suspension et pour pouvoir répondre au mieux à la problématique posée, nous nous sommes fixés les objectifs suivants :

- Réaliser une synthèse des connaissances actuellement disponibles dans la littérature scientifique.

- Discriminer expérimentalement les effets de divers paramètres sur la mise en suspension lors de la chute d'une poudre. Pour cela, différentes expériences de mise en suspension ont été réalisées afin de déterminer l'influence de paramètres tels que le mode de déversement, la nature de la poudre, le diamètre du verseur et la masse initiale de poudre.

- Séparer expérimentalement les deux phénomènes physiques à l'origine de la mise en suspension qui peut avoir lieu lors de l'écoulement de la poudre dans l'air et au moment de son impact au sol. Pour cela, deux surfaces d'impaction ont été utilisées, l'une solide et l'autre liquide.

- Caractériser la mise en suspension, de manière globale, en termes de quantité de particules émises à l'aide de coefficients et caractériser les aérosols mis en suspension en termes de distributions granulométriques. En effet, la détermination précise des

caractéristiques du terme source est une donnée de base particulièrement importante car elle est susceptible d'être ensuite utilisée dans des modèles de dispersion et/ou de calcul d'exposition des travailleurs (Liden, 2006).

- Effectuer un traitement des données obtenues afin de prendre en compte l'évolution de l'aérosol étudié et déterminer ainsi des valeurs de mise en suspension représentatives du terme source de contamination.

- Comparer nos résultats avec les corrélations empiriques disponibles.

Notre travail a été réalisé sur une contamination particulière non radioactive car, sous forme pulvérulente, la manipulation d'un produit radioactif susceptible de se disperser requiert des précautions d'utilisation particulièrement importantes et est par là même difficilement envisageable en regard des moyens à mettre en œuvre afin de prévenir les risques engendrés. Cette étude menée en inactif a, ainsi, l'avantage de pouvoir réaliser aisément de nombreuses configurations expérimentales, et ce, en absence de tout risque radiologique.

Plan du mémoire

Le premier chapitre consiste en une synthèse des connaissances actuelles présentes dans la littérature scientifique sur le thème de l'évaluation des émissions de poussières par les poudres lors de leurs manipulations. En préambule, nous présentons tout d'abord, à l'attention des lecteurs non spécialistes de ces domaines, les informations nécessaires concernant les propriétés d'une part, des matériaux granulaires, et d'autre part, des aérosols. La dernière partie de ce premier chapitre est consacrée plus particulièrement à la présentation des études portant sur l'évaluation de la mise en suspension dans divers domaines industriels. Cette partie est ainsi l'occasion d'exposer les diverses méthodes d'évaluations ainsi que les paramètres étudiés et les influences de ceux-ci qui ont été mises en évidence dans ces travaux. En particulier, nous décrivons les travaux qui se rapprochent le plus de la situation de mise en suspension par chute de poudre qui est l'objet de notre travail.

Dans le deuxième chapitre, nous décrivons le dispositif expérimental employé pour la réalisation des chutes ainsi que les méthodes de mesure et d'analyse mises en œuvre pour caractériser la mise en suspension. A la suite, nous présentons la caractérisation des matériaux retenus pour notre étude aussi bien au niveau microscopique qu'au niveau macroscopique. Puis, nous exposons les différentes configurations expérimentales investiguées à partir des paramètres retenus ainsi que la méthode de traitement des données que nous avons mise en place et utilisée afin de prendre en compte l'évolution de nos aérosols au cours des prélèvements effectués et ceci afin de pouvoir acquérir des résultats de mise en suspension plus réalistes.

Le troisième chapitre est dédié à la description de l'ensemble de nos résultats expérimentaux acquis au cours de notre étude de la mise en suspension par chute de poudre. Les plans d'expériences que nous avons définis nous ont permis, tout d'abord, de mettre en évidence les paramètres les plus influents vis-à-vis des coefficients retenus pour l'évaluation de la mise en suspension que sont la fraction massique et la concentration numérique. Ainsi, sur la base de nos résultats expérimentaux, qui sont présentés et discutés dans ce chapitre, nous présentons un classement relatif des paramètres étudiés vis-à-vis de la mise en suspension et ceci en regard des coefficients d'évaluation déterminés. Par ailleurs, nous présentons également dans cette partie les résultats obtenus en termes de distributions granulométriques des aérosols émis ainsi que la comparaison de nos données avec celles qui ont été recensées dans la littérature. Enfin, dans une dernière partie, nous comparons nos données aux corrélations empiriques de la littérature. Ceci nous amène à proposer de nouvelles corrélations qui permettent de décrire les données de fractions massiques mises en suspension, que nous avons obtenues expérimentalement, et de calculer, à l'intérieur du domaine étudié, cette fraction mise en suspension de manière empirique en prenant en compte les paramètres étudiés ainsi que les interactions prépondérantes qui ont été mises en évidence au cours de notre travail.

L'ensemble de nos résultats expérimentaux ainsi que les interprétations qui en sont dégagées, nous permettent finalement de proposer les perspectives qui peuvent être données à ce travail de thèse.

I. Etat de l'art sur la mise en suspension

La mise en suspension d'une poudre conduit à la formation d'un aérosol. Ce phénomène, encore appelé émission de poussières ou émission fugitive, se produit lorsqu'une poudre est soumise à une contrainte qui peut être mécanique (chute, vibration, etc.) ou aéraulique (écoulement d'air sur une surface). Sous l'effet de ces contraintes, des particules contenues dans la poudre vont se retrouver sous forme aéroportée et vont ainsi pouvoir être transférées plus ou moins loin de leur source d'émission selon leurs propriétés jusqu'à une ou plusieurs « cibles » pouvant être les installations et les travailleurs situés à proximité ou l'environnement (figure I-1).

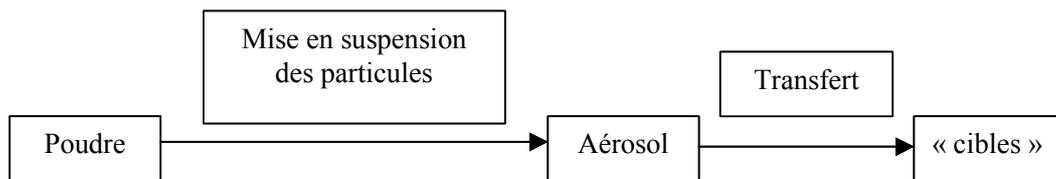


Figure I-1. Représentation schématique du phénomène de mise en suspension et de transfert.

Dans ce premier chapitre, nous allons donc voir successivement les deux « états » sous lesquels se trouvent les particules auxquelles nous nous intéressons, avant et après leur mise en suspension, à savoir respectivement sous forme de poudre et d'aérosol. Nous terminerons ce chapitre par une revue bibliographique des différentes études menées jusqu'à maintenant sur le thème de la mise en suspension lors de la manipulation de poudre.

1.1. Matériaux granulaires

Le terme « milieux granulaires » désigne les matériaux formés d'une collection de particules comme le sable, les céréales ou autres poudres. Ces matériaux se retrouvent dans de nombreux secteurs industriels allant de l'agro-alimentaire aux industries pharmaceutiques en passant par l'industrie du bâtiment. En géophysique, les milieux formés de grains sont

également omniprésents (Ildefonse *et al.*, 1997) : les avalanches, les glissements de terrain, le mouvement des dunes de sable sont quelques exemples de phénomènes liés à ces matériaux. Outre ce large champ d'applications, les milieux granulaires constituent un domaine de recherche fondamentale très riche, leurs propriétés physiques et dynamiques étant encore très mal comprises. Ceci explique le nombre croissant de travaux de recherche sur les matériaux granulaires et l'abondante littérature qui s'y rapporte comme par exemple : Bagnold, 1954 ; Brown et Richards, 1970 ; Shahinpoor, 1983 ; Nedderman, 1992; Guyon et Troadec, 1994 ; Claudin, 1999 ; Fayed et Otten, 1997 ; de Gennes, 1998 et 1999 ; Duran, 2000 et 2003 ; Lannier, 2001 ; Cambou et Jean, 2001 ; Herrmann, 2002 ; Melcion et Iliari, 2003 ; GdR MiDi, 2004 ; etc.

Nous exposons dans la suite la classification des matériaux granulaires et certaines caractéristiques intervenant sur leurs comportements et permettant d'expliquer par exemple les phénomènes d'écoulement, de répartition des forces, de formations de voûtes.

1.1.1 Généralités

Dans cette partie, nous présentons tout d'abord la classification des matériaux granulaires communément admise. Puis nous décrivons les propriétés physiques et géométriques permettant de caractériser les milieux granulaires.

1.1.1.1. Définitions et classification

Le terme milieu granulaire est un terme générique utilisé pour désigner une vaste famille de matériaux. Brown et Richards (1970) ont proposé une terminologie et des définitions propres aux matériaux granulaires qui sont encore utilisées aujourd'hui (figure I-2). Ainsi, les matériaux granulaires sont classés en différentes catégories pouvant elles-mêmes être subdivisées le cas échéant.

- Poudre : matériau granulaire composé de particules de tailles inférieures à 100 μm . On distingue d'ailleurs les poudres granulaires (10 à 100 μm), superfines (1 à 10 μm) et ultrafines (0,1 à 1 μm).
- Solide granulaire : matériau composé de granulés dont la taille se situe entre 100 et 3 000 μm .
- Solide brisé : matériau granulaire dont la plupart des particules ont des tailles supérieures à 3 mm. C'est le cas des éboulements rocheux, ou des graviers qui servent à l'élaboration des bétons grossiers.

Un matériau granulaire est donc un ensemble de solides discrets qui restent en contact. Cette définition exclut tout ce qui concerne les lits fluidisés, les suspensions et autres milieux peu concentrés.

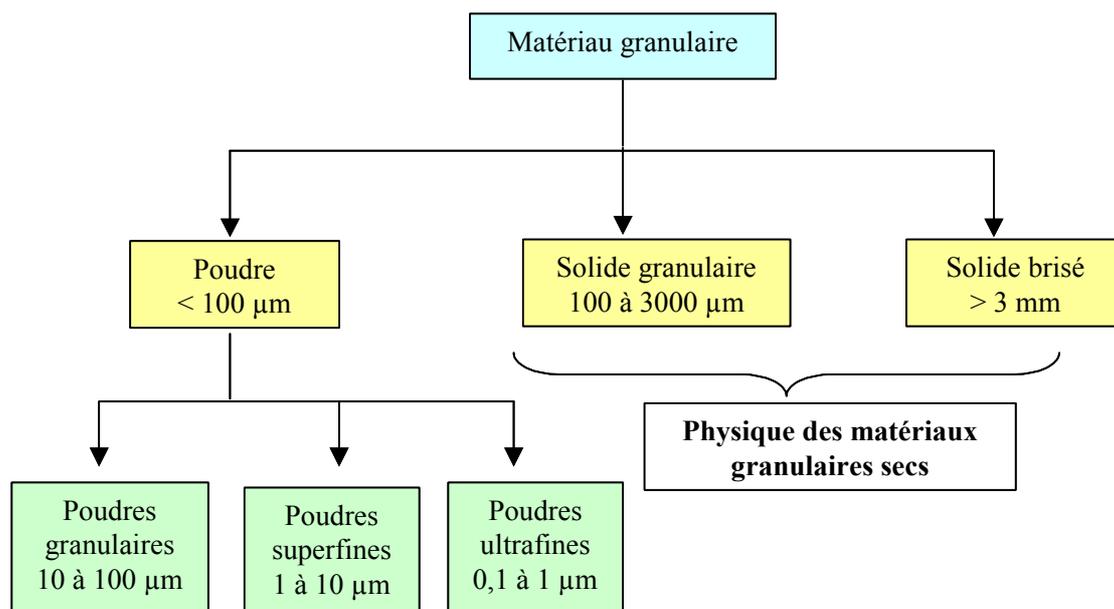


Figure I-2. Classification des matériaux granulaires.

Les milieux granulaires présentent un comportement original, intermédiaire entre celui des trois états de la matière. En effet, une poudre résiste, dans une certaine mesure, à l'écrasement et au mouvement comme les solides, elle peut s'écouler comme les liquides et elle peut être compressée comme les gaz (Fayed et Otten, 1997 ; Tomas, 2004). Par exemple, lorsqu'une poudre est contenue dans un réservoir elle va se comporter comme un liquide ou

comme un solide selon l'inclinaison donnée au réservoir. Cette transition entre le comportement liquide et solide est la propriété la plus remarquable des milieux granulaires. Néanmoins, contrairement aux liquides et aux solides dont les propriétés et le comportement sont bien connus, les milieux granulaires sont un état hybride de la matière dont la description est encore largement phénoménologique.

Après cette brève description de la classification, nous allons voir maintenant plus particulièrement les différentes propriétés physiques permettant de caractériser les matériaux granulaires.

1.1.1.2. Caractéristiques physiques

Nous décrivons dans ce paragraphe les différentes caractéristiques physiques des poudres ainsi que les méthodes permettant de les mesurer et l'interprétation qui peut être faite à partir des valeurs obtenues.

a. Coulabilité

Cette propriété se définit comme étant l'aptitude d'une poudre à s'écouler de manière continue. Carr (1965a), ayant fait le constat qu'il n'était pas possible d'estimer la coulabilité d'une poudre à partir d'un seul type de mesure, a développé une méthode quantitative consistant à évaluer certaines propriétés de la poudre à partir de différents tests. La coulabilité est donc exprimée à l'aide d'un indice estimé à partir des résultats obtenus à ces tests et exprimés sous forme de notes. Cet indice de coulabilité a été utilisé pour caractériser de nombreuses poudres (Carr, 1965b).

Pour déterminer la coulabilité d'une poudre, il est nécessaire d'effectuer des mesures de différentes caractéristiques telles que les masses volumiques apparentes et les angles caractéristiques de la poudre. Nous présentons dans la suite ces différentes propriétés et quelques techniques permettant de les déterminer.

- Compressibilité

La compressibilité désigne l'aptitude d'un matériau à diminuer de volume sous l'effet d'une sollicitation (Carr, 1965a). La compressibilité est déterminée à partir de la perte de volume apparent d'une masse de poudre placée dans une éprouvette soumise à une série de chocs ou à des vibrations. Cette propriété peut être évaluée à l'aide de deux indices : l'indice d'Hausner (Hausner, 1967) et l'indice de compressibilité de Carr (Carr, 1965a).

- L'indice d'Hausner, noté HR, est toujours supérieur à l'unité et s'exprime à l'aide de l'équation suivante :

$$HR = \frac{\rho_{bt}}{\rho_b}, \quad (I-1)$$

où ρ_{bt} est la masse volumique tassée (kg/m^3), qui correspond à la valeur maximale que peut avoir la masse volumique d'un matériau granulaire obtenue en effectuant le rapport entre la masse d'un ensemble de particules et le volume total occupé par cet ensemble tassé, et ρ_b représente la masse volumique en vrac (kg/m^3), appelée parfois non tassée ou aérée, qui est définie par le rapport entre la masse de poudre et le volume total occupé par cette poudre non conditionnée. Cet indice permet de classer les poudres en différentes catégories (tableau I-1).

Tableau I-1. Interprétation de l'indice de compressibilité d'Hausner.

Rapport Hausner	Poudre
$HR \leq 1,25$	Sableuse ou granuleuse
$1,25 < HR < 1,4$	Fusante
$HR \geq 1,4$	Cohésive

- L'indice de Carr (ou facteur de compressibilité), noté IC, est donné par la relation I-2 :

$$IC = \frac{\rho_{bt} - \rho_b}{\rho_{bt}} \times 100, \quad (I-2)$$

où ρ_{bt} et ρ_b sont respectivement les masses volumiques tassée et en vrac de la poudre (kg/m^3).

Cet indice permet de classer, de façon un peu différente, les poudres comme cela est présenté dans le tableau I-2.

Tableau I-2. Interprétation du facteur de compressibilité de Carr.

Indice de Carr (IC) %	Coulabilité	Poudre
5 à 10	Excellente	Granulés, sables, poudre sans particules fines ni fibres
10 à 15	Bonne	
15 à 25	Médiocre	Poudre avec peu de particules fines et densité élevée
25 à 30	Mauvaise	
30 à 40	Très mauvaise	Poudre contenant des particules fines
> 40	Exécrable	Poudre cohésive
		Poudre très cohésive

- Mesures angulaires

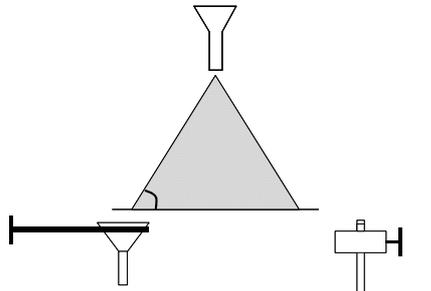
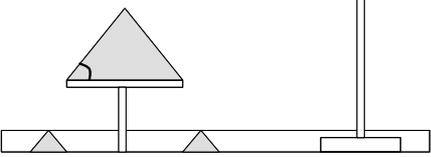
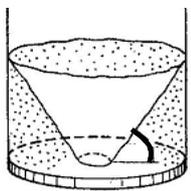
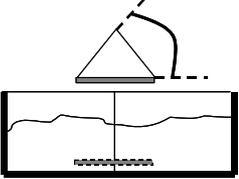
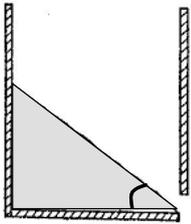
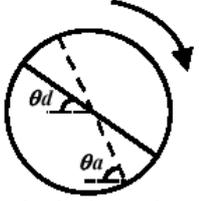
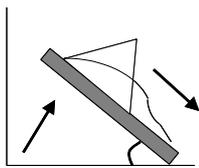
D'autres caractéristiques importantes sont les différents angles que peuvent former les poudres. On trouve, dans la littérature, une multitude d'angles permettant de caractériser les matériaux granulaires (repos, chute, glissement, rebord, avalanche, repos dynamique, éboulement, écoulement, etc.). Ces angles peuvent être regroupés en deux catégories : les angles statiques et les angles dynamiques (Brown et Richards, 1970). Comme la façon de verser la poudre pour former le tas peut changer significativement l'angle de la surface libre du tas, de nombreuses méthodes ont été développées pour le mesurer. Nous présentons dans le tableau I-4 quelques-uns de ces angles caractéristiques et des méthodes permettant de les déterminer.

A partir de ces mesures, il est possible de classer les poudres et d'estimer de manière qualitative leur coulabilité. Ceci permet d'apprécier la façon dont l'écoulement va se produire et d'avoir une idée de la cohésion de la poudre. A titre d'exemple, le tableau I-3 propose une classification en fonction des valeurs de l'angle de repos (d'après Carr, 1976).

Tableau I-3. Coulabilité des poudres en fonction de la valeur de l'angle de repos.

Angle de repos (°)	Coulabilité	Cohésion
25 à 35	Excellente	Faible
35 à 45	Bonne	Légère
> 45	Mauvaise à très mauvaise	Importante à très importante

Tableau I-4. Angles caractéristiques des poudres

Catégorie	Angle	Représentation schématique des méthodes
S T A T I Q U E S	Angle de repos (ou de talus)	
	Angle de chute (angle de repos soumis à 3 chocs)	
	Angle de cratère	
	Angle de spatule	
	Angle de rebord	
D Y N A M I Q U E S	Angle d'avalanche θ_a (avant écoulement)	 <p>Méthode du tambour</p>
	Angle de repos dynamique θ_d (après écoulement)	
	Angle de glissement	

b. Compacité

Un paramètre essentiel caractérisant les milieux granulaires est la compacité, encore appelée fraction volumique de solide, qui nous renseigne sur le « taux de remplissage » d'un volume donné (Guyon *et al.*, 2001) et qui est définie à l'aide de l'équation I-3 :

$$C = \frac{V_{solide}}{V_{total}}, \quad (I-3)$$

où V_{solide} est le volume total des particules et V_{total} est le volume total occupé par l'échantillon de poudre (particules et volume interparticulaire).

La fraction volumique d'un empilement granulaire dépend fortement de sa préparation. Ainsi, suivant le mode de fabrication, il sera possible d'obtenir un empilement lâche (faible compacité) ou dense (forte compacité). Cet empilement pourra alors évoluer d'une configuration vers une autre en fonction des sollicitations extérieures (vibrations, cisaillement, variation de température, etc.) (Philippe, 2002 ; Chen *et al.*, 2006). La valeur maximale de la compacité d'une poudre correspond à un état ordonné dans lequel chaque particule occupe une place telle que le volume interparticulaire soit minimal.

c. Porosité

La porosité est la grandeur complémentaire de la compacité, elle traduit le volume relatif des vides dans un matériau. Elle est définie par la relation I-4 suivante :

$$\varepsilon = 1 - C, \quad (I-4)$$

De la même manière que la compacité, la porosité est fonction du tassement de la poudre et elle est également fonction du nombre de points de contact entre les particules.

d. Fluidisation des poudres

Une autre propriété remarquable d'une poudre est son aptitude à être fluidisée. La fluidisation est le phénomène qui consiste à donner à des solides, plus ou moins finement divisés, les propriétés d'un fluide grâce à leur mise en suspension dans un gaz ou un liquide.

Cette propriété, qui trouve des applications industrielles variées dans de nombreux domaines comme par exemple le traitement des effluents gazeux ou liquide, la chimie, le transport pneumatique, fait l'objet de nombreux ouvrages et travaux tant expérimentaux que théoriques (Geldart, 1972 et 1973 ; Molerus, 1982 ; Batchelor, 1988 et 1993 ; Pell, 1990 ; Zenz, 1997 ; Wang *et al.*, 1998 ; Destoop, 1999 et 2003; Shakourzadeh, 2002 ; Grace *et al.*, 2005)

Au cours de l'opération de fluidisation, l'état de la suspension va changer en fonction de la vitesse du courant gazeux. En effet, si les particules sont placées sur une plaque du type tôle perforée ou plaque poreuse, en formant ainsi une couche régulière, et si un courant gazeux ascendant passe au travers de la plaque, on peut observer toute une série de phénomènes, allant de la non fluidisation à l'entraînement des particules, suivant la vitesse du courant gazeux.

Compte tenu des caractéristiques physiques des particules, l'opération de fluidisation n'est pas réalisable avec toutes les poudres. Pour des particules de très petite taille, pour lesquelles les forces de contact entre grains sont très importantes par rapport aux forces extérieures, il peut y avoir apparition d'un phénomène de « renardage » (circulation du gaz par de petits geysers) et il sera pratiquement impossible d'atteindre l'état fluidisé. Il en est de même pour les très grosses particules qui offrent, du fait des espaces interstitiels importants, des chemins préférentiels au courant gazeux.

Ainsi, un classement des poudres en 4 catégories, figure I-3 et tableau I-5, par rapport à leur comportement vis-à-vis de la fluidisation a été proposé par Geldart (1973).

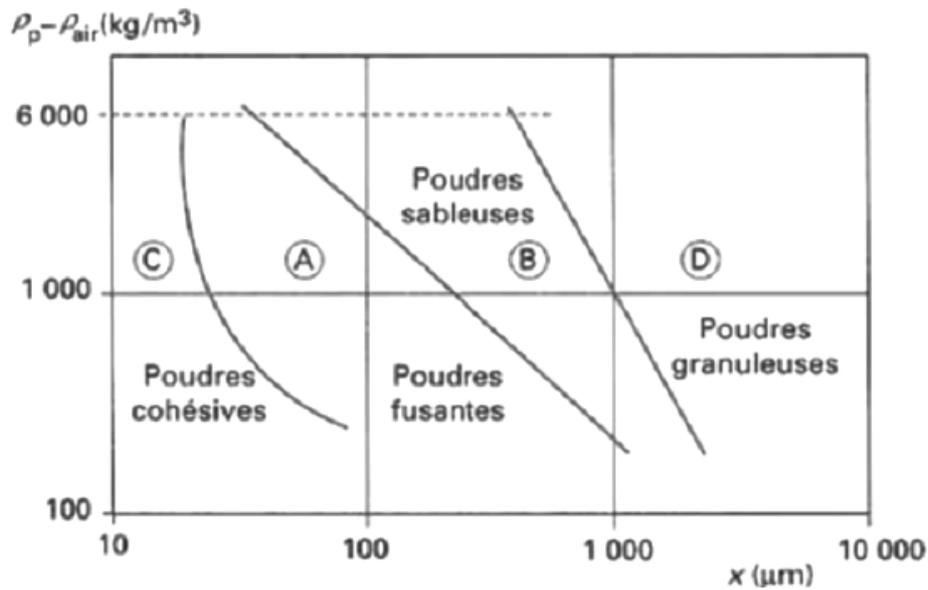


Figure I-3. Classification des poudres suivant leur aptitude à la fluidisation (Castel, 1995).

Tableau I-5. Caractéristiques de la fluidisation des différentes catégories de poudres de la classification de Geldart.

Catégorie	Type de poudres	Fluidisation	Caractéristiques
A	Fusantes	Aisée	Fluidisation particulaire, forte expansion du lit, bullage (vitesse du fluide > vitesse minimale de fluidisation)
B	Sableuses	Aisée	Fluidisation agrégative, faible expansion du lit (vitesse du fluide < vitesse minimale de fluidisation)
C	Cohésives	Difficile	Difficiles à fluidiser, besoin d'agitation ou de vibration, renardage
D	Granuleuses	Instable	Vitesse de fluidisation élevée, fluidisation turbulente, explosion de bulles en surface

Les caractéristiques physiques d'une poudre dépendent de paramètres tels que la taille, la forme et la masse volumique des particules (Hausner, 1967 ; Carr, 1965a et 1976) mais également de l'arrangement de celles-ci les unes par rapport aux autres.

Après avoir vu les propriétés physiques des poudres et matériaux granulaires, nous allons dans la suite présenter les caractéristiques géométriques de ceux-ci.

1.1.1.3. Caractéristiques géométriques

Comme nous l'avons vu, l'empilement d'un milieu granulaire va avoir des répercussions sur ses propriétés, notamment sur sa compacité et les valeurs des masses volumiques apparentes. Il existe différents types d'empilements, selon la forme et la taille des particules, que nous présentons ci-après.

- Empilements de sphères monodispersées

Les expériences réalisées avec des billes quasi-monodispersées ont montré une certaine propension de celles-ci à se réorganiser pour former des empilements de types cristallins, en particulier lorsqu'elles sont soumises à des vibrations (Miyajima *et al.*, 2001). Si les empilements de sphères de même diamètre constituent les modèles les plus simples de milieux granulaires, l'analyse de leur structure suscite les travaux les plus variés, portant essentiellement sur les arrangements locaux, plus ou moins réguliers, que forment entre eux les grains élémentaires. Dans le cas de sphères de même taille, deux catégories d'empilements peuvent être rencontrées :

- Les empilements cristallins

Ces configurations sont très ordonnées et retrouvées dans la nature dans certains solides cristallins (Guyon et Troadec, 1994). Il existe plusieurs façons d'empiler des billes de même diamètre et si l'on cherche à construire l'arrangement le plus compact possible, deux configurations d'empilement sont accessibles, conduisant à un réseau cubique faces centrées ou à un réseau hexagonal compact. Un calcul élémentaire permet de déterminer la compacité de tels empilements et l'on trouve pour chacun d'entre eux $C = 74 \%$, qui est la valeur maximale que l'on puisse obtenir avec des billes de même diamètre (Guyon *et al.*, 2001).

- Les empilements aléatoires

En général, les billes sont empilées de façon aléatoire et la compacité qui en résulte est nettement inférieure à 74 %. D'une manière générale, il est établi qu'un empilement aléatoire statique a une compacité d'environ 64 %. Cette valeur, appelée « Random Close Packing », correspond à l'empilement le plus dense que l'on puisse obtenir en conservant une structure

aléatoire (Berryman, 1983 ; Guyon et Troadec, 1994 ; Guyon *et al.*, 2001). Lorsque le matériau granulaire est soumis à des sollicitations extérieures (vibrations, variation de température, etc.) celui-ci aura alors tendance à se compacter en se réorganisant légèrement (Philippe, 2002 ; Chen *et al.*, 2006). De la même manière, on appelle « Random Loose Packing » la plus petite valeur de compacité qu'un empilement de grains puisse atteindre en restant mécaniquement stable ($C \approx 55\%$). Cette borne inférieure est beaucoup plus difficile à évaluer car elle est très dépendante des forces extérieures (gravité, frottements). Elle suscite encore à l'heure actuelle un vif intérêt et donne lieu à de nombreuses recherches tant expérimentales que numériques (Ben Aïm et Le Goff, 1968/69; Tory et Jodrey, 1983 ; Bargiel et Tory, 2001 ; Wu *et al.*, 2003).

- Empilements de sphères faiblement polydispersées

Une faible polydispersion empêche l'apparition locale de réarrangements cristallins. D'une manière générale, des empilements de grains de tailles diverses peuvent conduire à des compacités supérieures au « Random Close Packing » : les petits grains pouvant combler les espaces situés entre les gros grains. Les milieux granulaires constitués de deux types de billes différents ont été beaucoup étudiés théoriquement et expérimentalement (Brown et Richards, 1970). Ainsi, en fonction de la proportion de gros grains (ou de petits grains) dans le mélange, toute une gamme de compacités est accessible, pouvant atteindre des fractions volumiques de 85 % pour les rapports de taille les plus importants (Brown et Richards, 1970 ; Guyon et Troadec, 1994).

- Empilement de particules irrégulières

La connaissance de la forme des particules est primordiale en rhéologie des poudres. En effet, des particules aux formes anguleuses peuvent s'imbriquer étroitement les unes dans les autres et former une structure stable, difficile à rompre sous le simple effet de la gravité. Les arrangements de particules irrégulières font l'objet d'études expérimentales et numériques (Nolan et Kavanagh, 1995 ; Zou et Yu, 1996 ; Miyajima *et al.*, 2001).

Nous venons de voir que pour bien caractériser un matériau granulaire, il est nécessaire de bien connaître ses caractéristiques physiques et géométriques qui vont dépendre

des particules qui le constituent ainsi que des phénomènes d'interaction agissant entre ces particules.

1.1.2. Interactions dans les milieux granulaires

L'étude des milieux granulaires peut être réalisée à différentes échelles : micro-, méso- ou macroscopique, dépendantes du phénomène d'intérêt. L'échelle microscopique se contente de l'étude des phénomènes de contact entre les particules, et les échelles méso- et macroscopique des phénomènes respectivement d'une fraction du milieu ou de l'ensemble. Généralement, les propriétés mesurables du milieu granulaire sont du type collectif, c'est-à-dire l'échelle macroscopique, et leurs résultats sont exprimés par une moyenne calculée par particule ou par unité de masse, surface ou volume du milieu (Guyon et Troadec, 1994).

Un milieu granulaire est un ensemble de particules qui sont toujours soumises à l'action de la gravité, mais il existe aussi des interactions entre elles qui ne sont pas négligeables. Grâce à ces interactions, des particules empilées les unes sur les autres peuvent transférer des contraintes entre elles. Si ces interactions ne sont plus suffisantes pour maintenir les particules du tas à l'équilibre, celui-ci s'effondre.

1.1.2.1. Cohésion

La cohésion dans les milieux granulaires a de multiples origines possibles, aussi bien de type physique que chimique. Les mécanismes de cohésion sont pour la plupart des phénomènes locaux qui permettent de lier des grains entre eux, contribuant ainsi à la tenue mécanique du milieu granulaire dans son ensemble.

Une poudre cohésive est définie comme une poudre qui ne s'écoule pas librement. En réalité, ce type de poudre cohésive présente des interactions interparticulaires plus importantes que le simple effet de la force de la gravité sur ces particules. Ainsi, si le poids des particules est insuffisant pour vaincre cette cohésion et rompre les interactions entre les

particules, l'écoulement n'a pas lieu. Nous décrivons dans la suite brièvement les principales forces de cohésion.

1.1.2.2. Forces interparticulaires

Les différents mécanismes cohésifs n'interviennent pas de la même façon selon la nature du matériau granulaire et les conditions environnementales que l'on considère. Les mécanismes de cohésion par liaisons chimiques et les liaisons par ponts solides ne seront pas abordés ici.

- Forces de Van der Waals

Les forces de Van der Waals ont été étudiées par Hamaker (1937). Ces forces dépendent de la nature des matériaux en contact, prise en compte dans la constante de Hamaker, et de la distance d'interaction. L'évaluation de la constante de Hamaker nécessite de nombreuses données physiques sur les matériaux. Contrairement à d'autres types d'interactions, les forces de Van der Waals existent quels que soient les corps que l'on considère (Krupp, 1967; Visser, 1972 et 1989 ; Zimon, 1982 ; Israelachvili, 1992).

L'expression « forces de Van der Waals » est un terme collectif qui regroupe différents phénomènes d'interactions pouvant survenir entre des molécules ou des particules. L'interaction totale de Van der Waals résulte de la combinaison de trois types d'interactions :

- les forces dipolaires correspondant au terme de Keesom,
- les forces de polarisation traduites par le terme de Debye,
- les forces de dispersion exprimées par le terme de London.

Le terme de London est le terme prépondérant dans l'interaction totale. De plus, contrairement aux autres termes, il ne dépend pas des propriétés des molécules : c'est pour cette raison que les forces de Van der Waals sont présentes quelle que soit la nature des surfaces en interaction. Ces forces intermoléculaires dépendent de la distance de séparation z des molécules et sont inversement proportionnelles à z^7 . Cependant, la distance de séparation

reste limitée à la rugosité des particules qui est généralement de l'ordre de 0,4 nm (Visser, 1972 et 1989). Lorsque ces actions intermoléculaires sont intégrées entre des corps macroscopiques, comme par exemple des particules sphériques, la force résultante est moins sensible à la distance de séparation, elle est inversement proportionnelle à z^2 dans le cas d'interaction sphère-sphère (Seville *et al.*, 2000 ; Fayed et Otten, 1997). Ainsi, dans le cas de deux sphères de tailles différentes, d_{p1} et d_{p2} , distantes de z (m), cette force, notée F_{vdw} , s'exprime par l'équation I-5 :

$$F_{vdw} = \frac{A}{12z^2} \times \left(\frac{d_{p1} \cdot d_{p2}}{d_{p1} + d_{p2}} \right), \quad (I-5)$$

où A est la constante de Hamaker (J) qui dépend du matériau et du milieu environnant (Hamaker, 1937).

- Force de capillarité

La présence de ponts liquides au sein de milieux granulaires génère des forces de cohésion entre les grains. Ces forces dépendent de la quantité de liquide présente dans le milieu et de ses propriétés. Ces forces sont fonction de la taille des particules (d_p) et de la tension superficielle du film liquide (γ). Dans le cas de deux sphères de même diamètre (figure I-4), la force capillaire, F_{cap} , est donnée par l'équation I-6 (Seville *et al.*, 2000) :

$$F_{cap} = 2\pi r_2 \gamma + \pi r_2^2 \Delta P, \quad (I-6)$$

où ΔP représente la différence de pression de part et d'autre du ménisque et est donnée par la relation suivante (Seville *et al.*, 2000) :

$$\Delta P = \gamma \left[\frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right], \quad (I-7)$$

où γ est la tension superficielle liquide-air ($N \cdot m^{-1}$), r_1 est le rayon de courbure externe du pont liquide (m) et r_2 son rayon de courbure interne (m).

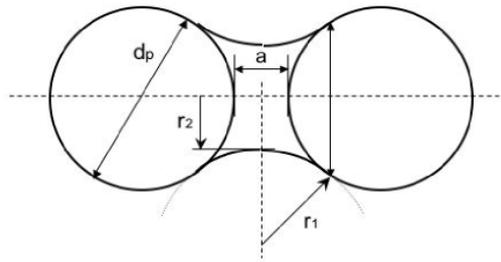


Figure I-4. Pont liquide entre deux sphères (Seville et al., 2000).

Pour un liquide complètement mouillant, la valeur maximale de la force capillaire est observée pour des particules sphériques lisses, lorsque ces particules sont en contact direct. Dans ce cas, elle s'exprime par la relation I-8 (Seville et al., 2000) :

$$F_{cap} = \pi\gamma d_p. \quad (I-8)$$

Les conditions favorisant l'effet de capillarité sont (Hinds, 1999) :

- une humidité relative supérieure à 60-70%,
- des surfaces hydrophiles,
- des particules hygroscopiques.

Lorsque l'une de ces conditions est présente, les forces de capillarité peuvent augmenter de façon importante et devenir supérieures aux forces de Van der Waals.

- Force électrostatique

Les particules peuvent avoir des interactions électrostatiques. Dans ce cas, les particules accumulent des charges électriques conduisant à des interactions attractives ou répulsives. La force d'attraction électrostatique pour deux sphères de même diamètre, de charge électrique q_1 et q_2 , et séparées d'une distance z , est donnée par l'équation I-9 (Hinds, 1999) :

$$F_e = \frac{q_1 \cdot q_2}{4\pi\epsilon_0 z^2}, \quad (I-9)$$

où ϵ_0 est la permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$).

Les forces électrostatiques peuvent être soit répulsives soit attractives, et contribuer dans ce dernier cas à la cohésion entre les particules. Cependant, cette action est inversement proportionnelle au carré de la distance entre les grains, et son action devient vite négligeable lorsque la distance interparticulaire augmente. De plus, excepté dans le cas de milieux particuliers, la matière contient en général autant de charges positives que de charges négatives et donc, au-delà de l'échelle des inhomogénéités, leurs influences se compensent.

- Force de pesanteur

Cette force est proportionnelle au cube du diamètre de la particule d_p et s'exprime selon l'équation I-10 :

$$F_G = \frac{\pi \rho_p g}{6} d_p^3, \quad (I-10)$$

où ρ_p représente la masse volumique de la particule (kg/m^3) et g l'accélération de la pesanteur (m/s^2).

- Importance relative des différentes forces

La figure I-5 présente l'évolution comparée de la force de Van der Waals, de la force capillaire, de la force électrostatique et de la force de pesanteur en fonction de la taille des grains (Seville *et al.*, 2000). Sur cette figure, nous pouvons voir que plus la taille des grains est faible, plus les forces de capillarité et de Van der Waals sont prédominantes par rapport à la force électrostatique et au poids. De plus, cette étude comparative montre que, quelle que soit la taille des particules, la force capillaire a une action d'intensité plus importante que les autres forces et en particulier la force de Van der Waals.

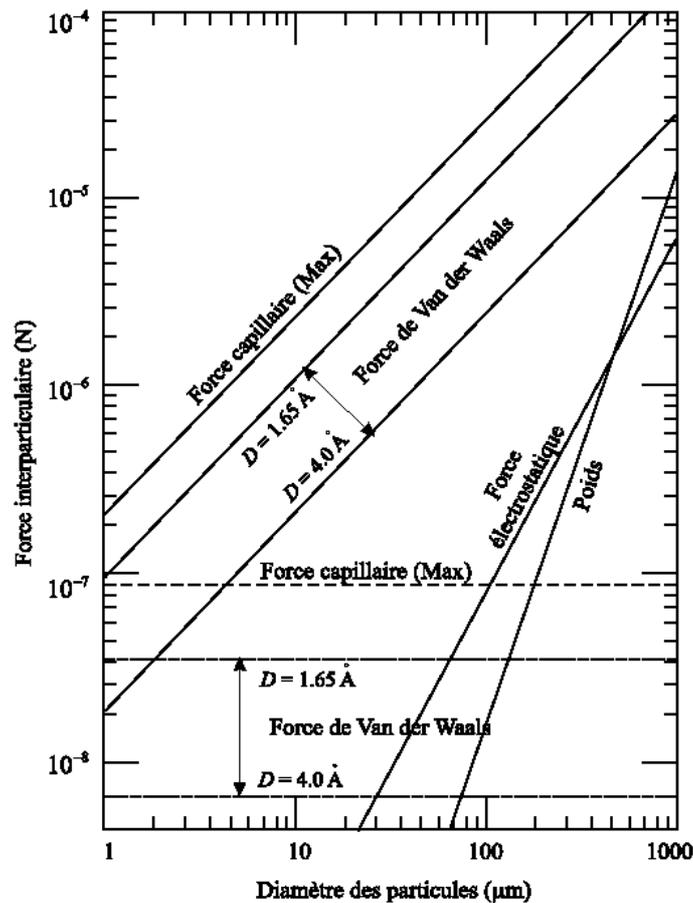


Figure I-5. Comparaison des intensités de différentes forces interparticulaires pour des contacts ponctuels, dans l'air (d'après Seville et al., 2000).

Légende : en traits pleins, pour des grains de même taille, en pointillés, pour une aspérité de taille caractéristique 0,1 µm en contact avec un plan. La force de Van der Waals est déterminée pour une constante de Hamaker $A = 6,5 \times 10^{-20}$ J (cas du quartz) et des distances entre particules variant entre 1,65 et 4,0 angströms. La force de capillarité est estimée à sa valeur maximale, lorsque les grains sont en contact ($\gamma = 73 \cdot 10^{-3}$ N.m⁻¹, cas de l'eau). La force électrostatique est considérée à son intensité maximale (charge de signe opposé), pour une charge surfacique de 10 µC.m⁻². Le poids est évalué pour une masse volumique de 3×10^3 kg.m⁻³.

Après avoir décrit les différents types d'interactions interparticulaires, nous allons voir dans la suite la façon dont les forces sont transmises au sein d'un matériau granulaire.

1.1.2.3. Distribution des contraintes

Nous allons aborder ici la notion de chaîne de force, puis nous verrons ensuite brièvement les modèles de transmission des forces dans un empilement granulaire.

a. Chaînes de force

La nature même du milieu granulaire contraint les forces à se propager par des contacts discrets plutôt qu'à diffuser comme dans le cas d'un milieu homogène. La distribution des forces au sein d'un matériau granulaire est très hétérogène. Si certains grains sont soumis à de fortes contraintes, d'autres, voisins, sont peu sollicités, voire même libres de se mouvoir. Ces inhomogénéités ont pu être mises en évidence expérimentalement à l'aide de matériaux biréfringents (figure I-6).

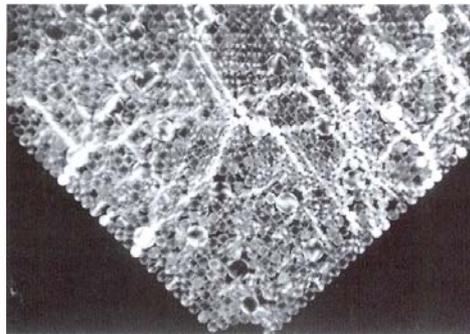


Figure I-6. Image photo élastique d'un empilement de cylindres. Les grains les plus contraints apparaissent en clair (Bideau et Ammi, 2003).

La figure I-6 montre que la répartition des contraintes est très hétérogène : les forces se propagent suivant des chemins particuliers appelés chaînes de force. Les grains situés hors des chaînes de force les plus intenses sont peu sollicités : le poids de l'empilement est redirigé suivant ces chaînes de force. Ce réseau de forces est extrêmement sensible au moindre réarrangement ou à la moindre déformation, même microscopique, de l'empilement (Bonamy *et al.*, 2000). Ces chaînes de forces sont aussi désignées par les termes de voûtes ou d'arches en référence au monde architectural.

b. Modèles de transmission des forces

De nombreux modèles visant à prédire la « redirection » des forces dans les empilements granulaires statiques ont été développés. En particulier, le modèle développé par H. A. Janssen en 1895, donne une explication intuitive du phénomène d'écrantage du poids et de la formation de voûtes observées à la sortie des silos. Ce modèle est basé sur l'observation

expérimentale qu'un milieu granulaire dans un silo a tendance à rediriger les contraintes verticales vers les parois. Ainsi, lorsqu'un silo est rempli avec une masse de grains, la masse effectivement pesée sur le fond de celui-ci ne représente qu'une fraction de la masse totale versée. Pour l'établissement de ce modèle, les hypothèses suivantes sont faites (Evesque et de Gennes, 1998 ; Duran, 2000):

- Les contraintes radiales sont proportionnelles aux contraintes verticales.
- Les contraintes sont totalement indépendantes de la position radiale à l'intérieur du silo ; elles sont uniformes dans la section.
- Aux parois, le milieu granulaire se situe en tout point au seuil de glissement. En d'autres termes, la friction doit être totalement mobilisée sur les parois du tube.

Ce modèle permet de comprendre les propriétés de vidange d'un sablier. En effet, la pression au niveau de l'orifice est indépendante de la hauteur de grains dans la chambre supérieure. On trouve alors que la vitesse de vidange ne dépend que du diamètre au col. Le modèle de Janssen a donné lieu à de nombreux travaux. Récemment, sa validité a été vérifiée expérimentalement dans le cas d'un empilement granulaire en écoulement très lent dans un tube vertical (Vanel et Clément, 1999 ; Vanel *et al.*, 1999 et 2000 ; Ovarlez, 2003).

Néanmoins, ce modèle ne permet pas de rendre compte de tous les comportements observés dans les empilements de grains. En effet, des travaux ont montré qu'il se révèle incapable de décrire le cas où la surface supérieure de la colonne de grains n'est plus libre mais soumise à une contrainte verticale. Par ailleurs, il ne permet pas non plus d'expliquer le phénomène dénommé « trou du tas » qui est observé lorsque l'on verse un matériau sur une surface pour former un tas (Claudin, 1999). D'autres modèles ont alors été proposés pour résoudre ces difficultés : le modèle OSL qui postule une relation de proportionnalité entre les contraintes dans le milieu granulaire, pouvant être vu comme une prise en compte locale de l'existence de voûtes ; le modèle élastique qui, à l'instar de la mécanique traditionnelle, suppose une relation entre les contraintes et les déformations dans le matériau granulaire. Le lecteur pourra se référer aux publications auxquelles ont donné lieu ces modèles (Claudin *et al.*, 1998 ; Claudin, 1999). Aucune description de l'état des contraintes dans un milieu granulaire n'est à ce jour parfaitement satisfaisante : en effet, il n'existe pas encore de modèle permettant de décrire l'ensemble des phénomènes observés dans les empilements de grains statiques.

Nous venons de présenter les différentes interactions permettant de maintenir les particules entre elles, c'est-à-dire à l'échelle microscopique, et la façon dont les forces vont pouvoir être transmises à l'intérieur d'un milieu granulaire.

1.1.3. Dynamique des milieux granulaires

Dans cette partie, nous nous intéressons plus particulièrement à décrire les propriétés des poudres lorsque celles-ci sont en écoulement.

1.1.3.1. Principe de dilatance de Reynolds

En plus de sa faculté à développer un réseau hétérogène de contraintes lors d'une sollicitation mécanique, une autre propriété fondamentale du milieu granulaire est sa dilatation avant sa mise en mouvement. Cette propriété, appelée dilatance, est à l'origine de comportements spécifiques de la matière en grain (Brown et Richards, 1970). C'est en 1885 que Reynolds observa qu'un milieu granulaire compact doit passer par une dilatation préalable avant de se mettre en mouvement (figure I-7). En effet, dans un empilement compact, le mouvement des particules est limité par les exclusions géométriques dues à leurs voisines. Sous l'effet d'un cisaillement, le système passe par un état de compacité « critique » où il peut alors se mouvoir sans avoir à se dilater davantage. Cette propriété est importante pour comprendre les écoulements des matériaux granulaires en particulier lorsque ceux-ci sont confinés (Guyon et Trodec, 1994 ; Duran, 2000).

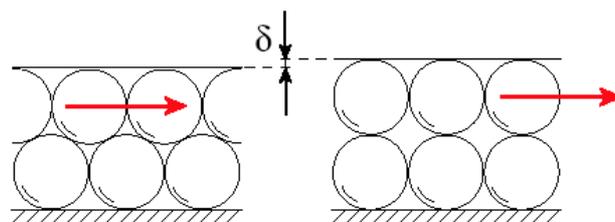


Figure I-7. Illustration de la dilatance de Reynolds.

1.1.3.2. Frottement granulaire

Coulomb a étudié les phénomènes de mécanique du sol et de friction solide. Il a également observé que la terre et le sable ne se remblayaient pas en talus avec la même pente. Il en a donc conclu que la forme du tas dépend de la propriété de frottement entre grains (Brown et Richards, 1970). En étudiant plus en détail la formation d'un tas, il est possible de remarquer qu'il existe deux pentes critiques. En ajoutant des grains sur un tas stable de poudre, ils s'accumulent pendant un certain temps. Une fois que la pente devient plus importante qu'un angle maximal, les grains se mettent en mouvement et la dévalent jusqu'à ce que celle-ci atteigne un angle minimal pour lequel l'écoulement se fige. La construction du tas se fait par une suite de tels événements, qui font osciller la pente entre ces deux angles (Claudin, 1999 ; Duran, 2000 et 2003 ; de Ryck *et al.*, 2005). L'analogie de Coulomb de la friction solide permet de relier cet angle maximal à un frottement solide entre grains. Pour cela, il suffit de dire que les grains de la surface du tas se mettent en mouvement lorsque la force de friction statique n'est plus suffisante pour les maintenir en place : la couche supérieure est équivalente à un patin disposé sur un plan incliné (Duran, 2000). Ainsi, la géométrie des surfaces en contact peut créer des blocages à cause de reliefs macroscopiques et donc une résistance au déplacement dans une direction. Cette résistance au déplacement due à la géométrie des particules ou à des irrégularités de surface contribue à la cohésion globale en limitant le mouvement des particules en contact les unes par rapport aux autres.

1.1.3.3. Ecoulements

Les milieux granulaires en écoulement sont fortement dissipatifs, et lorsque l'apport d'énergie cesse, le milieu retourne rapidement au repos. Il faut donc pour entretenir le mouvement un apport constant d'énergie. La dissipation se fait entre les grains par frottement et par collision et également avec les parois du volume de confinement. Plusieurs régimes dynamiques peuvent être définis suivant les modes de dissipation de l'énergie. Ces régimes dépendent de la densité de la poudre et de l'importance du cisaillement (Guyon et Troadec, 1994 ; Fayed et Otten, 1997 ; Bideau et Ammi, 2001 et 2003 ; GdR MiDi, 2004).

Le premier régime est dit frictionnel et apparaît lorsque l'empilement est dense et le cisaillement faible. La déformation de l'empilement est alors peu importante et les contacts sont nombreux et en grande partie persistants. Les forces se transmettent par un réseau, comme dans le cas statique, mais qui évolue au cours du temps. La dissipation d'énergie se fait alors par frottement. Ce régime est caractéristique des milieux denses qui s'écoulent lentement. Il est également appelé quasi-statique.

Un régime cinétique, appelé inertiel par Bagnold (1954), existe lorsque le milieu est dilué et fortement cisailé. Dans ce régime, les collisions sont dominantes et responsables de la dissipation d'énergie. La durée du contact au cours du choc est très courte devant le temps de vol entre deux collisions et les échanges d'énergie s'effectuent par transfert d'impulsion au cours des chocs. Le milieu est très agité et les fluctuations de vitesses sont très fortes. Ces deux caractéristiques se retrouvent dans le comportement d'un gaz, c'est pourquoi on s'inspire de la théorie cinétique des gaz pour décrire ce régime.

Entre ces cas extrêmes, il existe des situations intermédiaires d'écoulements de densité et de cisaillement assez forts. Dans ces régimes de transition coexistent généralement des zones diluées et des zones compactes.

La figure I-8 représente les différents types d'écoulement dans une conduite verticale de façon schématique.

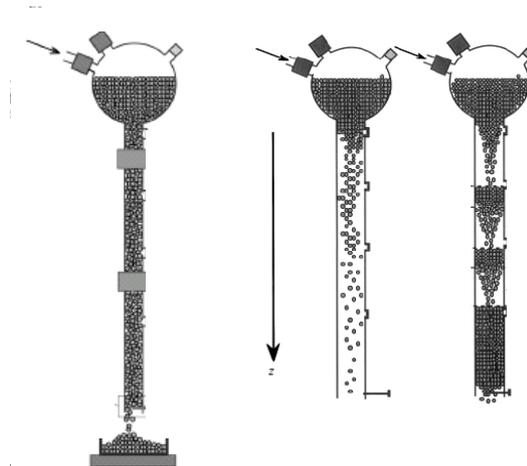


Figure I-8. Régimes d'écoulement de billes en conduite verticale (d'après Bertho et al., 2002 et 2003).
De gauche à droite : régime frictionnel, cinétique et d'onde de densité.

Afin de rendre compte des observations faites dans le cas des écoulements se produisant lors du déstockage des matériaux à partir de récipient tels que les silos (à travers des orifices), deux modes d'écoulements lors de la décharge à travers des trémies ont été définis :

- Écoulement en masse

Il s'agit d'une mise en mouvement de l'ensemble des particules du matériau granulaire en tout point du silo. Ainsi, toute la masse granulaire se met simultanément en mouvement (figure I-9-gauche). La surface libre descend régulièrement et ne change pas de forme jusqu'à la jonction cylindre/trémie (Bideau et Ammi, 2001 et 2003 ; Fayed et Otten, 1997 ; Guyon et Troadec, 1994).

- Écoulement en noyau

Dans ce mode d'écoulement, seule la partie centrale s'écoule. Les couches supérieures de poudre glissent à travers une colonne centrale jusqu'à l'orifice de sortie. Il s'établit un déplacement relatif des particules avec des zones en mouvement et des zones stationnaires (figure I-9-droite). Si la zone stagnante n'atteint pas la surface libre, on parle alors d'écoulement semi-masse ou mixte.

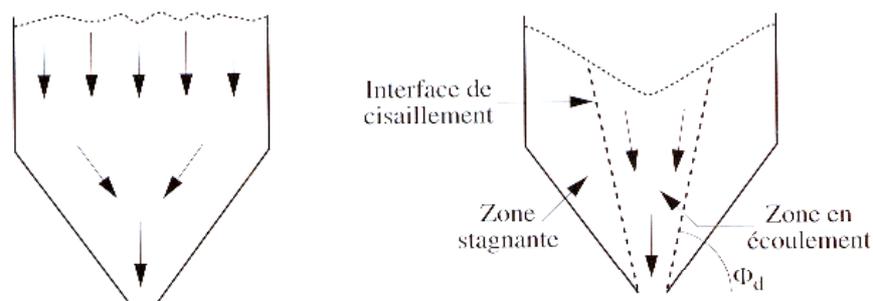


Figure I-9. Profil de l'écoulement en masse (à gauche) et en cheminée (à droite) (Bideau et Ammi, 2001 et 2003).

Le fait que l'on ait l'un ou l'autre mode d'écoulement dépend de la géométrie du récipient. Un matériau granulaire contenu dans un récipient à fond plat dont l'ouverture est petite aura tendance à s'écouler en noyau tandis qu'une trémie haute et terminée par un convergent donnera un écoulement en masse.

L'écoulement dépend aussi de la nature de la poudre stockée. La description des propriétés des poudres en écoulement ainsi que les conditions conduisant à ces différents types d'écoulement en fonction des propriétés des poudres sont décrites dans divers travaux menés sur les écoulements gravitaires lors des décharges de silos (Jenike, 1964 ; Jenike et Johanson, 1969; Jenike *et al.*, 1973a, 1973b, 1973c).

Le comportement idéal, du point de vue de l'écoulement, est représenté par des particules sphériques à surface lisse car il y a, dans ce cas, réduction maximale de la surface de contact.

Au cours de cette partie, nous avons exposé les diverses propriétés des matériaux granulaires tant au niveau macroscopique que microscopique. Nous avons vu que pour bien caractériser un matériau granulaire, il est nécessaire de bien connaître ses caractéristiques physiques et géométriques qui vont dépendre des particules qui le constituent ainsi que des phénomènes d'interaction agissant entre ces particules. Par ailleurs, ces diverses caractéristiques vont avoir des répercussions au niveau de la statique des empilements, mais aussi sur la dynamique des matériaux.

Ainsi, la description d'un matériau granulaire nécessite la détermination de diverses propriétés collectives telles que la cohésion, les masses volumiques apparentes, les mesures angulaires, les débits massiques ; mais aussi celles des particules constitutives comme la taille, la forme, la surface, etc. De plus, nous avons vu qu'à partir de certaines de ces propriétés il était possible de déterminer différents indices permettant de classer et de comparer les matériaux entre eux.

Les diverses propriétés des poudres que nous venons de présenter peuvent être déterminées par l'intermédiaire de plusieurs techniques mises en œuvre dans divers dispositifs que nous présenterons plus en détail au cours du paragraphe II-2 (Abdullah et Geldart 1999; Schulze, 1996a et 1996b ; Schwedes, 1996, 2000 et 2004).

1.2. Aérosols

Une fois mises en suspension, les particules se retrouvent sous la forme d'un aérosol. Différents mécanismes peuvent avoir une action sur ces particules et contribuer ainsi à l'évolution de l'aérosol qu'elles composent. L'action de ces mécanismes va être dépendante des propriétés physiques, d'une part, des particules elles-mêmes, et d'autre part, du fluide dans lequel elles évoluent. Cette partie est l'occasion de rappeler brièvement les notions de physique des aérosols nécessaires pour la compréhension des mécanismes d'évolution des particules issues de la mise en suspension. Ces connaissances ne sont pas exhaustives et des informations plus complètes et plus spécifiques pourront être trouvées dans les ouvrages de référence sur la physique des aérosols tels que Fuchs, 1964 ; Davies, 1966 ; Bricard, 1977 ; Vincent, 1989 ; Allen, 1990 ; Williams et Loyalka, 1991 ; Pruppacher et Klett, 1997 ; Renoux et Boulaud, 1998, 2003a et 2003b ; Hinds, 1999 ; Friedlander, 2000 ; Baron et Willeke, 2001 ; Ruzer et Harley, 2004 ; Crowe, 2005, etc.

1.2.1. Généralités

D'une façon générale, un aérosol est défini comme étant une suspension de particules solides ou liquides dans un gaz et ayant une vitesse de chute négligeable. Cette considération sur la vitesse limite de chute conduit à limiter le domaine de dimension des particules à des tailles inférieures à 100 μm pour le cas de l'air, dans des conditions normales de température et de pression (Renoux et Boulaud, 1998).

1.2.1.1. Mode de formation

Les aérosols sont formés, soit à partir de la transformation de gaz en particules notamment lors de réactions chimiques en phase gazeuse homogène, soit par la fragmentation de liquides ou de solides. Ils peuvent également résulter de la mise en suspension à partir de matériaux pulvérulents tels que les poudres. La formation à partir de la phase gazeuse tend à

produire des particules beaucoup plus fines que les processus de fragmentation. En effet, les particules formées à partir de la conversion gaz-particules sont submicroniques alors que celles produites à partir de la fragmentation de liquides et de solides ont des tailles supérieures au micron (Friedlander, 2000). De ce fait, les dimensions des aérosols s'étendent sur 5 à 6 ordres de grandeur.

1.2.1.2. Caractéristiques physiques

Nous décrivons dans cette partie les diamètres et paramètres généralement utilisés en physique et métrologie des aérosols (Allen, 1990 ; Hinds, 1999 ; Baron et Willeke, 2001).

Une notion importante en physique des aérosols est celle de diamètre équivalent. Il s'agit du diamètre de la sphère dont une propriété physique spécifique a la même valeur que celle de la particule considérée. Le choix du diamètre équivalent dépend généralement de la gamme de taille des particules étudiées, du mécanisme étudié (diffusion, impaction, sédimentation, etc.) et de la technique de mesure choisie pour le déterminer (microscopie, granulomètre optique, impacteur, etc.). Plusieurs diamètres équivalents peuvent être définis (Allen, 1990 ; Hinds, 1999 ; Baron et Willeke, 2001) parmi lesquels ceux utilisés dans la suite sont :

- Diamètre équivalent en masse (d_{em}):

Ce diamètre équivalent est défini comme étant le diamètre de la sphère de même masse (m_p) que la particule considérée et dont la masse volumique est celle du matériau composant la particule (ρ_m). Nous avons alors (Allen, 1990) :

$$d_{em} = \left(\frac{6m_p}{\pi\rho_m} \right)^{1/3} = \left(\frac{6}{\pi} V_m \right)^{1/3} \quad (I-11)$$

où V_m est le volume de matière constituant la particule défini comme étant le volume occupé par la totalité du matériau composant la particule (m^3).

- Diamètre équivalent en volume (d_{ev}):

Ce diamètre est très proche du diamètre équivalent en masse à la différence qu'il intègre les vides internes de la particule. Le diamètre équivalent en volume d'une particule représente le diamètre d'une particule sphérique ayant le même volume (V_p) que la particule considérée. Par définition, nous avons :

$$d_{ev} = \left(\frac{6}{\pi} V_p \right)^{1/3} = \left(\frac{6m_p}{\pi\rho_p} \right)^{1/3} \quad (I-12)$$

où ρ_p est la masse volumique des particules calculée en tenant compte des vides internes (kg/m^3), m_p est la masse de la particule (kg) et V_p est le volume de la particule qui correspond au volume occupé à la fois par le matériau (V_m) et par les vides internes de la particule (V_{vides}) (m^3).

Dans le cas de particules non poreuses, le diamètre équivalent en volume (d_{ev}) et le diamètre équivalent en masse (d_{em}) sont égaux.

- Diamètre aérodynamique (d_{ae}):

Le diamètre aérodynamique correspond au diamètre d'une particule sphérique ayant la même vitesse de sédimentation que la particule considérée et une masse volumique $\rho_0 = 1\,000 \text{ kg/m}^3$. Ce diamètre équivalent est celui qui est utilisé pour rendre compte du comportement aérodynamique des particules.

- Facteur de forme dynamique

Les aérosols naturels, tels que les débris de roches, les aérosols marins ou les poussières volcaniques, pouvant avoir des formes plus ou moins irrégulières, il a été défini un facteur permettant de prendre en compte les écarts à la sphéricité et à la porosité. Le facteur de forme dynamique, χ , est défini comme étant le rapport entre la force de traînée ($F_{trainée}^p$) agissant sur la particule non-sphérique considérée et la force de traînée ($F_{trainée}^{ev}$) exercée sur la particule sphérique de même volume, lorsque les deux se déplacent à la même vitesse relative par rapport au gaz (Hinds, 1999) :

$$\chi = \frac{F_{trainée}^p}{F_{trainée}^{ev}} = \frac{B_{ev}}{B_p} = \frac{V}{F_{trainée}^{ev}} \times \frac{F_{trainée}^p}{V} \quad (I-13)$$

Par définition $\chi \geq 1$, ainsi pour des particules de forme irrégulière le facteur de forme est supérieur à 1 et pour des particules sphériques il est égal à 1. De plus, le facteur de forme dynamique permet de relier le diamètre aérodynamique (d_{ae}) et le diamètre équivalent en volume (d_{ev}) par l'équation I-20 donnée par la suite.

Les caractéristiques physiques d'un aérosol, que nous venons de décrire, déterminent son évolution dans un milieu que nous décrivons brièvement dans la suite.

1.2.2. Evolution des particules dans un milieu

1.2.2.1. Mécanismes d'évolution des aérosols

L'évolution de l'aérosol, suivant la taille des particules, est régie par divers mécanismes tels que la diffusion brownienne, la coagulation, la condensation et la sédimentation. Ces mécanismes, et le dépôt des particules qui en résulte, ont été étudiés dans divers travaux et le lecteur trouvera des éléments dans les ouvrages précédemment cités ou dans des travaux réalisés dans diverses configurations tels que ceux, par exemple, de Crump et Seinfeld (1981), Crump *et al.* (1983), Im et Ahluwalia (1989), Shimada *et al.* (1989), Nomura *et al.* (1997), Sippola (2002), Sippola et Nazaroff (2002), etc.

Dans notre cas de figure, l'évolution est principalement due aux effets de la sédimentation. En effet, pour un aérosol peu concentré de diamètre supérieur à 3 μm évoluant dans un environnement ayant des conditions de température et de pression standard, les mécanismes tels que la diffusion brownienne, la coagulation et la condensation peuvent être considérés comme négligeables (Hinds, 1999). En revanche, le mécanisme de sédimentation ne peut pas être négligé et est le mécanisme prépondérant. La sédimentation agit à différents niveaux par rapport à l'évolution d'un aérosol. La sédimentation va avoir un effet sur les évolutions de la concentration, de la distribution granulométrique et du diamètre médian de l'aérosol et ceci en fonction des caractéristiques des particules, des paramètres de la distribution granulométrique et de l'enceinte dans laquelle l'aérosol évolue.

Comme nous l'avons vu précédemment, les dimensions des aérosols s'étendent sur plusieurs ordres de grandeur. Ceci a pour conséquence directe que le milieu dans lequel évoluent les particules va pouvoir être considéré de manière différente. Le comportement d'une particule dépend souvent du rapport entre sa dimension et une longueur caractéristique du système dans lequel elle se trouve. Par exemple, les mécanismes de transfert de masse, chaleur et quantité de mouvement entre une particule et le gaz porteur dépendent du nombre adimensionnel de Knudsen (K_n) défini par l'équation I-14 (Baron et Willeke, 2001) :

$$K_n = \frac{2\lambda}{d} \quad (I-14)$$

où λ est le libre parcours moyen des molécules du gaz porteur ($\lambda = 0,0665 \mu\text{m}$ pour l'air à 20°C et 1 atm) et d le diamètre de la particule considérée (μm).

En fonction de la valeur du nombre de Knudsen, nous distinguons trois domaines :

- le domaine moléculaire ($K_n \gg 1$),
- le domaine intermédiaire ou transitoire ($K_n \sim 1$),
- le domaine continu ($K_n \ll 1$).

Selon le domaine auquel elles appartiennent, les mécanismes régissant l'évolution des particules seront différents. Ainsi, les plus grosses particules (de dimensions supérieures à 1 μm) seront principalement soumises à la pesanteur, tandis que les plus fines particules seront, quant à elles, soumises à la diffusion (Renoux et Boulaud, 1998).

Afin de prendre en compte la vitesse relative du gaz à la surface des particules, un paramètre supplémentaire est utilisé. Celui-ci, appelé facteur de correction de Cunningham, est défini à partir du nombre de Knudsen et est exprimé suivant la relation générale donnée par l'équation I-15 (Millikan, 1923) :

$$C_c = 1 + K_n \left(\alpha + \beta \exp\left(-\frac{\gamma}{K_n}\right) \right) \quad (I-15)$$

Les paramètres α , β et γ sont des constantes empiriques déterminées lors de diverses études expérimentales (Ishida, 1923 ; Allen et Raabe, 1982, 1985a et 1985b ; Rader, 1990 ; Buckley et Loyalka, 1989 ; Hutchins *et al.*, 1995 ; Kim *et al.*, 2005). Dans notre étude, les constantes

empiriques choisies pour l'expression du coefficient de correction de Cunningham sont celles issues de l'étude menée sur des particules solides par Allen et Raabe (1985b):

$$C_c = 1 + K_n \left(1,142 + 0,558 \exp\left(-\frac{0,999}{K_n}\right) \right). \quad (I-16)$$

1.2.2.2. Sédimentation des aérosols

Lorsqu'une particule est suffisamment grosse pour ne plus être sensible au mouvement brownien, il est théoriquement possible de prédire sa trajectoire en fonction des différentes forces agissant sur elle. Ce mouvement peut être rectiligne, avec ou sans accélération, ou curviligne (Fuchs, 1964). Le mouvement de la particule peut être prédit en résolvant l'équation d'équilibre des forces :

$$m_p \frac{dV}{dt} = -F_{trainée} + \sum F_{ext},$$

où m_p représente la masse de la particule, V sa vitesse, $\sum F_{ext}$ la somme des forces extérieures s'exerçant sur la particule (champs de pesanteur, champs électrique, ...) et $F_{trainée}$ les forces de frottement du gaz porteur sur les particules.

Dès lors qu'une particule est en mouvement dans un fluide, il va y avoir une force proportionnelle à ce déplacement, la force de traînée, qui va s'opposer à son mouvement. Pour une particule de diamètre équivalent en volume d_{ev} , la force de traînée s'exprime de manière générale par l'équation I-17 (Baron et Willeke, 2001) :

$$F_{trainée} = \frac{\pi C_D \rho_g V^2 \chi^2 d_{ev}^2}{8 C_c (d_{ev})}. \quad (I-17)$$

Nous voyons apparaître dans cette définition deux facteurs : le facteur de correction de Cunningham (C_c), qui permet de prendre en considération le régime d'écoulement présent autour de la particule considérée (équation I-16), et le coefficient de traînée C_D que nous définissons dans la suite.

Un cas particulier de champ de forces extérieures est le champ de pesanteur, la force extérieure appliquée à la particule est donc la force de pesanteur qui est proportionnelle à la masse de la particule et l'accélération de la pesanteur g . D'une manière générale, en négligeant la poussée d'Archimède, la vitesse de sédimentation des particules de diamètre d_{ev} est donnée par l'équation I-18 (Hinds, 1999 ; Baron et Willeke, 2001) :

$$V_{TS}(d_{ev}) = \left(\frac{4\rho_p d_{ev} g C_c(d_{ev})}{3C_D \rho_g \chi} \right)^{1/2}, \quad (I-18)$$

où ρ_p la masse volumique de la particule considérée (kg/m^3), d_{ev} est le diamètre équivalent en volume (m) (équation I-12), g est l'accélération de la pesanteur (m/s^2), C_c est le coefficient de correction de Cunningham (équation I-16), ρ_g est la masse volumique du gaz (kg/m^3), χ le facteur de forme dynamique (équation I-13). On constate alors que la vitesse de sédimentation d'une particule est d'autant plus élevée que son diamètre est grand.

Comme nous l'avons vu précédemment, le comportement aérodynamique d'une particule peut être défini en fonction de son diamètre aérodynamique. Ainsi, en exprimant la vitesse de sédimentation en fonction de ce diamètre, nous avons :

$$V_{TS}(d_{ae}) = \left(\frac{4\rho_0 d_{ae} g C_c(d_{ae})}{3C_D \rho_g} \right)^{1/2}. \quad (I-19)$$

En combinant les équations I-18 et I-19, il est possible d'obtenir une expression reliant le diamètre équivalent en volume et le diamètre aérodynamique selon la relation I-20 :

$$d_{ae} = \sqrt{\frac{\rho_p C_c(d_{ev})}{\rho_0 \chi C_c(d_{ae})}} d_{ev}, \quad (I-20)$$

où ρ_0 est la masse volumique de référence (1000 kg/m^3) et d_{ae} est le diamètre aérodynamique.

Dans les équations I-17 à I-19, le terme C_D est le coefficient de traînée qui est défini par différentes relations en fonction du nombre de Reynolds de la particule (Re_p) (Hinds, 1999 ; Baron et Willeke, 2001).

$$C_D = \begin{cases} \frac{24}{\text{Re}_p} & \text{Re}_p < 0,1 \\ \frac{24}{\text{Re}_p}(1+0,0916 \text{Re}_p) & 0,1 < \text{Re}_p < 5 \\ \frac{24}{\text{Re}_p}(1+0,158 \text{Re}_p^{2/3}) & 5 < \text{Re}_p < 10^3 \end{cases} \quad (I-21)$$

$$\text{avec } \text{Re}_p = \frac{\rho_g V d}{\eta} \quad (I-22)$$

Dans le domaine d'application de la loi de Stokes, cas où le nombre de Reynolds est inférieur à 0,1, la vitesse de sédimentation s'exprime selon l'équation I-23 (Hinds, 1999 ; Baron et Willeke, 2001) :

$$V_{TS}(d_{ev}) = \frac{\rho_p d_{ev}^2 g C_c(d_{ev})}{18\eta\chi} \quad (I-23)$$

En revanche, dans le cas de particules dont le nombre de Reynolds est supérieur à 0,1, il n'est pas possible de trouver une solution analytique à l'équation I-18. Il faut alors effectuer, par exemple, des itérations successives afin de résoudre cette équation.

Nous venons de présenter les paramètres permettant de décrire les particules ainsi que l'évolution qu'elles peuvent subir dans le milieu dans lequel elles se trouvent après leur mise en suspension. Nous avons vu que pour des particules supérieures à 3 μm , cette évolution va être due à la sédimentation qui est d'autant plus importante que le diamètre des particules est élevé. Ainsi, la prise en compte du dépôt de particules du fait de ce mécanisme va nous permettre de déterminer des données permettant de caractériser le terme source de mise en suspension de manière plus réaliste.

1.3. Mise en suspension - Emission de poussières

Après avoir présenté les principales propriétés des poudres et des aérosols, nous allons maintenant nous intéresser à ce qui relie ces deux « états » des particules, à savoir la mise en suspension, qui permet de passer de la poudre à l'aérosol.

1.3.1. Généralités

La mise en suspension de particules à partir de matériaux pulvérulents sous forme de poudres est l'un des scénarios à l'origine de la présence de particules dans l'air, notamment dans les atmosphères de travail.

Les modes de mise en suspension d'une poudre sont divers : chute, frottement de l'air à la surface d'un dépôt ou d'un tas, effet de vibrations d'une surface contaminée, etc. (Sutter *et al.*, 1983). Ces modes se retrouvent dans de nombreux domaines industriels tels que la micro-électronique, l'agroalimentaire, l'automobile, la pharmacie, la cimenterie, etc. En effet, les différents procédés et appareils utilisés dans l'industrie pour le stockage, le transport, la transformation et la production des poudres sont des sources de poussières pouvant être très importantes (figure I-10) (Morrison, 1971 ; Cheng, 1973 ; Schofield, 1981 ; Dennis et Bubenick, 1983 ; Heinsohn, 1991 ; Jünemann et Holzhauer, 1992).

La mise en suspension ainsi que les problèmes qui en résultent intéressent l'ensemble des secteurs industriels dans lesquels sont manipulées des poudres. En effet, la mise en suspension, ou la propension d'une poudre à se trouver sous forme d'aérosols (poussières), peut avoir diverses conséquences. Nous présentons ici quelques-unes des répercussions que peuvent avoir les émissions de poussières à partir de produits pulvérulents.

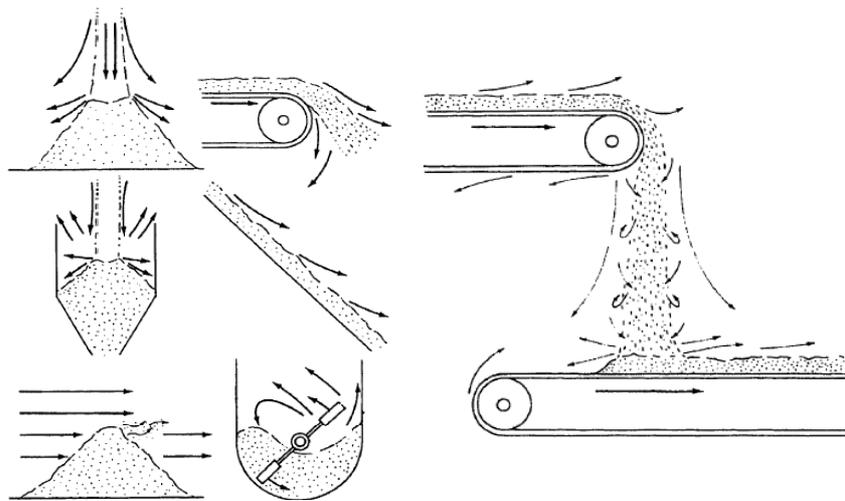


Figure I-10. Emissions de poussières par différentes opérations (Schofield, 1981).

La mise en suspension de poudres sous forme d'un aérosol peut avoir des conséquences d'un point de vue sanitaire, car les particules sont susceptibles d'être inhalées et de se retrouver à différents niveaux de l'arbre respiratoire et ainsi avoir des effets plus ou moins néfastes sur la santé des personnes se trouvant directement en contact avec les poussières produites. Ces effets vont être fonction de la taille des particules inhalées et de leur nature chimique. L'inhalation, la pénétration et le dépôt des particules dans les voies respiratoires dépendent de processus physiques, qui font intervenir trois groupes de paramètres liés aux propriétés physiques des particules (taille, densité, forme, etc.), aux conditions physiologiques de la respiration (mode oral ou nasal, volume courant, etc.), et aux caractéristiques anatomiques (diamètre et longueur des bronches et bronchioles, angles de bifurcation bronchique, etc.). Ces nombreux facteurs font que, placées dans un même environnement pendant le même intervalle de temps, deux personnes différentes, n'ayant pas de plus la même activité physique, seront exposées différemment, et ne recevront pas la même dose de polluants particulaires. Dans une optique de prévention collective des risques professionnels, il a été défini de manière conventionnelle trois fractions différentes pour un aérosol qui correspondent à la probabilité moyenne d'inhalation (fraction inhalable, dénommée « inspirable fraction » ou « inhalable fraction » en anglais) ou de pénétration dans les régions thoraciques au-delà du larynx (fraction thoracique) et alvéolaire (fraction alvéolaire, dénommée « respirable fraction » en anglais). Ces différentes fractions sont représentées sur la figure I-11 en fonction du diamètre aérodynamique des particules. Ces courbes ont été unanimement adoptées sous forme de convention par les différentes

organisations que sont le Comité Européen de Normalisation (CEN, 1993), l'International Organization for Standardization (ISO 7708, 1995) et l'American Conference of Governmental Industrial Hygienists (ACGIH, 1996) (Hinds, 1999).

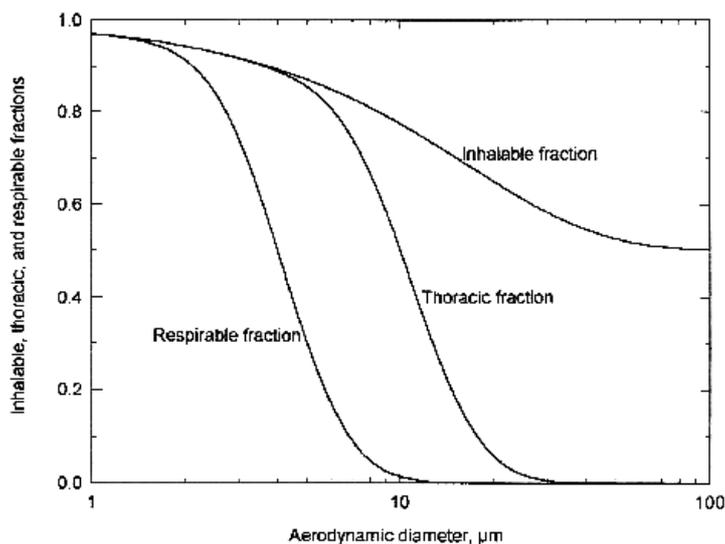


Figure I-11. Courbes conventionnelles définissant les trois fractions d'un aérosol (Hinds, 1999).

La figure I-11 montre que la probabilité d'inhalation n'est pas constante mais décroît progressivement lorsque la taille des particules augmente, pour se stabiliser autour de la valeur 0,5. On observe d'après ces courbes qu'une particule de diamètre aérodynamique de 10 μm de l'aérosol ambiant a une probabilité de 0,5 de pénétrer au-delà du larynx, et qu'une particule de 4 μm a une probabilité de 0,5 de pénétrer au-delà des bronchioles. Ces différentes courbes servent de guide pour la mesure de l'exposition des travailleurs, et donc pour l'évaluation des risques correspondants dans le domaine de l'hygiène industrielle.

Les poussières générées peuvent aussi avoir des répercussions sur la sûreté des installations industrielles. En effet, les particules une fois mises en suspension vont parcourir des trajets plus ou moins longs en fonction de leur taille, certaines vont se déposer dans les locaux et d'autres vont être extraites par le biais de la ventilation. De plus, les particules émises vont pouvoir être transférées vers l'environnement et ceci d'autant plus facilement si la mise en suspension se produit dans des dispositifs non confinés (convoyeurs, sites de stockage à l'air libre, etc.). En termes de sûreté des installations, une autre conséquence de la mise en suspension d'une poudre est le risque potentiel d'explosion lié à la présence de

poussières (Eckhoff, 1997 ; Wypych *et al.*, 2005 ; Eckhoff, 2006 ; Abbasi et Abbasi, 2007). Ces événements peuvent avoir des répercussions uniquement matérielles, mais représentent aussi un risque potentiel important pour les opérateurs travaillant à proximité de ces installations.

En conséquence, pour évaluer ces risques, il est nécessaire de pouvoir estimer la mise en suspension en termes de quantité de matière émise et de granulométrie des particules produites dans les différents procédés mettant en jeu des matériaux sous forme de poudres.

1.3.2. Coefficients de mise en suspension

Dans la littérature, la quantité de matière mise en suspension est exprimée en termes de coefficients de mise en suspension. Ces différents coefficients peuvent être définis de manière globale ou par classe granulométrique (Plinke *et al.*, 1991 et 1995). Dans le cas de la chute de poudre, le coefficient le plus couramment utilisé est la fraction mise en suspension. Il existe un autre coefficient, le taux de mise en suspension, qui, bien que plus délicat à utiliser, peut aussi être utilisé dans certains cas. Nous décrivons dans la suite les expressions de ces différents coefficients.

- La fraction mise en suspension :

Il s'agit du rapport entre la quantité totale de matériau mise en suspension et la quantité initiale de ce même matériau. Ce coefficient est sans dimension. La quantité prise pour l'évaluation peut être de nature diverse selon le phénomène étudié comme par exemple une activité, une concentration, un volume, etc.

$$K_{mes} = \frac{\text{quantité mise en suspension}}{\text{quantité initiale}}.$$

Dans notre cas de figure, la quantité utilisée pour déterminer la mise en suspension est la masse, l'expression de la fraction mise en suspension devient donc :

$$K_{mes} = \frac{m_{mes}}{m_0}, \quad (I-24)$$

où m_{mes} est la masse de particules mise en suspension et m_0 la masse initiale de poudre manipulée.

La fraction mise en suspension est utilisée principalement pour quantifier une émission de particules ponctuelle dans le temps. Nous rappelons qu'actuellement, dans l'industrie nucléaire, la « valeur enveloppe de référence » en vigueur dans les analyses de sûreté effectuées pour des scénarios de chutes de poudres et qui est utilisée en vue du dimensionnement des installations est une fraction massique de l'ordre de 10^{-3} .

- Le taux de mise en suspension :

Il est défini par le rapport entre le débit d'émission du matériau divisé et la quantité initiale de ce matériau. Ce coefficient est un taux moyen de mise en suspension sur la durée du phénomène étudié.

$$T_{mes} = \frac{\text{débit d'émission}}{\text{quantité initiale}} = \frac{\text{quantité mise en suspension/ temps}}{\text{quantité initiale}}.$$

En exprimant le taux en fonction de la masse mise en suspension, de la masse initiale et de la durée du phénomène, le taux de mise en suspension (T_{mes}) peut s'exprimer en fonction de la fraction mise en suspension (K_{mes}) sur la période de temps (Δt) du phénomène de chute et nous obtenons l'équation I-25 :

$$T_{mes} = \frac{m_{mes}}{m_0 \Delta t} = \frac{K_{mes}}{\Delta t} \text{ (s}^{-1}\text{)}. \quad (I-25)$$

Selon le cas de figure, l'un ou l'autre de ces coefficients peut être utilisé. Toutefois, d'autres coefficients sont parfois utilisés pour quantifier la mise en suspension notamment dans le cas de l'évaluation de l'émission de poussière réalisée à partir des dispositifs de laboratoire (Chung et Burdett, 1994). Un document de synthèse propose des données sur la mise en suspension de matériaux dans divers domaines d'application et pour différents scénarios (DOE Handbook, 1994).

Après avoir vu la manière dont peut être quantifiée la mise en suspension, nous nous intéressons dans la suite à la description qualitative du phénomène de chute et des effets de la mise en mouvement de la poudre sur l'air environnant.

1.3.3. Phénoménologie

La chute des poudres est un phénomène à caractère transitoire, c'est-à-dire un phénomène pour lequel la mise en suspension résulte d'une contrainte qui ne dure pas dans le temps. On trouve dans la littérature des études décrivant la mise en suspension de particules, de manière phénoménologique, comme résultant de deux effets qui sont l'écoulement de la poudre dans l'air et l'impact de celle-ci au sol (Heitbrink, 1990a ; Heitbrink *et al.*, 1992 ; Plinke *et al.*, 1994a et 1995 ; Lanning *et al.*, 1995 ; Liu *et al.*, 1999 ; Liu, 2003 ; Wypych *et al.*, 2005). Simultanément, le mouvement de la poudre au cours de la chute conduit à la mise en mouvement de l'air environnant.

Nous allons décrire, de manière qualitative, les effets se produisant sur la poudre au cours de sa chute et au moment de son impact au sol, puis nous verrons ensuite les théories permettant de décrire la mise en mouvement de l'air environnant, notamment en termes de débit volumique.

1.3.3.1. Description qualitative d'une chute de poudre

Un premier modèle qualitatif de génération d'aérosols lors de déversements de poudres sous forme de paquet est illustré par la figure I-12, résumant les études de Heitbrink (1990a) et de Heitbrink *et al.* (1992). Lors de la chute, un écoulement d'air, induit par la poudre déversée, suit le paquet de poudre. Dans le même temps, des particules sont mises en suspension et vont former un nuage dans le sillage du paquet. Lors de l'impact au sol, des jets d'air sont créés, induisant ainsi l'éjection de particules qui se dispersent alors au sein de l'enceinte.

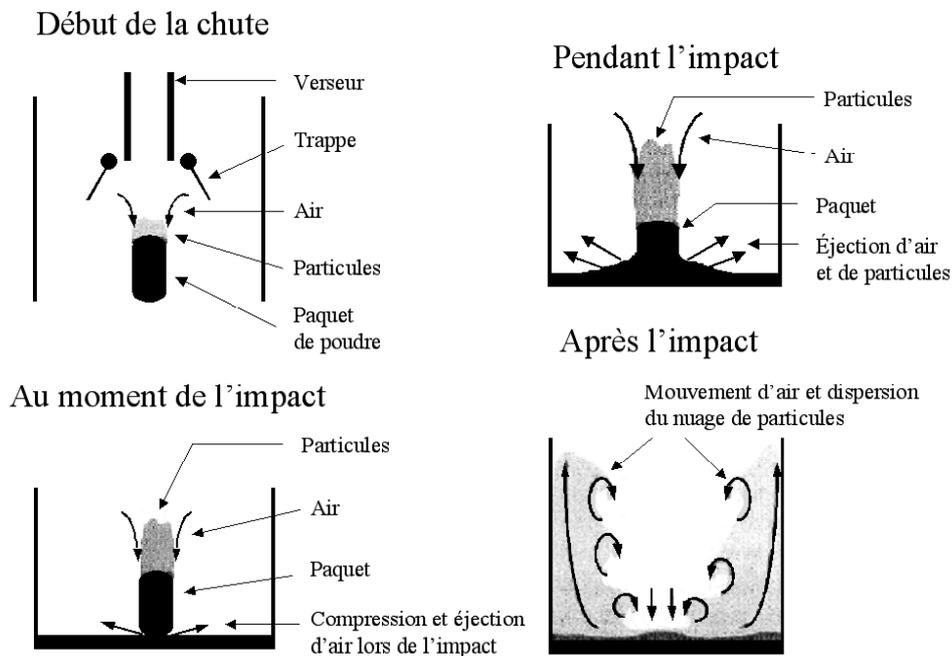


Figure I-12. Modèles phénoménologiques pour des chutes de poudres de type paquet (d'après Heitbrink, 1990a et Heitbrink et al., 1992).

Dans le cas où le déversement de la poudre est réalisé à partir d'un entonnoir (figure I-13), l'air ambiant est induit à l'intérieur de l'écoulement de particules provoquant une expansion du jet. Les particules mises en suspension au cours de l'écoulement se mélangent avec l'air ambiant pour former une couche limite de poussière autour du noyau de matière solide. Le rayon de cette couche limite augmente avec la hauteur de chute (Liu *et al.*, 1999 ; Liu, 2003).

Lors d'expériences de visualisation, Liu (2003) a montré qu'une chute de poudre depuis un entonnoir est composée de 3 zones distinctes :

- Une première zone au niveau de laquelle l'écoulement se contracte, juste à la sortie de l'orifice, et garde ensuite un diamètre constant sur une hauteur importante de chute.
- Une seconde zone où l'écoulement se dilate de façon inhomogène et au niveau de laquelle il y a apparition de nuages de particules individualisés. La dilatation de l'écoulement de poudre est très dépendante du diamètre d'orifice du verseur et du débit massique de poudre.
- Une troisième zone au niveau de laquelle les particules sont totalement dispersées.

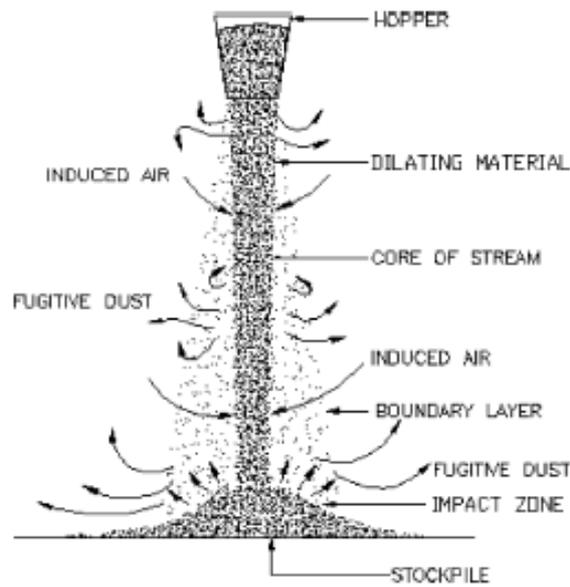


Figure I-13. Modèles phénoménologiques pour des déversements de poudres de type fuite (Liu et al., 1999 ; Liu, 2003 ; Wypych et al., 2005).

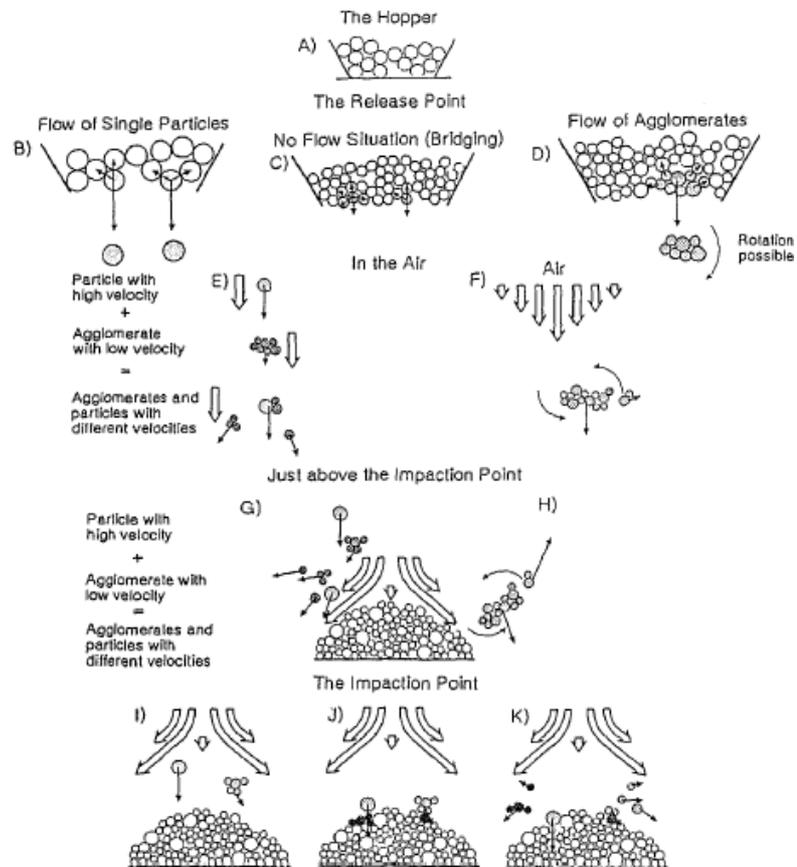


Figure I-14. Modèles phénoménologiques pour des chutes de poudres de type fuite (Plinke et al., 1994a).

Au niveau microscopique, une description phénoménologique des différents processus se produisant au cours de la chute d'une poudre a été faite par Plinke *et al.* (1994a). Cette description est faite en séparant les différentes étapes intervenant au cours de ce phénomène, depuis le stockage dans le verseur jusqu'au moment de l'impaction au sol (figure I-14).

Dans cette description, le récipient (étape A sur la figure I-14) est situé à une certaine hauteur de la zone d'impaction. Au moment de l'ouverture du dispositif de stockage, trois phénomènes peuvent se produire :

- Les particules vont s'écouler de manière individuelle (B) si la force de gravité appliquée à chaque particule prise individuellement est supérieure aux forces de liaison interparticulaires. Cette situation est celle couramment observée pour des matériaux de taille importante (sable, gravier, etc.).
- Si la force de gravité n'est pas suffisante, il ne va pas y avoir d'écoulement spontané (C). L'écoulement va pouvoir être déclenché par une sollicitation extérieure telle qu'une agitation.
- Les particules vont s'écouler sous forme d'agglomérats (D)

Une fois mises en écoulement, les particules vont se comporter différemment selon qu'il s'agit de particules individuelles ou d'agglomérats, ce qui entraînera des différences au niveau des vitesses atteintes au cours de la chute. Ainsi, il pourra y avoir des collisions entre les particules et les agglomérats, ce qui va contribuer à séparer les particules (E). En parallèle, le cisaillement créé par l'écoulement de poudre va induire une rotation des agglomérats au cours de leur chute et la force centrifuge résultante peut contribuer à séparer les particules les unes des autres (F). Juste avant l'impaction, l'air entraîné va changer de direction et être accéléré. Ceci peut induire des collisions entre les particules (G) et une rotation des agglomérats (H). De même au moment de l'impact, les particules et les agglomérats arrivent sur le tas déjà formé avec une certaine vitesse (I) ce qui peut, du fait de la déformation du tas lors de l'impact (J), conduire à la séparation des particules (K) dont certaines vont être entraînées dans l'écoulement d'air.

Les descriptions du mouvement des particules en chute libre sont souvent basées sur le cas de particules sphériques isolées dans un fluide. Cependant, la répartition des forces agissant

sur un ensemble de particules diffère de celle agissant sur une particule unique (Liu *et al.*, 1999 ; Liu, 2003). Dans le cas d'un ensemble de particules en chute, la force de traînée est influencée par la porosité interparticulaire à l'intérieur même du panache de particules. Une schématisation d'un groupe de particules en chute est représentée sur la figure I-15.

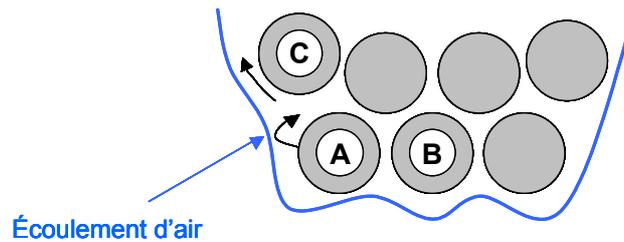


Figure I-15. Schématisation d'un groupe de particules en chute (d'après Liu *et al.*, 1999 ; Liu, 2003 ; Wypych *et al.*, 2005).

La figure I-15 montre que le tracé de l'écoulement d'air autour d'une particule est influencé par le mouvement du groupe de particules. Ainsi, du fait de la présence d'autres particules, la force de traînée agissant sur la particule A n'agit pas de façon identique à la surface de celle-ci. De même, la force de traînée ne va pas être identique à la surface des particules A et B. Par conséquent, pour des particules de forme et de masse identiques, un gradient de vitesse va se créer au sein de l'écoulement de poudre (Liu, 2003).

Quand la force de traînée atteint une valeur limite, fonction de la vitesse de chute, les particules sont arrachées de l'écoulement et mises en suspension. Ceci entraîne une induction de l'air ambiant à l'intérieur de l'écoulement de poudre. L'émission de particules est liée à la mise en mouvement de l'air environnant.

Simultanément, le mouvement des particules engendre une augmentation de la porosité interparticulaire à l'intérieur de l'écoulement ce qui a pour conséquence une induction d'air plus importante à l'intérieur de la poudre (Liu *et al.*, 1999 ; Liu, 2003).

1.3.3.2. Induction d'air lors de la chute

Nous venons de décrire qualitativement une chute de poudre. Nous avons vu qu'un des paramètres majeurs est l'induction d'air lors de la chute de cette poudre. Dans la suite, nous allons présenter brièvement les principaux modèles existant dans la littérature qui permettent d'estimer le débit d'air induit (Hemeon, 1963 ; Tooker, 1992 ; Cooper et Arnold, 1995).

- Modèle d'Hemeon : modèle de la particule isolée

Hemeon, en 1963, a entrepris les premiers travaux dans ce domaine, et a développé une méthode pour calculer la quantité d'air induit, basée sur la théorie d'une particule isolée en chute dans de l'air au repos, subissant uniquement l'influence de la force gravitationnelle. Hemeon (1963) exprime le débit d'air induit, Q_{ind} , selon l'équation I-26 :

$$Q_{ind} = \left(\frac{0,66gQ_m(hA_0)^2}{d_p\rho_p} \right)^{1/3}, \quad (I-26)$$

où Q_{ind} représente le débit d'air induit (m^3/s), g l'accélération de la pesanteur (m/s^2), Q_m le débit massique du matériau (kg/s), h la hauteur de chute (m), A_0 la section de l'écoulement (m^2), d_p le diamètre des particules (m) et ρ_p la masse volumique des particules (kg/m^3).

A partir de mesures expérimentales réalisées sur des installations en fonctionnement, Morrison (1971) a montré que le débit d'air induit calculé par la relation proposée par Hemeon surestimait la valeur réelle d'environ un facteur 3. Ceci peut être expliqué par l'approche utilisée par Hemeon pour le calcul du débit d'air induit. En effet, Hemeon a fait l'hypothèse que chaque particule agit de façon indépendante des autres ce qui peut conduire à une surestimation du débit d'air induit. Aucune justification analytique n'est proposée par Morrison (1971) pour expliciter l'écart mis en évidence.

- Modèle de Tooker

Tooker (1992) a étendu le modèle d'Hemeon pour l'adapter à des chutes dans des espaces confinés (figure I-16). Pour cela, il a ajouté le concept de facteur d'efficacité

d'entraînement afin d'estimer le débit d'air entraîné dans ce cas de figure et d'être en accord avec les valeurs mesurées. Le débit d'air induit peut être déterminé à l'aide de l'équation I-27 :

$$Q_{ind} = \left[Eff_e \times \frac{6,4746 \times Q_m h^2}{d_p \rho_p} \times \left(\frac{1}{A_1^2} + \frac{1 - C_e^2}{A_2^2 \times C_e^2} \right)^{-1} \right]^{1/3}, \quad (I-27)$$

où A_1 est la section de l'écoulement de poudre (m^2), A_2 la section de fuite de l'espace de confinement au niveau du convoyeur d'entrée (m^2), C_e un coefficient prenant en compte les fuites d'air du système et Eff_e le facteur d'efficacité d'entraînement de l'air par l'écoulement de poudre.

L'auteur recommande de prendre des valeurs de facteur d'entraînement, Eff_e , comprises entre 0,2 et 0,3 pour des jets restant compacts durant la chute. Pour des jets dispersés, avec une grande hauteur de chute, le facteur d'entraînement doit être pris entre 0,5 et 0,6.

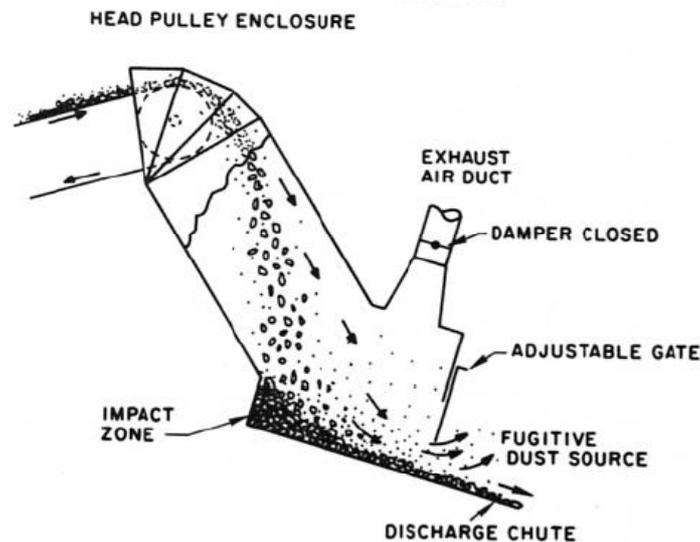


Figure I-16. Schématisation d'un convoyeur (Dennis et Bubenick, 1983).

Cependant, l'étude de Tooker (1992) est un cas particulier, car l'écoulement de particules, qui contribue à l'induction d'air, va produire des jets d'air lors de son impact sur le convoyeur situé au bas de la chute. L'air ainsi libéré reste dans l'espace confiné où se produit

la chute et peut être réentraîné par l'écoulement continu de poudre. Donc, le modèle développé par Tooker (1992) ne peut pas être utilisé pour prédire le volume d'air entraîné pendant la chute libre de particules.

- Modèles de Cooper et Arnold

Par la suite, Cooper et Arnold (1995) ont exprimé le débit d'air induit en distinguant deux cas extrêmes, celui d'un panache miscible pour lequel le profil de vitesse des particules est gaussien (figure I-17-gauche), et d'une chute massive ayant un profil de vitesse plat (figure I-17-droite).

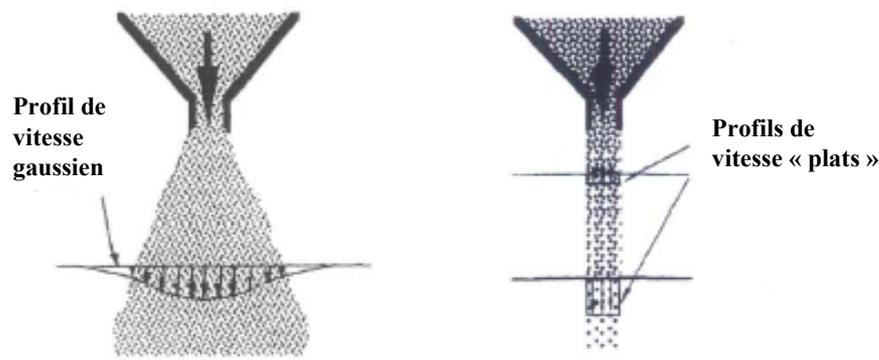


Figure I-17. Modèles de Cooper et Arnold (1995) : panache miscible (à gauche) et chute massive (à droite).

Dans le cas d'un panache miscible, Cooper et Arnold (1995) indiquent que la section transversale du noyau diminue et que la section transversale de la couche limite d'air entourant le noyau augmente avec la hauteur de chute. De plus, le débit spécifique d'air entraîné, qui représente la quantité d'air induit par unité de masse de matériau et qui est égal au rapport entre le débit d'air induit et le débit massique de matériau, diminue avec l'augmentation du débit massique de matière. Un modèle analytique de panache (Morton *et al.*, 1956) a été utilisé pour décrire le phénomène d'entraînement d'air pour des poudres dans des conditions de chute libre. Les auteurs proposent l'expression suivante :

$$Q_{ind} = C \times B^{1/3} \times h^{5/3}, \quad (I-28)$$

où C est une constante généralement de l'ordre de 0,1 pour les panaches miscibles et est égale à 0,085 pour l'alumine, B l'indice de flottabilité (m^4/s^3) et h la hauteur de chute (m).

Lorsque le fluide environnant n'est pas stratifié, B est constant et est donné par l'équation I-29 :

$$B = \frac{gQ_m}{\rho_b}, \quad (I-29)$$

où Q_m est le débit massique du matériau (kg/s), g est l'accélération de la pesanteur (m/s^2) et ρ_b la masse volumique en vrac du matériau (kg/m^3).

Dans le modèle de chute massive, les particules ne se dispersent pas pendant la chute et le diamètre du jet reste constant au cours de la chute. Dans ce cas, le débit d'air entraîné est donné par l'équation I-30 (Cooper et Arnold, 1995) :

$$Q_{ind} = ((V_0^2 + 2gh)^{1/2} - V_0) \times A_0, \quad (I-30)$$

où V_0 est la vitesse au début de la chute (m/s) et A_0 la section de l'écoulement au début de la chute (m^2).

- Comparaison de différents modèles

Nous venons de voir les différents modèles de la littérature permettant de calculer le débit d'air induit au cours d'une chute de poudre, le tableau I-6 regroupe les différentes formules issues des études disponibles dans la littérature.

Tableau I-6. Tableau récapitulatif des équations permettant de calculer un débit d'air entraîné lors d'une chute de poudre.

Auteurs	Formule pour le calcul du débit d'air induit
Hemeon (1963)	$Q_{ind} = \left(\frac{0,66gQ_m(hA_0)^2}{d_p\rho_p} \right)^{1/3}$
Tooker (1992)	$Q_{ind} = \sqrt[3]{Effe \times \frac{6,4746 \times Q_m h^2}{d_p \rho_p} \times \left(\frac{1}{A_1^2} + \frac{1 - C_e^2}{A_2^2 \times C_e^2} \right)^{-1}}$
Cooper et Arnold (1995) Modèle du panache miscible	$Q_{ind} = C \times B^{1/3} \times h^{5/3} \text{ avec } B = \frac{gQ_m}{\rho_b}$
Cooper et Arnold (1995) Modèle en masse	$Q_{ind} = ((V_0^2 + 2gh)^{1/2} - V_0) \times A_0$

Au cours de ses travaux, Glutz (1995) a réalisé des mesures de débit d'air induit lors d'une chute de poudre. Une comparaison des résultats avec trois des modèles théoriques cités précédemment est présentée sur la figure I-18 qui représente le débit spécifique d'air induit en fonction de la hauteur de chute. Cette figure montre que la théorie de panache miscible (plume model) développée par Cooper et Arnold (1995) est en accord avec les mesures expérimentales. En revanche, les formules issues des théories de Hemeon (1963) ou de Tooker (1992) donnent des valeurs de débit spécifique d'air entraîné supérieures. Ceci est certainement dû au fait que ces équations sont basées sur les théories du mouvement des particules tombant individuellement dans de l'air sous l'influence de la gravité.

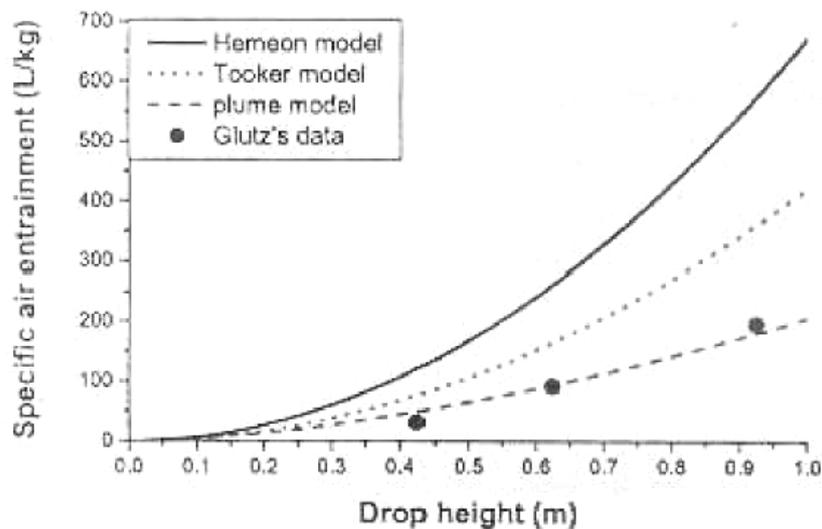


Figure I-18. Débit d'air entraîné spécifique en fonction de la hauteur de chute pour des particules d'alumine de diamètre $d_p = 87 \mu\text{m}$ (Liu, 2003).

Les modèles de Hemeon (1963) et de Tooker (1992) ont été utilisés pour estimer l'effet de la taille des particules d'alumine sur le débit spécifique d'air entraîné. La figure I-19 montre que le débit spécifique d'air entraîné décroît avec l'augmentation de la taille de la particule.

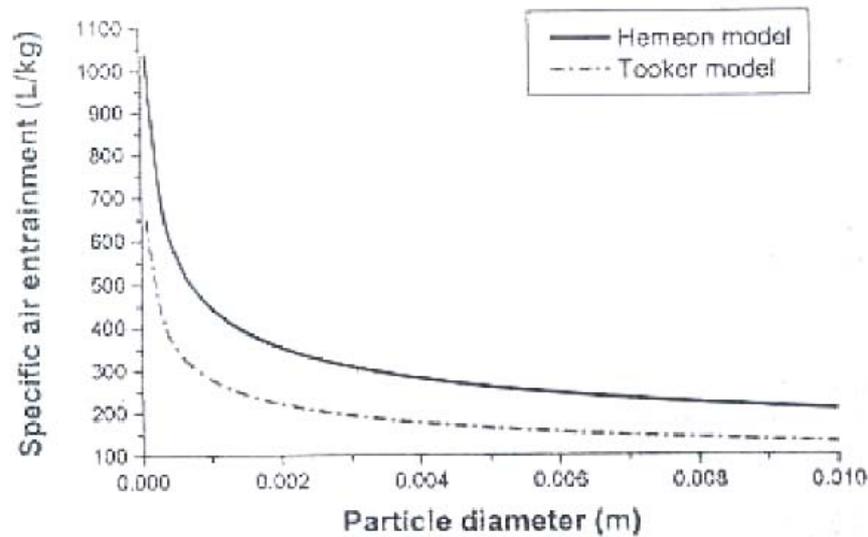


Figure I-19. Débit d'air entraîné spécifique en fonction du diamètre des particules avec pour les paramètres suivants : $h = 1,225 \text{ m}$, $Q_m = 0,0123 \text{ kg}\cdot\text{s}^{-1}$, $\rho_p = 4228 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$, diamètre de l'orifice de l'entonnoir $d_0 = 0,01 \text{ m}$ (Liu, 2003).

Nous avons montré que différents paramètres peuvent être influents sur le débit d'air induit lors de la chute d'une poudre. L'air entraîné par la chute de matériaux pulvérulents peut être influencé par les propriétés du matériau, telles que la taille et la densité des particules. De plus, les paramètres de déversement, notamment la hauteur de chute et le débit massique, peuvent également agir de manière non négligeable. Le mouvement d'une particule dans un jet est sous l'influence de la force gravitationnelle et de la force de traînée générée par le frottement avec l'air ambiant. De plus, les différences de taille des particules et les chocs entre elles, provoquent des modifications des conditions de chute. Enfin, la résistance générée par l'air sur le mouvement des particules n'est pas constante, car les forces agissant sur un écoulement de particules n'ont pas le même comportement que les forces agissant sur l'écoulement d'une particule isolée.

1.3.4. Forces mises en jeu

Pour qu'une particule soit mise en suspension, il faut que l'effet de la force de traînée soit supérieur à l'effet combiné du poids des particules et des forces de cohésion entre les

particules (Schofield, 1981). La mise en suspension est donc la conséquence de la compétition entre les forces contribuant à la liaison des particules et les forces de séparation. Les paramètres influents sur ces forces sont de diverses natures. Parmi ceux-ci, nous trouvons par exemple la granulométrie de la poudre, sa porosité, sa teneur en eau et son état électrostatique, mais aussi la morphologie et l'état de surface des particules, etc.

Plusieurs auteurs se sont basés sur une approche de bilan des forces afin d'étudier les paramètres pouvant influencer l'une ou l'autre des contributions (Schofield, 1981 ; Chambers, 1989 ; Plinke *et al.*, 1994a, 1994b et 1995).

Les différentes forces de liaison sont les forces participant à la cohésion de la poudre. Plinke *et al.* (1994b) ont étudié l'influence de paramètres tels que la teneur en eau de la poudre, le diamètre des particules et la température de fusion du matériau, sur la cohésion des poudres à l'aide d'une cellule de cisaillement de Peschl. A partir de leurs résultats, ils ont proposé une corrélation, reliant la cohésion d'une poudre (en kPa) avec certaines de ses caractéristiques, qui s'exprime selon l'équation I-31 :

$$Cohésion = e^{1,2 \pm 0,52} HR_{poudre}^{0,2 \pm 0,02} d_{50}^{-0,2 \pm 0,003} T_m^{0,3 \pm 0,08}, \quad (I-31)$$

où HR_{poudre} est le contenu en eau du matériau (%), d_{50} le diamètre médian en masse des particules composant la poudre (μm) et T_m la température de fusion du matériau composant la poudre ($^{\circ}\text{C}$). Celle-ci peut intervenir dans la formation de ponts solides entre les particules, notamment dans les cas où la poudre est utilisée dans des conditions de températures élevées qui peuvent s'approcher de la valeur à laquelle il y a fusion du matériau.

La force de gravité a un rôle important au moment de la mise en écoulement de la poudre et de son impact au sol. En effet, pour que l'écoulement ait lieu, il faut que la force de gravité soit supérieure aux forces de liaison. De plus, au moment de l'impact, la force de gravité va avoir une action du fait de la vitesse acquise au cours de la chute par les particules ou les agglomérats. La force de traînée a une action dès lors que la particule est en mouvement dans un fluide. L'action de cette force va dépendre de paramètres physiques des particules ou des agglomérats tels que leur taille, leur masse volumique, leur morphologie,

mais aussi des paramètres liés au fluide dans lequel se produit la chute (viscosité, masse volumique, vitesse).

Les collisions entre les particules, au cours de la chute ou au moment de l'impact, vont aussi contribuer à la séparation des particules et ainsi qu'à leur mise en suspension. Les actions mécaniques mises en jeu agissent pendant un temps très court tout en ayant une grande amplitude. Le phénomène de choc peut être décomposé en trois étapes (Brossard, 1997) : le mouvement des particules avant le choc, ensuite le choc proprement dit et enfin le mouvement résultant du choc. Dans le cas d'un choc élastique entre deux particules (figure I-20), l'énergie cinétique totale du système est conservée, c'est-à-dire que :

$$m_1V_1^2 + m_2V_2^2 = m_1V_1'^2 + m_2V_2'^2, \quad (I-32)$$

où m_1 et m_2 représentent les masses des deux particules, V_1 et V_2 leurs vitesses avant le choc, V_1' et V_2' leurs vitesses après le choc.

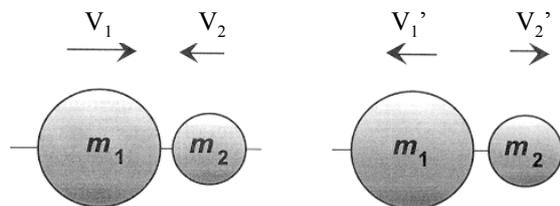


Figure I-20. Schématisation du choc élastique entre 2 sphères en mouvement.

Le choc est qualifié d'inélastique si l'équation I-32 n'est pas vérifiée. Dans le cas d'un choc entre une particule et une paroi, celui-ci va pouvoir être avec ou sans frottement et élastique ou non. Dans le cas où le choc n'est pas élastique, il faut alors introduire un coefficient de restitution. Dans le cas d'une particule ou d'un agglomérat, l'angle selon lequel se produit l'impact, ainsi que la vitesse au moment de l'impact, sont des paramètres qui peuvent conditionner la déformation et l'altération des particules ou la dislocation dans le cas d'un agglomérat. Ces effets peuvent être différents selon la nature du matériau constituant les particules et les agglomérats (Adler, 1995 ; Salman *et al.*, 1995, 2002 et 2004 ; Gorham *et al.*, 2003 ; Samimi *et al.*, 2004, Gorham et Salman, 2005).

De la même manière que pour la cohésion, Plinke *et al.* (1994a) proposent une corrélation qui permet d'estimer les forces de séparation en fonction de paramètres liés aux propriétés du matériau et aux conditions de chute. Pour cela, les auteurs introduisent un indice rendant compte de l'impaction (en $m.s^{-1}$). Ce paramètre a été déterminé indirectement à partir de mesures de variations de masses du tas sur lequel vient s'impacter la poudre à la fin de sa chute. Par la suite, cette mesure est multipliée par le rapport entre l'accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$) et le débit massique ($kg.s^{-1}$). Ceci permet donc de déterminer un indice, représentant la vitesse d'impaction, qui est ensuite mis en relation avec les paramètres étudiés à l'aide de la corrélation qui s'exprime selon l'équation I-33 :

$$\text{Impaction} = e^{-1,8 \pm 0,45} h^{0,4 \pm 0,10} HR_{\text{poudre}}^{0,1 \pm 0,03} d_{50}^{0,2 \pm 0,04} \rho_p^{0,3 \pm 0,10} L_{\text{cone}}^{0,1 \pm 0,03} A_{\text{repos}}^{0,2 \pm 0,10} \quad (I-33)$$

où h représente la hauteur de chute (m), HR_{poudre} la teneur en eau de la poudre (%), d_{50} le diamètre médian en masse de la poudre (μm), ρ_p la masse volumique des particules (kg/m^3), et L_{cone} la largeur du cône sur lequel impacte la poudre (m) et A_{repos} l'angle de repos de la poudre ($^\circ$).

Les relations I-31 et I-33 montrent que lors d'une chute de poudre, la taille des particules, la teneur en eau du matériau, la masse volumique, la hauteur de chute, la surface d'impaction sont autant de paramètres pouvant potentiellement influencer les forces mises en jeu et ainsi la mise en suspension. La connaissance et la maîtrise de ces paramètres sont importantes et nécessitent de s'intéresser aux propriétés des poudres, mais aussi aux propriétés des éléments constitutifs de celles-ci que sont les particules.

Nous allons présenter, dans la suite, les différentes études de la littérature qui se sont attachées à déterminer l'influence de certains des paramètres que nous venons de voir sur la mise en suspension de particules à partir de manipulations de poudres.

1.3.5. Etudes de la mise en suspension de poudres.

Dans les diverses industries où sont manipulés des matériaux pulvérulents, les procédés mis en œuvre peuvent produire des poussières qui vont avoir des répercussions plus ou moins importantes. Les facteurs déterminants de l'importance du risque sont à la fois la distribution granulométrique et la quantité de particules produites.

Pour étudier la propension d'une poudre à être mise en suspension, nous trouvons dans la littérature divers dispositifs qui peuvent être classés en deux catégories selon la taille de ceux-ci :

- Les dispositifs de laboratoire permettant, selon diverses configurations, de déterminer des indices correspondants à la propension des poudres à produire des poussières (« dustiness » en anglais).
- Les dispositifs à plus grande échelle utilisés au cours d'études plus spécifiques sur la chute de poudres.

Nous allons donc présenter ci-après les différents dispositifs et les différentes études portant sur la mise en suspension en fonction de ces deux catégories.

1.3.5.1. Etudes à l'aide de dispositifs de laboratoire

Nous allons voir, dans cette partie, les études mises en œuvre pour déterminer les émissions de poussières à l'aide de différents dispositifs de laboratoire. Nous allons tout d'abord donner rapidement les caractéristiques des dispositifs et des méthodes de mesure, puis nous verrons les études réalisées sur la mise en suspension de poudres.

Récemment, Hamelmann et Schmidt (2003) ont effectué une revue des différents dispositifs existants et proposent une classification en six catégories :

- Dispositifs de type chute dans une chambre.
- Dispositifs de type tambour rotatif.
- Dispositifs de type lit fluidisé.
- Dispositifs de chute par renversement (dispositif « MRI » développé par Cowherd *et al.*, 1989a).
- Dispositifs de mise en suspension par entraînement des poussières dans un écoulement d'air perpendiculaire au déversement.
- Dispositifs de conceptions spéciales (combinaison de différents dispositifs).

Le tableau I-7 présente l'ensemble de ces dispositifs. Chacun de ces dispositifs est composé de trois parties (un générateur, un système de transport des aérosols et un échantillonneur). Le tableau I-7 montre que les méthodes de génération des particules sont diverses ; le choix d'une méthode particulière peut influencer sur les résultats obtenus, car le mode de dispersion de la poudre mis en œuvre est différent d'un dispositif à l'autre et appartient à l'une des 3 catégories suivantes (Higman, 1984 ; Higman *et al.*, 1986) : dispersion par gravité, dispersion mécanique et dispersion par flux d'air.

Le prélèvement des aérosols se fait classiquement sur filtres, mais peut également s'effectuer par l'intermédiaire des médias de collecte constitués de mousse de polymères (polyuréthane) ou métalliques avec des pores de différentes tailles (Lyons *et al.*, 1992 ; Lyons et Mark, 1994 ; Lyons *et al.*, 1996 ; HSE, 1996). Un impacteur peut être utilisé afin de pouvoir déterminer la concentration et la granulométrie des particules.

Des méthodes optiques sont aussi utilisées pour caractériser les aérosols, elles sont basées sur la mesure de la diminution de l'intensité lumineuse d'un faisceau laser à travers le nuage de particules formé afin de déterminer la concentration particulaire (Castor et Gray, 1990). Des méthodes de mesure en temps réel sont parfois employées, mais sont généralement utilisées en parallèle d'une mesure par filtration.

Tableau I-7. Dispositifs de laboratoire utilisés dans les tests de mise en suspension.

Type	Représentation	Principe
Chute dans une chambre		L'échantillon de poudre est déversé dans un tube depuis une certaine hauteur (généralement entre 0,5 et 1 m) à partir de différents dispositifs (entonnoir, convoyeur, etc.).
Tambour rotatif		L'échantillon est positionné à l'intérieur du dispositif qui est ensuite mis en rotation et dans lequel passe un écoulement d'air permettant d'entraîner les particules mises en suspension vers le dispositif de collecte.
Lit fluidisé		L'échantillon est placé sur une paroi poreuse au travers de laquelle est injecté de l'air. Si la poudre est cohésive, il y a nécessité d'ajouter un agent (généralement du sable) afin de faciliter l'opération de fluidisation. Dans ce cas l'échantillon testé n'est plus représentatif de la poudre d'origine.
Dispersion par renversement dispositif « MRI » (Midwest Research Institute)		Le déversement est effectué à partir d'un récipient rotatif soumis à des vibrations placé au centre de l'enceinte à une hauteur de 25 cm.
Ecoulement et entraînement		La poudre en chutant passe par une veine aéraulique dans laquelle un écoulement d'air est établi pour entraîner les particules vers le(s) système(s) de mesure.
Conceptions spéciales		
Dispersion		La poudre est dispersée sous forme d'aérosol dans une chambre où sont placés les systèmes de mesure.
Combinaison chute et tambour		L'échantillon peut être soit déversé comme dans le cas du dispositif de chute, soit placé dans le tambour rotatif.

Nous trouvons dans la littérature plusieurs études portant sur l'évaluation de la propension de poudres à produire des poussières lors de leur manipulation. Ces études se révèlent difficiles à comparer en termes de coefficients de mise en suspension du fait du nombre de dispositifs utilisés (mécanismes de dispersion différents) et des divers paramètres étudiés. Afin de faciliter la comparaison, les études sont regroupées sous forme d'un tableau en fonction des paramètres testés (tableau I-8).

Dans le tableau I-8, nous pouvons voir que de nombreux paramètres vont affecter la mise en suspension. Ces paramètres peuvent être liés à la poudre, mais aussi au fonctionnement de l'appareil utilisé pour réaliser les tests. Nous pouvons remarquer aussi que pour un même paramètre, les effets de celui-ci peuvent être différents voire opposés, comme par exemple l'influence du contenu en eau ou de la masse volumique apparente. Ceci peut être fortement lié aux poudres utilisées ainsi qu'au type de dispositif employé pour réaliser les tests. Dans certains cas, il peut être assez difficile de déterminer l'effet d'un paramètre indépendamment des autres du fait des interactions existantes entre les paramètres (Hjemsted et Schneider, 1996a et 1996b ; Sethi et Schneider, 1996).

De plus, des paramètres liés aux conditions environnementales et aux conditions de fonctionnement des dispositifs peuvent aussi intervenir dans le phénomène de mise en suspension, néanmoins les effets de ceux-ci peuvent être délicats à appréhender. Ainsi, Hjemsted et Schneider (1996b), Chung (2000) et Chung et Brammer (2001) ont étudié l'effet de l'humidité relative de l'air ambiant dans lequel se produit la manipulation des échantillons. Selon le matériau testé, Les résultats ont mis en évidence des effets contradictoires lorsque l'humidité relative ambiante augmente, avec une augmentation et/ou une diminution de la mise en suspension. Par ailleurs, Chung (2000) et Chung et Brammer (2001) ont aussi étudié l'influence de la charge électrostatique sur la mise en suspension et ont là aussi constaté que les effets de ce paramètre pouvaient se révéler relativement difficiles à déterminer car celui-ci était, là encore, dépendant du matériau.

Tableau I-8. Paramètres étudiés dans les dispositifs de laboratoire et effets de leur variation sur la mise en suspension.

Paramètre	Gamme de variation du paramètre	Dispositif de test	Poudres	Effet de l'augmentation du paramètre sur l'émission de poussières	Auteurs
Paramètres liés à la poudre					
Teneur en eau de la poudre	20 à 50 %	Lit fluidisé	Chaux	Effet combiné avec autres paramètres	Sethi et Schneider, 1996
	0,001 à 0,4 % selon le matériau	Tambour rotatif et MRI	SiC et Al ₂ O ₃	Diminution NB : pas d'effet sur l'aérosol produit	Plinke <i>et al.</i> , 1992
	10 à 15 %	Lit fluidisé	Charbon, craie, cendres	Diminution	Schofield, 1981
	0,2 et 16 % selon le matériau	MRI	14 matériaux	Diminution ou augmentation selon le type de poudre	Cowherd <i>et al.</i> , 1989a
	0,8 à 2,0 % selon le matériau	Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	2 fertilisants, phosphate, sable	Diminution	Lundgren et Rangaraj, 1986 et 1988
	NC	Tambour rotatif	Charbon	Diminution	Jameson, 1984*
	Sec et entre 0,064 et 3 % selon le matériau	Tambour rotatif	TiO ₂ et Charbon	Diminution pour TiO ₂ et peu d'effet pour le charbon	Goodfellow et Smith, 1989
	2 à 8 %	Tambour rotatif	Charbon	Diminution surtout au-delà d'une valeur « critique »	Farrugia <i>et al.</i> , 1989
	6 à 17 % selon le matériau	Tambour rotatif	Charbon	Diminution surtout au-delà d'une valeur « critique »	Westborg et Cortsen, 1990
	NC	Tambour rotatif	39 produits chimiques	Pas d'effet ou augmentation	Janhunen <i>et al.</i> , 1988*
	0 à 14,5 % selon le matériau	Tambour rotatif	10 produits	Diminution pour les matériaux dont le contenu est supérieur à 2 % et pas d'influence pour ceux dont la valeur est inférieure	Pujara, 1997
	0 à 10 % selon le matériau		Différents matériaux	Diminution ou pas d'effet. Influence dépendante du type de matériau et du contenu initial	Swancutt et Mark, 2000

Forme des particules et rugosité de surface	Particules irrégulières et anguleuses ; rectangulaires sans irrégularités ; sphériques	Tambour rotatif	39 produits chimiques	Irrégulières (forte) > rectangulaires > sphériques (peu ou pas)	Janhunen <i>et al.</i> , 1988*
	Rugosité de surface	Chute (dispositif de Perra, 1984)	Al ₂ O ₃	Diminution	Authier-Martin, 1989
	Particules sphériques et floconneuses	Tambour rotatif	poudres de cuivre	floconneuses > sphériques NB : cet effet peut être dû aux écarts en termes de granulométrie et de masse volumique apparente des matériaux testés	Hjemsted et Schneider, 1996b
Additifs	Quelques %	Tambour rotatif	Produits chimiques	Diminution (facteur 6) quand addition de 2 % d'huile NB : quand addition de plus d'huile diminution des particules < 9 µm	Higman, 1986
			Talc	Diminution (facteur 30) quand addition de 1,5 % de glycérol	
	Huiles et cires (2 à 3 g/kg)	Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	2 fertilisants, phosphate, sable	Diminution	Lundgren et Rangaraj, 1986 et 1988
Distribution granulométrique de la poudre	Diamètre médian 3-4 à 25 µm	Tambour rotatif et MRI	SiC et Al ₂ O ₃	Diminution NB : pour une poudre donnée augmentation MeS spécifique quand diamètre augmente	Plinke <i>et al.</i> , 1992
	fraction de fines particules (0 à 100 %)			Diminution de la fraction mise en suspension pour les fines particules NB : distribution granulométrique de l'aérosol influencée par celles-ci	
	Diamètre médian 25 à 600 µm	MRI	14 matériaux	Diminution NB : des poudres ayant des diamètres médians proches ont des MeS très différentes	Cowherd <i>et al.</i> , 1989a
	Ecart-type géométrique 1,42 à 2,95			Augmentation	
	Diamètre médian 0,3 à 200 µm	Lit fluidisé	18 matériaux	Diminution (2 groupes : d ₅₀ < 2 µm et d ₅₀ entre 5 et 200 µm)	Sethi, 1997

	Proportion	Tambour rotatif	Mélanges de TiO ₂ (0,7µm) et de billes de verre (50 µm)	Résultats contradictoires NB : Maximum vers 98 % de grosses particules	Upton <i>et al.</i> , 1990
	Diamètre 3 à 53 µm		7 alumines monodispersées	Augmentation (maximum vers 25 µm)	
	Proportion de grosses particules		mélanges d'alumines (3, 9 et 45 µm)	Augmentation	
	Proportion de particules <50µm	Tambour rotatif	30 mélanges de résidus de combustion	Dépend de la proportion de fines particules (< 50 µm) maximum de poussière quand 15 % de particules < 50 µm	Higman, 1986
	Diamètre médian 1 à 350 µm	Tambour rotatif	18 produits	Diminution NB : des poudres ayant des diamètres médians proches ont des MeS très différentes	Pujara, 1997
	Diamètre médian 5-25 et > 25 µm	Dispersion	Billes de verre et TiO ₂	Diminution	Boundy <i>et al.</i> , 2006
	Addition de particules ≤ 10 µm	Chute	NC	Diminution	Andreasen <i>et al.</i> , 1939 **
	Différentes fractions (20, 33 et 45 µm)	Chute (dispositif de Perra, 1984)	Al ₂ O ₃	Pas d'influence	Authier-Martin, 1989
	Diamètre 1 à 10 µm	Lit fluidisé	Charbon, craie, cendres	Diminution	Schofield, 1981
Masse volumique apparente	0,73 à 1,07 g/cm ³	MRI	chaux	Diminution NB : effet sur l'aérosol produit / pas le même état initial, car la variation est obtenue par tassement de la poudre	Heitbrink, 1990b
	0,12 à 1,03 g/cm ³	MRI	14 matériaux	Diminution NB : des poudres ayant des masses volumiques apparentes proches ont des MeS très différentes	Cowherd <i>et al.</i> , 1989a
	0,85 à 1,25 g/cm ³	Chute (dispositif de Perra, 1984)	Al ₂ O ₃	Augmentation NB : poudres différentes	Authier-Martin, 1989

Type de poudre		Tambour rotatif et MRI	SiC et Al ₂ O ₃	Pas d'effet de la nature de la poudre	Plinke <i>et al.</i> , 1992
		MRI	14 matériaux	$5 \times 10^{-6} < K_{mes} < 3,42 \times 10^{-4}$	Cowherd <i>et al.</i> , 1989a
		Tambour rotatif	18 produits	$0 < K_{mes} < 1,2 \times 10^{-2}$	Pujara, 1997
		Lit fluidisé	Charbon, craie, cendres	Cendres > charbon > craie $0,02 \text{ à } 1000 \text{ mg.min}^{-1}$	Schofield, 1981
		Lit fluidisé	18 poudres	$2 \times 10^{-4} < K_{mes} < 5 \times 10^{-1}$	Sethi, 1997
		Tambour rotatif	8 poudres	$9 \times 10^{-5} < K_{mes} < 1,73 \times 10^{-2}$	Hjemsted et Schneider, 1993
		Tambour rotatif	Al ₂ O ₃	$10^{-5} < K_{mes} < 2 \times 10^{-2}$	Hjemsted et Schneider, 1996a
		Tambour rotatif	TiO ₂ et Charbon	TiO ₂ > charbon	Goodfellow et Smith, 1989
		Dispersion	Billes de verre, TiO ₂ et lactose	Billes de verre > TiO ₂ $2 \times 10^{-3} < K_{mes} < 0,2$	Boundy <i>et al.</i> , 2006
Cohésion	Cellule de cisaillement	Tambour rotatif	Silice	Diminution	Higman, 1986 et Higman <i>et al.</i> , 1984
	Tassement de la poudre	MRI	Chaux	Diminution	Heitbrink, 1990b
Coulabilité	Dispositif de Hall	Tambour rotatif	Al ₂ O ₃	Pas corrélable car pas d'écoulement	Hjemsted et Schneider, 1996a
	Dispositif de Hall	Tambour rotatif	Différents matériaux	Pas corrélable car pas d'écoulement	Breum, 1999
Mesures angulaires	Angle de repos	MRI	14 matériaux	Pas d'influence	Cowherd <i>et al.</i> , 1989a
	Angle de repos	Chute (dispositif de Perra, 1984)	Al ₂ O ₃	Pas d'influence	Authier-Martin, 1989
Débit massique (temps de déversement)	0,16 à 0,05 kg/s (déversement de 5kg en 30 à 90s)	Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	2 fertilisants, phosphate, sable	Effets différents selon le matériau	Lundgren et Rangaraj, 1986 et 1988, Lundgren, 1986

Paramètres liés aux dispositifs					
Masse de poudre	20 à 60 g	Lit fluidisé	Chaux	Effet combiné avec autres paramètres	Sethi et Schneider, 1996
	50 à 200 g		sable (fluidisant)		
	10 à 160 g	Tambour rotatif	Chaux	Augmentation de 10 à 80 g et diminution de 80 à 160 g	Heitbrink, 1990b
	25 à 200 g	Tambour rotatif	6 matériaux	Augmentation sauf pour le charbon	Breum, 1999
	6 à 200 g	Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	Craie (10 à 200 g) et silice (6 à 120 g)	Augmentation et/ou diminution NB : effet variable selon la hauteur et le mode de déversement	Davies <i>et al.</i> , 1988
	1 à 50 g	Entraînement dans un écoulement d'air	Al ₂ O ₃	Diminution	
Hauteur de chute	Jusqu'à 2,5 m	Chute	NC	Augmentation	Andreasen <i>et al.</i> , 1939 **
	0,25 à 2,5 m	Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	Craie (10 à 30 g)	Augmentation plus ou moins importante selon mode de déversement	Davies <i>et al.</i> , 1988
	0,25 à 2,5 m		silice (6 à 120 g)	Variable NB : effet de la masse et du mode de déversement	
				Diminution	
Hauteur de l'enceinte (volume)	90 et 150 cm	Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	2 fertilisants, phosphate, sable		Lundgren et Rangaraj, 1986 et 1988
Vitesse de rotation	40 et 60 tours/min	Tambour rotatif	Al ₂ O ₃	Résultats contradictoires Effet dépendant de la masse de produit	Hjemsted et Schneider, 1996a
Temps d'échantillonnage / de fonctionnement	0 à 180 s	Tambour rotatif	Différents produits	Emission instantanée ou continue	Hjemsted et Schneider, 1993
	3 et 10 min	Tambour rotatif	Al ₂ O ₃	Augmentation	Hjemsted et Schneider, 1996a
	0 à 700 s	MRI	Chaux	Augmentation jusqu'à un plateau Pas d'effet pour temps > 10 min	Heitbrink, 1990b
Diamètre du tube de décharge	0 à 600 s	Tambour rotatif		Augmentation	
	15 et 25 cm	Tambour rotatif Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	Al ₂ O ₃ 2 fertilisants, phosphate, sable	Augmentation jusqu'à 3 min Diminution	Lyons et Mark, 1994 Lundgren et Rangaraj, 1986 et 1988, Lundgren, 1986

Système de vibration Débit d'air	3 niveaux de fonctionnement et arrêt 4 à 75 l/min	MRI Tambour rotatif et dispositif de dispersion	Chaux 2 produits d'alimentation animale	Pas d'effet quand système en marche Augmentation quand système arrêté Augmentation NB : augmentation ou diminution du d_{50} selon dispositif ; augmentation de l'écart-type géométrique ; fraction de particules $< 15 \mu\text{m}$: augmentation pour le dispositif de dispersion , pas d'effet ou diminution pour le tambour	Heitbrink, 1990b Carlson <i>et al.</i> , 1992
	MRI : 5 à 27 L/min tambour : 5 à 20 L/min	MRI et tambour rotatif	Chaux	Augmentation NB : Effet variable sur l'aérosol produit selon le débit	Heitbrink, 1990b
	0,021 à 0,035 m ³ /s	Chute (dispositif de Wells et Alexander, 1978)	2 fertilisants, phosphate, sable	Augmentation (entre 0,021 et 0,029 m ³ /s) ou pas d'effet (entre 0,026 et 0,035 m ³ /s)	Lundgren et Rangaraj, 1986 et 1988 ; Lundgren, 1986
	50 et 80 l/min 20 à 40 l/min 25 à 35 l/min	Tambour rotatif Tambour rotatif Tambour rotatif	Al ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ charbon sec charbon humide, TiO ₂ sec et humide	Augmentation Augmentation Pas d'effet Augmentation	Hjemsted et Schneider, 1996a Lyons et Mark, 1994 Goodfellow et Smith, 1989
	6 à 14 l/min	Tambour rotatif	11 poudres	Peu d'effet quand normalisation par rapport au débit d'air mais augmentation de la quantité de poussières collectées	Pujara, 1997
Type de déversement	Versement instantané (masse) ou continu (jet)	Chute	Craie et silice	Prépondérance d'un mode de déversement dépendante du matériau, de la masse initiale et de la hauteur de chute Tambour > MRI (facteur 6)	Davies <i>et al.</i> , 1988
Type d'appareil		MRI et tambour rotatif	SiC et Al ₂ O ₃		Plinke <i>et al.</i> , 1992
		Tambour rotatif et chute	10 matériaux	Dispositif de chute donne des résultats inférieurs à ceux du tambour (fraction totale) Pas de relation « simple » entre les deux méthodes	Lyons et Mark, 1992
		Tambour rotatif, chute, Lit fluidisé	10 poudres	Classifications des poudres différentes selon le système	Higman <i>et al.</i> , 1984

* : cités dans Hjemsted et Schneider (1996a), ** : cités dans Davies *et al.* (1988), NC : non communiqué.

Les résultats obtenus dans l'ensemble de ces études expérimentales sont difficiles à comparer d'un point de vue quantitatif (Lyons et Mark, 1992 ; Burdett *et al.*, 2000). En revanche, d'un point de vue qualitatif, ils montrent que les poudres peuvent être classées en fonction de leur mise en suspension. Ainsi, certaines poudres sont classées au même « rang » par des dispositifs différents (Higman *et al.*, 1984 ; Higman, 1986) mais cela n'est pas vérifié pour l'ensemble des produits (Lyons et Mark, 1992). En effet, les résultats obtenus pour une même poudre testée dans plusieurs dispositifs de laboratoire peuvent être différents soit du fait du type d'appareil utilisé soit pour un même type du fait de la procédure utilisée et des conditions de l'essai (masse, hauteur, fonctionnement, etc.). Par ailleurs, les conditions de fonctionnement des dispositifs ont été vues comme étant autant de variables pouvant influencer les effets des paramètres étudiés ainsi que les résultats de mise en suspension obtenus (Davies *et al.*, 1988 ; Goodfellow et Smith, 1989 ; Hjemsted et Schneider, 1996a ; Breum, 1999).

Au niveau européen, le concept de « propension des poudres à former un aérosol » (en anglais « dustiness») a été développé et appliqué aux matériaux pulvérulents. Cette propension est un indice qui est évalué à partir de mesures sur l'aérosol généré par l'agitation de la poudre. Dans un souci d'harmonisation et de comparaison, la procédure d'essai fait l'objet d'une norme européenne (AFNOR, 2005) décrivant deux méthodes d'étude de mise en suspension : l'agitation dans un tambour rotatif et la chute libre dans un conduit vertical. Le choix des méthodes de référence s'est appuyé sur une étude européenne dans laquelle des essais ont été réalisés sur douze matériaux de référence (Burdett *et al.*, 2000). Les matériaux, testés au cours de cette étude, ont été choisis pour représenter diverses combinaisons de distributions granulométriques, de forces de cohésion et de forces électrostatiques.

Dans le cadre de la normalisation des essais, il a été défini différents niveaux d'émissivité, allant de très faible à élevé, en fonction d'une part, du dispositif utilisé, et d'autre part, des différentes fractions massiques des poussières générées (tableaux I-9 et I-10).

Tableau I-9. Classification du potentiel de mise en suspension à l'aide du tambour rotatif (AFNOR, 2005).

Catégorie du potentiel de mise en suspension	Fraction massique des poussières inhalables (mg/kg)	Fraction massique des poussières thoraciques (mg/kg)	Fraction massique des poussières alvéolaires (mg/kg)
Très faible	< 200	< 40	< 10
Faible	200 à 1000	40 à 200	10 à 50
Modéré	1000 à 5000	200 à 1000	50 à 250
Elevé	> 5000	> 1000	> 250

Tableau I-10. Classification du potentiel de mise en suspension à l'aide du dispositif de chute (AFNOR, 2005).

Catégorie du potentiel de mise en suspension	Fraction massique des poussières inhalables (mg/kg)	Fraction massique des poussières thoraciques (mg/kg)	Fraction massique des poussières alvéolaires (mg/kg)
Très faible	< 250	-	< 25
Faible	250 à 2500	-	25 à 125
Modéré	2500 à 12500	-	125 à 1250
Elevé	> 12500	-	> 1250

Parmi les études que nous avons présentées dans le tableau I-8, peu d'entre elles ont conduit à l'élaboration de corrélations permettant de quantifier la mise en suspension en fonction de la contrainte appliquée à la poudre. Nous présentons les quelques corrélations existantes pour le cas de la chute d'une poudre. Les expressions présentées ci-après ont été adimensionnées afin de rendre comparables les valeurs déterminées par ces corrélations.

Cowherd *et al.* (1989a) ont développé un système expérimental destiné à mesurer la capacité d'une poudre à se disperser (MRI dustiness tester – tableau I-7). Sur la base de leurs données expérimentales acquises sur les différentes poudres (noir de carbone, calcaires, colorants, chlorure de sodium, hydroxyde de calcium, etc.), Cowherd *et al.* (1989a) proposent une corrélation, permettant de calculer la fraction massique de matériau perdue lors de la chute en fonction des paramètres de celui-ci :

$$\frac{K_{mes}}{10^6} = 16,6 \times HR_{poudre}^{-0,75} \sigma_g^{3,9} \rho_b^{-1,2} d_{50}^{-0,45}, \quad (I-34)$$

où HR_{poudre} est la teneur en eau du matériau, ρ_b est masse volumique en vrac de la poudre (g/cm^3), d_{50} et σ_g sont respectivement le diamètre médian en masse et l'écart-type géométrique de la distribution granulométrique initiale de la poudre.

A partir de nouveaux résultats obtenus dans le même dispositif de tests (MRI) menés sur des poudres d'alumine et de carbure de silicium de différentes granulométries, une autre corrélation a été proposée par Plinke *et al.* (1992). Par ailleurs, les auteurs ont aussi réalisé des essais sur ces mêmes matériaux dans un autre dispositif (tambour rotatif). La corrélation obtenue, donnée par l'équation I-35, permet de déterminer la fraction mise en suspension :

$$\frac{K_{mes}}{10^9} = 5884 \times X^{2,5} HR_{poudre}^{-0,3} d_{50}^{-0,4}, \quad (I-35)$$

où X est le dispositif utilisé pour les tests (MRI = 1 et tambour rotatif = 2), HR_{poudre} est le contenu en eau de la poudre (-) et d_{50} diamètre médian en masse de la poudre (en μm)¹.

A titre illustratif, la figure I-21 compare ces deux corrélations en fonction du diamètre médian en masse. Pour les autres paramètres entrant dans ces corrélations, nous avons utilisé les valeurs déterminées pour nos matériaux (qui sont présentés au cours du chapitre suivant).

Cette figure montre que, pour les deux corrélations élaborées dans les études de Cowherd *et al.* (1989a) et Plinke *et al.* (1992) à partir du même dispositif (MRI), les résultats obtenus ne sont pas similaires avec au maximum 1 ordre de grandeur entre les deux corrélations. Cet écart peut être dû d'une part, aux matériaux utilisés pour réaliser les essais qui sont différents entre les deux études ce qui va avoir pour conséquence directe l'obtention de valeurs différentes et d'autre part, aux paramètres supplémentaires pris en compte dans la corrélation de Cowherd *et al.* (1989a) tels que la masse volumique apparente et l'écart-type géométrique de la distribution granulométrique du matériau.

¹ Les unités des paramètres entrant dans la corrélation sont différentes de celles apparaissant graphiquement dans la publication d'origine mais celles-ci ont été vérifiées auprès des auteurs.

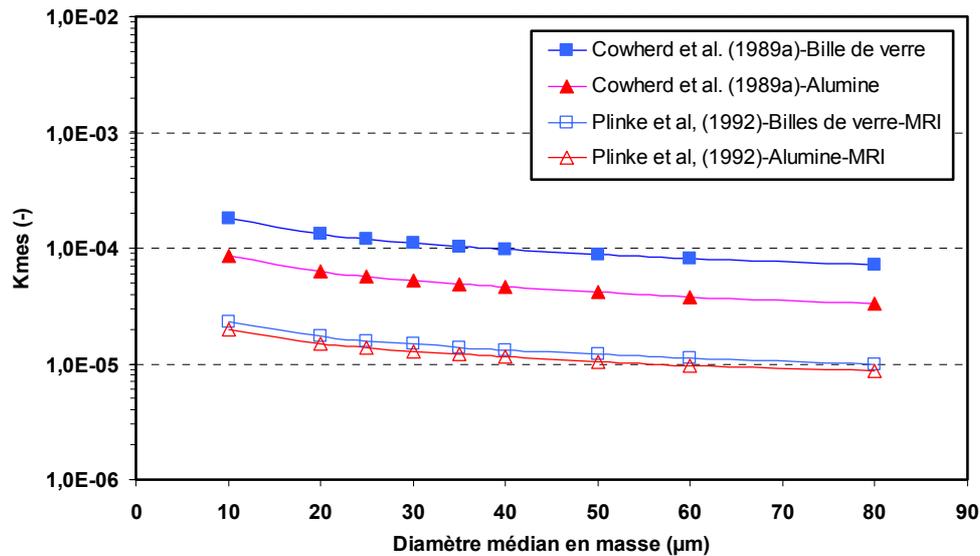


Figure I-21. Comparaison des corrélations de Cowherd et al. (1989a) et de Plinke et al. (1992) obtenues avec le dispositif MRI.

Les études résumées précédemment dans ce paragraphe ont été réalisées dans des dispositifs à petite échelle. Des études à plus grande échelle existent s'approchant de façon plus réaliste des procédés rencontrés dans le milieu industriel.

1.3.5.2. Etudes expérimentales sur la chute de poudre à grande échelle

Dans ce paragraphe, nous allons présenter les études réalisées plus spécifiquement sur la chute de poudre dans des installations de dimensions plus importantes que celles des dispositifs de laboratoire que nous avons vu au paragraphe précédent. Nous présenterons simultanément les modèles empiriques élaborés à partir des résultats expérimentaux.

Les premières études concernant la production de poussières ont été menées au sein d'installations de sites industriels. Ainsi, Cheng (1973) a étudié la production de poussières dans le cas de déchargement de charbon depuis un convoyeur. Ses résultats montrent que lorsque le débit massique du matériau décroît, la mise en suspension de poussières augmente. Cheng (1973) suppose que ceci est en relation avec l'air induit au cours de la chute, car la réduction du débit massique induit une augmentation de la surface de contact relative entre le

solide en chute et l'air. Cette augmentation peut être à l'origine de l'augmentation de la production de poussières par unité de masse du matériau testé.

Des études ont été développées dans d'autres secteurs industriels tels que l'industrie nucléaire où la mise en suspension accidentelle peut avoir des conséquences au niveau de la sûreté. Dans le but de fournir des données pour l'évaluation de cette source de contamination et des risques potentiels en découlant, Sutter *et al.* (1981 et 1982) ont mené une étude afin de déterminer les paramètres pouvant contribuer à la formation d'aérosols lors du déversement d'une poudre. Les expériences de chute ont été réalisées dans l'installation RART (Radioactive Aerosol Release Tank) ayant un volume de 20 m³ (figure I-22). Au cours des expériences, des mesures de masses mises en suspension ont été effectuées par prélèvements sur filtres à l'aide de quatre préleveurs à grand débit ($Q_p = 1,4 \text{ m}^3/\text{min}$) et les distributions granulométriques des aérosols produits ont été déterminées à l'aide d'un impacteur en cascade à fort débit ($Q_p = 0,56 \text{ m}^3/\text{min}$).

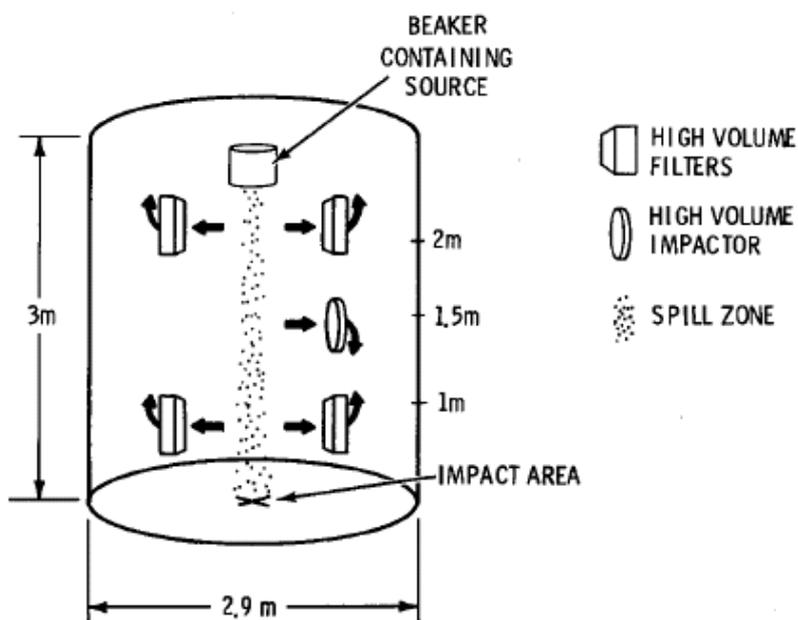


Figure I-22. Dispositif expérimental (RART) de Sutter *et al.*, 1981 et 1982.

Différentes expériences ont été menées en faisant varier la masse initiale de poudre (de 25 à 1000 g) et la hauteur de chute (1 et 3 m) pour deux types de poudres (TiO_2 et UO_2) dont les caractéristiques sont présentées dans le tableau I-11.

Tableau I-11. Caractéristiques des poudres utilisées dans l'étude de Sutter et al., 1981 et 1982.

Paramètres	UO ₂ appauvri	TiO ₂
Diamètre aérodynamique médian en masse (µm)	3,3	3,5
Diamètre géométrique médian en masse (µm)	1,0	1,7
Masse volumique (g/cm ³)	10,76	4,26
Masse volumique en vrac de la poudre (g/cm ³)	1,50	0,63
Angle d'écoulement (°)	~80	~80

Les résultats obtenus, présentés dans les tableaux I-12 et I-13, montrent que la masse et le diamètre aérodynamique médian en masse de l'aérosol produit augmentent avec la hauteur et la masse de poudre déversée. La valeur maximum de masse mise en suspension (correspondant à $K_{mes} = 1,2 \times 10^{-3}$) est obtenue pour une masse de 1000 g de TiO₂ chutant d'une hauteur de 3 m. A partir des données du tableau I-13, nous constatons que les particules sont mises en suspension sous forme d'agglomérats car les diamètres aérodynamiques médians des aérosols collectés sont supérieurs à ceux des poudres d'origine.

Tableau I-12. Masses collectées moyennes pour les poudres de TiO₂ et UO₂ (Sutter et al., 1981 et 1982).

Source (g)	3 m		1 m	
	TiO ₂ (g)	UO ₂ (g)	TiO ₂ (g)	UO ₂ (g)
1000	1,2230	0,7129	0,3363	0,0665
500	-	0,3598	-	0,0250
450	0,3835	-	0,03525	-
100	0,1092	0,0399	-	0,0052
25	0,0203	-	0,0035	-

Tableau I-13. Diamètres aérodynamiques médians massiques moyens (Sutter et al., 1981 et 1982).

Source (g)	3 m		1 m	
	TiO ₂ (g)	UO ₂ (g)	TiO ₂ (g)	UO ₂ (g)
1000	26,5	20,8	12,8	10,3
500	-	11	-	6,4
450	15	-	16	-
100	20	6	-	6,1
25	9,7	-	6	-

Les données obtenues au cours de cette étude, regroupées dans le tableau I-14, montrent que les valeurs des fractions mises en suspension (K_{mes}) obtenues pour des

expériences identiques peuvent varier de plus d'un ordre de grandeur. Au cours de leurs expériences, les auteurs ont constaté que les particules mises en suspension n'étaient pas réparties de façon homogène à l'intérieur de l'enceinte, celles-ci se trouvant surtout dans la partie basse de l'enceinte. De plus, toutes les chutes génèrent une part importante de particules inférieures à 10 µm pouvant être inhalées (tableau I-14).

Nous pouvons noter que les résultats présentés dans ces études ne prennent pas en compte l'évolution que peut subir l'aérosol mis en suspension au cours de la mesure. En effet, les auteurs ont considéré que les pertes de particules par sédimentation étaient négligeables par rapport aux particules qui sont collectées par les préleveurs.

Tableau I-14. Résultats de mise en suspension pour les différentes chutes de TiO₂ et UO₂ (d'après les données de Sutter et al., 1981 et 1982).

Poudre utilisée	Masse initiale (g)	Hauteur de chute (m)	K_{mes} (-)	Diamètre aérodynamique médian en masse (DAMM) (µm)	Fraction de particules < 10 µm
TiO ₂	1000	1	5,0×10 ⁻⁴	9,1	0,53
TiO ₂	1000	1	1,7×10 ⁻⁴	16,5	0,40
TiO ₂	1000	3	1,5×10 ⁻³	36,0	0,25
TiO ₂	1000	3	9,6×10 ⁻⁴	17,0	0,40
TiO ₂	451	1	8,0×10 ⁻⁵	16,8	0,42
TiO ₂	441,1	1	8,0×10 ⁻⁵	15,3	0,41
TiO ₂	471,9	3	1,9×10 ⁻³	21,0	0,34
TiO ₂	460,0	3	9,0×10 ⁻⁴	17,2	0,40
TiO ₂	450,4	3	3,3×10 ⁻⁴	5,8	0,62
TiO ₂	431,1	3	2,0×10 ⁻⁴	16,0	0,40
TiO ₂	100	3	1,2×10 ⁻³	27,0	0,31
TiO ₂	100	3	9,9×10 ⁻⁴	13,0	0,46
TiO ₂	25	1	1,0×10 ⁻⁴	4,7	0,62
TiO ₂	25	1	2,0×10 ⁻⁴	7,2	0,58
TiO ₂	25	3	7,0×10 ⁻⁴	9,6	0,50
TiO ₂	25	3	1,0×10 ⁻³	9,8	0,50
UO ₂	1000	1	6,0×10 ⁻⁵	11,0	0,46
UO ₂	1000	1	8,0×10 ⁻⁵	9,6	0,50
UO ₂	1000	3	2,3×10 ⁻⁴	3,1	0,25
UO ₂	1000	3	1,2×10 ⁻³	10,5	0,49
UO ₂	500	1	4,0×10 ⁻⁵	3,2	0,83
UO ₂	500	1	8,0×10 ⁻⁵	9,5	0,52
UO ₂	500	3	4,0×10 ⁻⁴	6,1	0,70
UO ₂	500	3	1,1×10 ⁻³	16	0,38
UO ₂	100	1	3,0×10 ⁻⁵	0,65	0,93
UO ₂	100	1	7,0×10 ⁻⁵	11,5	0,51
UO ₂	100	3	4,0×10 ⁻⁵	< 0,1	0,91
UO ₂	100	3	4,0×10 ⁻⁴	12,0	0,44

A partir des résultats obtenus dans cette étude, le tableau I-15 permet de synthétiser les influences des paramètres étudiés sur la fraction mise en suspension lorsque ceux-ci augmentent.

Tableau I-15. Influence de l'augmentation des paramètres étudiés sur la fraction mise en suspension (d'après Sutter *et al.*, 1981 et 1982).

Paramètres	Gamme	Effet sur mise en suspension
Type de poudre	TiO ₂ et UO ₂	TiO ₂ > UO ₂
Masse de poudre	25 à 1000 g	+
Hauteur de chute	1 et 3 m	+

Par la suite, ces résultats ont été utilisés par Ballinger *et al.* (1988) pour développer une corrélation permettant d'estimer la fraction mise en suspension dans le cas de la chute de poudre en air calme. Ils ont pour cela développé un code de calcul en faisant les hypothèses suivantes :

- Le développement du front de poudre est constant au cours de la chute et peut être caractérisé par un angle d'expansion.
- La quantité de particules mises en suspension est proportionnelle à la force traînée que subit le front de poudre.
- Le diamètre du front de poudre au début de la chute est égal au diamètre d'ouverture du verseur utilisé (bécher dans les expériences).

Sur la base de leurs résultats numériques et des résultats expérimentaux de Sutter *et al.* (1981 et 1982), les auteurs ont proposé une corrélation empirique qui est donnée par l'équation I-36 :

$$K_{mes} = 0,1064 \times \frac{m_0^{0,125} h^{2,37}}{\rho_b^{1,02}}, \quad (I-36)$$

où m_0 est la masse de poudre (0 à 5 kg), h la hauteur de chute (0 à 5 m), et ρ_b la masse volumique apparente de la poudre (1000 à 2000 kg/m³). Le coefficient de corrélation entre les valeurs calculées à l'aide de la relation empirique présentée ci-dessus et les résultats des calculs numériques est de 99,4 %, ce qui montre une représentation satisfaisante des données à l'aide de la corrélation. A titre d'illustration, nous avons représenté sur la figure I-23 les

données expérimentales de Sutter *et al.* (1981 et 1982) ainsi que les corrélations obtenues à l'aide de l'équation I-36 proposée par Ballinger *et al.* (1988).

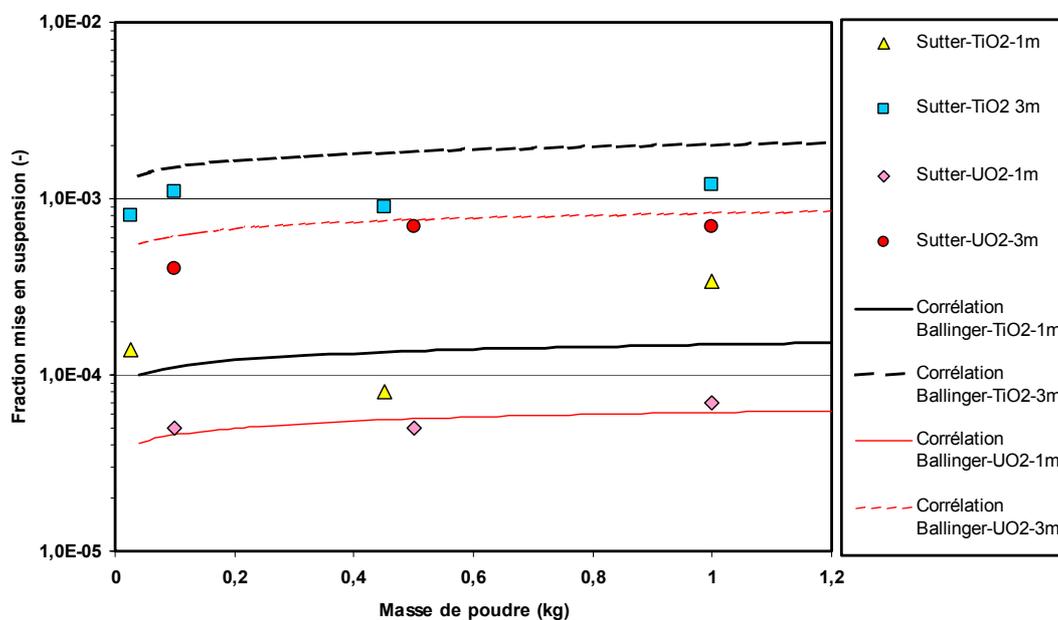


Figure I-23. Comparaison entre les résultats expérimentaux de Sutter *et al.* (1981 et 1982) et la corrélation de Ballinger *et al.* (1988).

Cette corrélation est celle qui est recommandée pour l'évaluation des fractions mises en suspension lors de scénario de chute de poudre (DOE Handbook, 1994). Il est précisé qu'il est nécessaire d'appliquer un facteur multiplicatif de 2, correspondant à la différence entre la valeur moyenne et la valeur maximale obtenue lors des chutes de 3 m, aux résultats obtenus tant que ceux-ci ne dépassent pas la valeur de 2×10^{-3} .

Au cours de sa thèse, Heitbrink (1990a) a déterminé l'influence de paramètres tels que la hauteur de chute (30, 60, 100 et 150 cm), le diamètre du paquet de poudre (4, 7 et 10 cm), et la masse de poudre (12, 50, 200 g) sur la mise en suspension lors de la chute d'une poudre sous forme d'un paquet. Pour cela deux poudres d'alumine, notées LPA 20 et LPA 40, ayant des diamètres aérodynamiques médians massiques respectivement égaux à 20 et 40 μm , ont été déversées sous forme de paquet à l'intérieur du dispositif représenté sur la figure I-24. Les

concentrations numériques et les granulométries des aérosols produits au cours des chutes ont été mesurées en continu à l'aide d'un APS (Aerodynamic Particle Sizer).

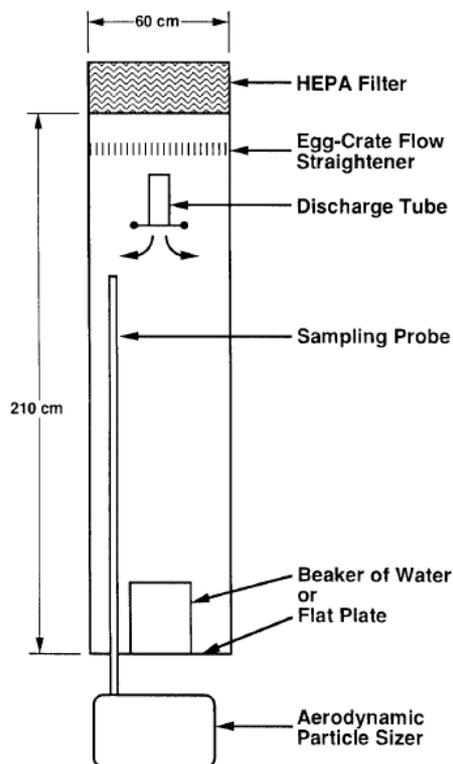


Figure I-24. Dispositif expérimental utilisé par Heitbrink (1990a) et Heitbrink et al. (1992).

De plus, afin d'étudier l'influence de la surface d'impact et de pouvoir différencier l'aérosol produit pendant la chute de celui produit au moment de l'impact, le paquet de poudre s'impacte soit à même le sol (surface solide), soit dans un récipient d'eau qui permet, d'après l'auteur, de supprimer la génération de particules associée à l'impact se produisant à la fin de la chute.

Pour l'ensemble des expériences réalisées, les valeurs de concentrations particulières moyennes, mesurées entre 200 et 300 s après la chute, sont comprises dans une gamme allant de 7 à 300 particules/cm³.

Les principaux résultats de cette étude sont les suivants :

- La concentration particulaire croît lorsque la hauteur de chute ou la masse de poudre augmentent.

- La concentration particulaire diminue lorsque l'impact se produit sur la surface liquide au lieu de la surface solide, ce qui montre qu'une fraction non négligeable de l'aérosol mis en suspension est généré au moment de l'impact sur une surface solide.

- La surface d'impaction a une influence sur la granulométrie de l'aérosol pour la poudre de 20 µm : décalage des distributions granulométriques vers des diamètres de particules plus importants. Cet effet n'a pas été mis en évidence pour la poudre de diamètre médian égal à 40 µm.

- La concentration augmente légèrement lorsque le diamètre du paquet de poudre augmente.

- L'observation de particules de diamètre aérodynamique de 20 µm à la fin des mesures indique la présence d'un mouvement d'air persistant dans l'enceinte qui permet de maintenir ces particules en suspension. Des mesures de vitesses d'écoulement d'air ont mis en évidence deux zones à l'intérieur de l'enceinte : une zone au centre où l'air a un mouvement descendant (vitesse de 0,058 m/s) et une zone près des parois où l'écoulement d'air est ascendant (vitesse de 0,112 m/s).

Pour synthétiser ces résultats, les diverses influences mises en évidence par Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) sont regroupées dans le tableau I-16 en fonction du paramètre étudié.

Tableau I-16. Paramètres d'étude et effet sur la concentration particulaire.

Paramètre	Poudre	Effet
Hauteur de chute	LPA 20	+
Diamètre de fuite	LPA 20	+
Masse	LPA 20 et LPA 40	+
Hauteur de prélèvement (30 et 150 cm)	LPA 20	Pas d'effet
Surface d'impaction	LPA 20 et LPA 40	- (quand passage de solide à liquide)

A partir des résultats obtenus, des corrélations empiriques sont proposées par l'équation I-37 dont les coefficients sont regroupés dans le tableau I-17 :

$$\ln(C) = B_0 + B_1S + B_2\ln(X), \quad (I-37)$$

où X représente soit la hauteur de chute (cm) soit la masse initiale de poudre (g) et S est la surface d'impaction (S = 0 pour la surface solide et S = 1 pour la surface liquide).

Tableau I-17. Coefficients de l'équation I-37 (Heitbrink, 1990a et Heitbrink et al., 1992).

Analyse statistique	Paramètre		
	Hauteur de chute	Masse de LPA20	Masse de LPA40
B2	1,11 ± 0,28	0,61 ± 0,15	0,35 ± 0,20
Exp(B1)	0,60	0,54	0,54
(intervalle de confiance à 95%)	(0,38-0,85)	(0,28-0,70)	(0,36-0,80)
R ²	0,73	0,89	0,52

Une autre corrélation prenant en compte l'ensemble des paramètres étudiés ainsi que les interactions est proposée par Heitbrink (1990a) pour la poudre de diamètre médian égal à 20 µm :

$$\ln(C) = -4,1 + 1,1 \ln(h) + 0,56 \ln(m_0) + 0,45 \ln(D_{\text{paquet}}) - 1,66 S + 0,71 (S \times \ln(D_{\text{paquet}})), \quad (I-38)$$

où h est la hauteur de chute (cm), m_0 la masse initiale de poudre (g), D_{paquet} le diamètre du paquet de poudre (= diamètre du verseur) (cm) et S la surface d'impaction (S = 0 pour la surface solide et S = 1 pour la surface liquide).

Plinke *et al.* (1991) ont mené des expériences de chute avec 4 matériaux (sable, chaux, ciment et farine) afin de déterminer les effets de paramètres tels que la teneur en eau du matériau (0,1 à 15 %), la hauteur de chute (25 à 150 cm) et le débit massique (0,02 à 2,5 kg/s) sur la quantité et la distribution granulométrique des particules mises en suspension.

Le dispositif expérimental, utilisé dans cette étude pour effectuer les chutes, est composé de deux sections distinctes (une section où a lieu l'émission des particules et une section où sont réalisées les mesures) afin de pouvoir examiner indépendamment les mécanismes de génération et de transport des poussières (figure I-25).

Le déversement de la poudre est réalisé à partir d'un entonnoir dont la sortie est une section droite dont le diamètre est variable (24, 37 et 49 mm). Cette configuration permet de

pouvoir faire varier le débit massique de l'écoulement et il en résulte que la masse déversée varie entre 2 et 10 kg selon la poudre.

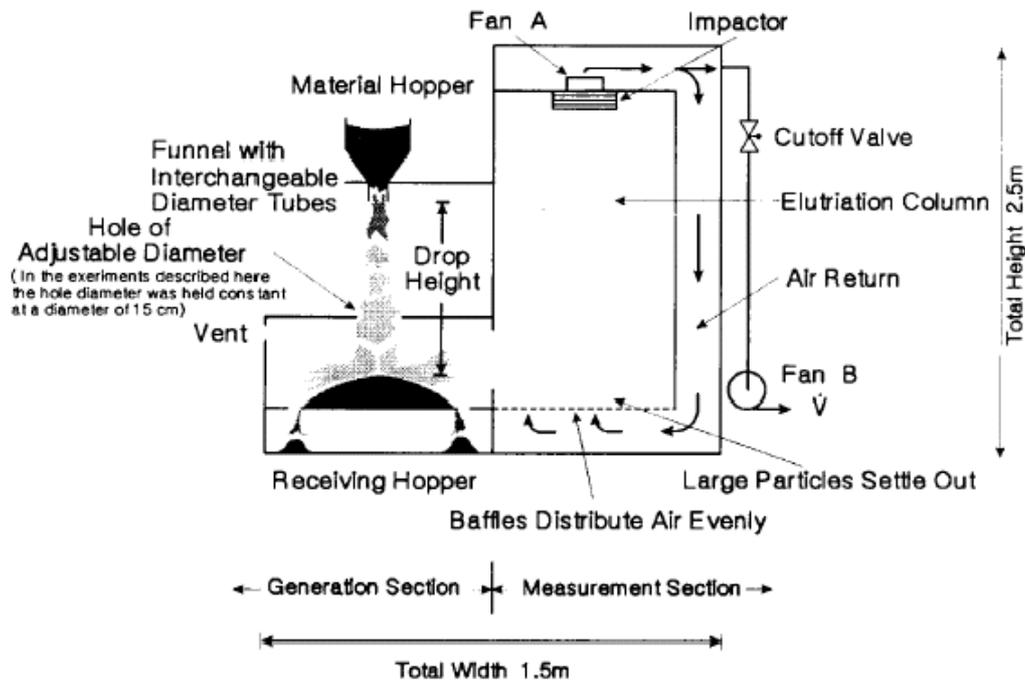


Figure I-25. Dispositif expérimental de Plinke et al. (1991) pour l'étude de la chute de poudre.

Au cours des chutes, la poudre est déversée sur un tas, préalablement formé, constitué du même matériau que celui utilisé pour l'expérience. Aucune indication de masse, de taille ou de volume de ce tas, n'est donnée. En revanche, il est précisé que ce tas a une forme « naturelle » et a été obtenu dans les mêmes conditions de chute que celles de l'expérience.

Après la chute, les particules sont entraînées vers la section de mesure par un mouvement d'air. Avant d'arriver au niveau de l'impacteur en cascade, l'air passe préalablement dans un élutriateur afin d'effectuer une sélection des particules pour qu'il n'y ait pas d'aérosol de diamètre aérodynamique supérieur à 25 μm . La masse de particules collectées sur chacun des étages de l'impacteur permet de déterminer la masse mise en suspension pour chaque classe granulométrique. Ces résultats sont ensuite utilisés afin de déterminer une fraction mise en suspension spécifique en fonction du diamètre aérodynamique (équation I-39).

$$K_{mes\ i} = \frac{(m_{mes})_i}{m_0 \times f(d_i)} \quad (I-39)$$

Ensuite, il est possible de calculer la fraction mise en suspension totale à l'aide de l'équation I-40 :

$$K_{mes} = \frac{m_{mes}}{m_0} = \frac{\sum (m_{mes})_i}{m_0}, \quad (I-40)$$

où m_{mes} est la masse mise en suspension (mg) et m_0 est masse initiale de poudre (mg).

Pour toutes les poudres testées, la mise en suspension de particules augmente avec la hauteur de chute. La fraction mise en suspension diminue avec l'augmentation du débit massique pour le sable, le ciment et la farine. En revanche, cette fraction augmente pour la chaux. En ce qui concerne l'effet de la teneur en eau de la poudre, les résultats indiquent que pour le sable et la chaux, la fraction mise en suspension est fortement dépendante de la teneur en eau du matériau, pour le ciment et la farine ce paramètre ne semble avoir qu'un léger effet.

A partir des mesures de débit d'air induit réalisées au cours des chutes, les auteurs montrent que pour trois des matériaux (le ciment, le sable et la chaux), la fraction mise en suspension diminue lorsque le débit d'air entraîné spécifique augmente.

Les auteurs ont aussi observé que lorsque le débit massique augmente, la poudre pénètre plus dans le tas formé au bas de l'écoulement, ce qui réduit les forces au moment de l'impact et ainsi diminue la mise en suspension. Cet effet a été constaté pour tous les matériaux excepté la farine qui s'écoule le long du tas. Cet effet permet d'expliquer l'augmentation de la mise en suspension dans le cas de la chaux car il a été observé dans ce cas la création d'un cratère au niveau du tas du fait de la compression de celui-ci par l'écoulement : les forces de séparation lors de l'impact vont être plus importantes du fait de l'importance du rebond qui est moins amorti.

L'ensemble des résultats de cette étude, présentés sous forme graphique, montre que les fractions mises en suspension sont globalement comprises entre 10^{-7} et environ 5×10^{-3} . Les valeurs les plus élevées ayant été mesurées pour le sable.

A partir de leurs résultats expérimentaux, Plinke *et al.* (1991) ont développé une corrélation (équation I-41) permettant de calculer, en fonction des paramètres indépendants étudiés, la fraction massique de poussières produites pour une taille de particule donnée² :

$$(K_{mes})_i = \alpha \times h^A \times Q_m^B \times HR_{poudre}^C \times f(d_i)^E \times [DAMM_i \times \ln(DAMM_i/25)]^G, \quad (I-41)$$

où h est la hauteur de chute (m), Q_m est le débit massique d'écoulement (kg/s), HR_{poudre} est la teneur en eau de la poudre (%), $f(d_i)$ est la fraction massique de particules de diamètre d_i dans le matériau, $DAMM$ est le diamètre aérodynamique médian massique (mesure par impacteur) (μm) et α, A, B, C, E et G sont les coefficients d'ajustement aux données expérimentales déterminés pour chaque poudre testée (tableau I-18).

Tableau I-18. Coefficients d'ajustement pour chaque poudre (équation I-61) (d'après les données de Plinke *et al.*, 1991)

	Sable	Chaux	Ciment	Farine
Constante (α)	0,57	0,56	3,42	134
A	1,06	1,51	1,02	1,13
B	-0,69	0,37	-0,07	-0,36
C	-0,76	-1,60	-0,32	-2,66
E	-0,66	-0,74	-0,83	-0,49
G	0,87	1	1,32	1,47
R ²	0,83	0,92	0,93	0,72

Bien que les mesures de fractions mises en suspension sur les différentes poudres utilisées n'aient pas été effectuées dans les mêmes conditions de débit d'écoulement, de hauteur de chute, de teneur en eau et de distribution granulométrique, l'étude de Plinke *et al.* (1991) a permis d'identifier des variables comme ayant un effet soit sur les forces de liaison qui maintiennent les particules entre elles soit sur les forces de séparation qui vont contribuer à la dispersion des matériaux. La mise en suspension de particules est accentuée par l'augmentation des forces de séparation qui peuvent être dues à une plus grande énergie fournie aux particules notamment lorsque la hauteur de chute augmente. En revanche, la génération est diminuée lorsqu'il y a augmentation des forces de liaison interparticulaires comme dans le cas d'addition d'eau au matériau initial. Toutefois, la fraction mise en

² L'expression de la corrélation donnée par l'équation I-41 est légèrement différente de celle apparaissant dans la publication d'origine mais a été vérifiée auprès des auteurs.

suspension peut varier fortement suivant le matériau mis en jeu. D'après les auteurs, ceci serait dû aux propriétés des poudres (forme, coulabilité, propriétés de surface, etc.). Pour résumer cette étude, Le tableau I-19 propose une synthèse des effets observés.

Tableau I-19. Influence de l'augmentation des paramètres étudiés sur la fraction mise en suspension pour chaque poudre utilisée (d'après Plinke et al., 1991).

Variabiles	Sable	Chaux	Ciment	Farine
Débit massique de matière (kg/s)	-	+	-	-
Hauteur de chute (cm)	+	+	+	+
Contenu en eau (%)	-	-	-	-

Suite à cette étude, les auteurs ont effectué des expériences complémentaires afin de déterminer l'influence des paramètres mis en évidence ainsi que celle de paramètres additionnels, d'une part, sur les forces de liaison interparticulaires représentées par la cohésion (Plinke *et al.*, 1994b), et d'autre part, sur les forces de séparation à partir de l'évaluation de l'impaction (Plinke *et al.*, 1994a). Ces deux études ont mené chacune à l'élaboration de corrélations (équations I-31 et I-33).

Pour estimer l'influence des différentes forces contribuant à la mise en suspension de particules lors de manipulation de poudre (cohésion et impaction), Plinke *et al.* (1995) ont mené une étude en simulant un procédé de transport de poudre. Le dispositif utilisé est du même type que celui décrit précédemment (figure I-25) excepté le type de déversement de la poudre qui est, dans ce cas, effectué à partir d'un convoyeur.

Afin de mettre en évidence l'influence des variables déterminées comme prépondérantes dans la mise en suspension (fraction massique des particules, forces d'impaction et de cohésion), différents paramètres contribuant à chacune d'elles tels que la hauteur de chute (0,25 à 1,25 m), le débit massique de poudre (0,1 à 0,6 kg/s), le type de poudre, la teneur en eau du matériau (0 à 6 %) et la distribution granulométrique des particules ($d_{ae} < 5\mu\text{m}$, entre 5 et $25\mu\text{m}$ et $> 25\mu\text{m}$) ont été étudiés.

A partir des résultats obtenus pour différentes poudres (TiO_2 , chaux, billes de verre et lactose), Plinke *et al.* (1995) ont montré que la mise en suspension augmente lorsque la cohésion diminue ou lorsque le diamètre médian en masse des particules diminue et que la quantité de particules générées augmente lorsque l'impaction augmente. Ils ont de plus mis en évidence un effet de la cohésion plus important que celui de l'impaction avec un facteur 3

entre les deux contributions. Les résultats, aussi présentés sous forme graphique, montrent que les fractions massiques mises en suspension varient entre environ 3×10^{-6} et environ 10^{-1} .

Plinke *et al.* (1995) propose ainsi une corrélation, équation I-42, permettant de déterminer la fraction mise en suspension pour chaque classe granulométrique en fonction de la fraction des particules considérées dans le matériau initial ($f(d_i)$), de la cohésion et de l'impaction :

$$(K_{mes})_i = e^{-9,1 \pm 0,96} f(d_i)^{-0,2 \pm 0,03} \times \frac{(Impaction)^{1,0 \pm 0,27}}{(Cohésion)^{3,0 \pm 0,11}}, \quad (I-42)$$

où les termes de cohésion et d'impaction sont déterminés à l'aide des équations I-31 et de l'équation I-33.

La comparaison entre les valeurs prédites par la corrélation et celles obtenues expérimentalement montrent que 85 % des valeurs obtenues par l'équation I-42 sont à environ un facteur 4 des valeurs réelles. Compte tenu de cet écart, les auteurs préconisent de préférer des mesures directes de la cohésion et de l'impaction plutôt que l'utilisation des corrélations pour leur détermination.

Plus récemment, des études ont été réalisées par Gensdarmes *et al.* (2003a, 2003b et 2004) afin de déterminer l'influence de divers paramètres sur la mise en suspension lors de chutes de poudres. Dans ces études, les fractions massiques de particules mises en suspension et les granulométries des aérosols émis ont été déterminées pour différents scénarios de chutes de poudres. Des expériences ont consisté à faire chuter dans une enceinte différentes masses de poudre de billes de verre, comprises entre 10 et 210 g, à partir d'un entonnoir de 15 mm de diamètre (Gensdarmes *et al.*, 2003a et 2003b) et de mesurer les fractions massiques de particules mises en suspension. Pour cela, deux méthodes de prélèvement ont été utilisées. La première méthode consiste à réaliser la collecte des particules à l'aide d'un préleveur à fort débit ($Q_p = 21 \text{ m}^3/\text{h}$) et la seconde méthode utilise des préleveurs dont les débits sont plus faibles afin de déterminer la répartition spatiale de l'aérosol à l'intérieur de l'enceinte. Les résultats ont montré que pour des masses initiales de poudre supérieures à 50 g, les fractions mises en suspension étaient peu dépendantes de ce paramètre et que la valeur moyenne était de l'ordre de 3×10^{-3} . Par ailleurs, les résultats ont montré l'existence d'un important gradient

vertical de concentration de l'aérosol produit lors de la mise en suspension de la poudre comme cela avait été constaté précédemment par Sutter *et al.* (1981 et 1982).

A la suite, Gensdarmes *et al.* (2004) ont réalisé des expériences de chute dans une enceinte similaire à celle de Sutter *et al.* (1981 et 1982) pour étudier l'influence du diamètre médian de la poudre (4, 17 et 44 μm), de la hauteur de chute (3 et 5 m), de la masse initiale déversée (1 et 3 kg) et du mode de déversement (fuite et paquet) sur la mise en suspension de poudres d'alumine.

1.3.5.3. Etudes sur la dispersion des particules et l'exposition des travailleurs

Nous venons de présenter les études portant sur la détermination des quantités de matières pouvant être mises en suspension lors du phénomène de chute de poudre en fonction des différents paramètres influents. Nous nous intéressons maintenant aux études portant sur l'évolution des particules et leurs éventuelles répercussions en termes d'exposition des travailleurs.

Ainsi, afin de déterminer et modéliser l'évolution des particules après leur mise en suspension, Cooper et Horowitz (1986) ont comparé les deux modèles couramment utilisés pour évaluer la dispersion de contaminant. Le premier modèle est celui du mélange homogène dans lequel la concentration est identique en tout point du volume quelle que soit la distance à la source. Le second est le modèle de la diffusion turbulente dans lequel la concentration varie de façon monotone en fonction de la distance à la source.

Afin de déterminer la masse de particules produites au cours d'une chute, ils ont réalisé quelques expériences préliminaires dans un dispositif de diamètre égal à 17 cm et de hauteur égale à 1 m. Les fractions mises en suspension déterminées sont comprises entre 8×10^{-3} et $1,1 \times 10^{-2}$, ce qui est supérieur aux résultats obtenus dans l'étude de Sutter *et al.* (1981 et 1982).

Afin de valider les modèles envisagés, ils ont effectué des expériences, dans une pièce ventilée à échelle 1 (débit de ventilation égal à $0,81 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$), en faisant chuter de la poudre depuis une hauteur de 1 m et en mesurant la masse de particules collectées à l'aide de préleveurs placés à différentes distances de la source (1, 3 et 5 m). Les résultats ont montré

que le modèle de mélange homogène est valide lorsque l'on se trouve loin de la source et le modèle de diffusion turbulente, quant à lui, est valide lorsque l'on se trouve en champ proche de la source. En revanche, entre ces deux situations extrêmes, aucun des deux modèles ne semble adéquat pour représenter correctement l'évolution de l'aérosol. Les auteurs suggèrent qu'un autre modèle doit être élaboré afin de pouvoir décrire l'évolution de la concentration en tout point d'une enceinte dans laquelle se produit une chute de poudre.

Cowherd *et al.* (1989b) ont réalisé une étude portant sur des opérations de manipulation de poudres dans un laboratoire (figure I-26) afin de déterminer la mise en suspension au cours de ces opérations, ainsi que le transfert des particules dans la pièce. Les auteurs ont aussi déterminé l'exposition des travailleurs en effectuant des mesures des fractions alvéolaires. Pour cela, ils ont utilisé quatre des matériaux testés par Cowherd *et al.* (1989a) afin de pouvoir comparer leurs résultats avec ceux obtenus à l'aide du dispositif MRI, permettant de caractériser la propension d'une poudre à se mettre en suspension.

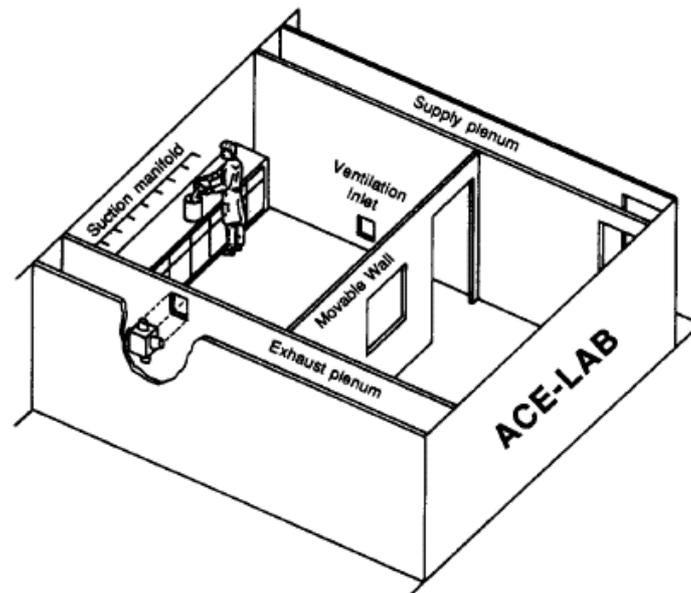


Figure I-26. Représentation du laboratoire expérimental de Cowherd *et al.* (1989b).

Les paramètres retenus pour cette étude sont la méthode de transfert de la poudre (versement continu ou transvasement par petites quantités), la hauteur à laquelle est faite l'opération et la ventilation de la pièce (taux de renouvellement horaire). Les mesures ont été effectuées à différents endroits à l'intérieur de la pièce et dans le système de ventilation.

Les résultats de fractions mises en suspension sont compris entre 10^{-5} et $1,85 \times 10^{-4}$ selon la poudre, avec les valeurs les plus élevées obtenues pour la poudre de chlorure de sodium.

Les principales conclusions de cette étude sont présentées dans la liste ci-dessous :

- Les émissions selon les deux types de transfert sont comparables entre elles ainsi qu'avec celles déterminées à l'aide du dispositif MRI.

- La concentration particulaire diminue lorsque la ventilation de la pièce augmente.

- La concentration est uniforme dans l'ensemble de la pièce, ce qui permet de dire que la ventilation a un effet en termes d'homogénéisation. Ainsi, Cowherd *et al.* (1989b) concluent qu'une mesure effectuée par prélèvement au niveau du système d'extraction de la pièce est représentative de la quantité totale de particules mises en suspension.

- Pour un matériau donné, le rapport entre la fraction alvéolaire et la fraction totale est constant et peut être mis en relation avec la fraction massique de particules de diamètre inférieur à $53 \mu\text{m}$ présentes dans le matériau d'origine.

Les auteurs proposent une méthodologie permettant de corriger la valeur obtenue grâce à la corrélation (équation I-34) proposée par Cowherd *et al.* (1989a) afin de prendre en compte des hauteurs et des conditions de ventilation différentes de celles pour lesquelles la corrélation a été obtenue (hauteur = 25 cm et $R = 4,5 \text{ h}^{-1}$). Cowherd *et al.* (1989b) proposent une relation s'exprimant par l'équation I-43 :

$$K_{h,R} = K_{25;4,5} \times \frac{h}{25} \times \alpha, \quad (\text{I-43})$$

où $K_{h,R}$ est la fraction massique mise en suspension pour une hauteur h et un taux de renouvellement R , $K_{25;4,5}$ est la valeur obtenue à l'aide l'équation I-34, h est la hauteur depuis laquelle est réalisée la manipulation de poudre (m) et α est un facteur permettant de prendre en compte le taux de renouvellement horaire (h^{-1}) du local par rapport à celui du dispositif de laboratoire (figure I-27).

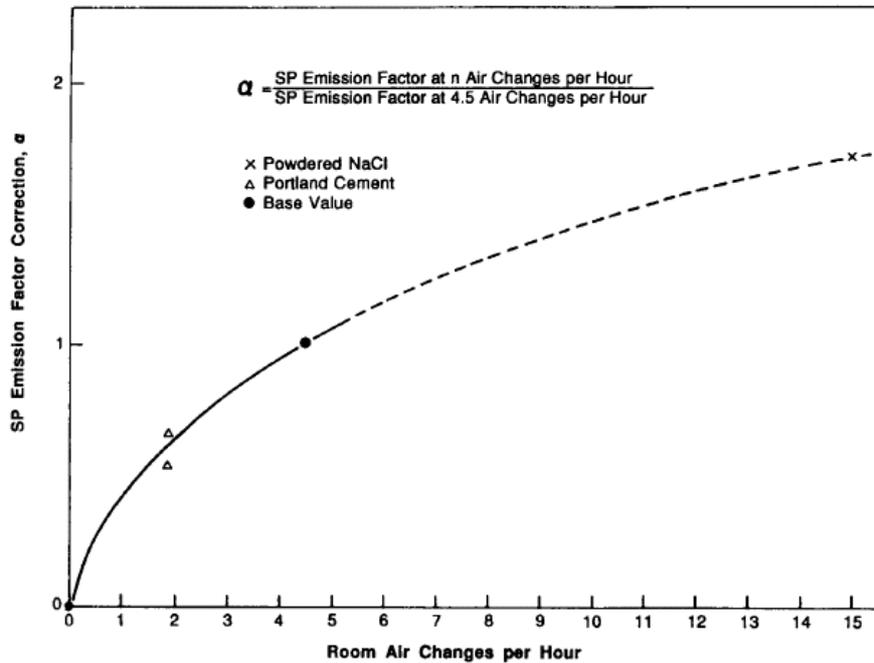


Figure I-27. Détermination du facteur de correction du taux de renouvellement (Cowherd *et al.*, 1989b).

A partir de la valeur déterminée par l'équation I-43, Cowherd *et al.* (1989b) proposent une relation pour déterminer la concentration particulaire moyenne, \bar{C}_{totale} , suivant :

$$\bar{C}_{totale} = \frac{K_{h,R} \times m_0}{Q_p \times t}, \quad (I-44)$$

où m_0 est la masse de poudre manipulée (kg), Q_p le débit de ventilation (m^3/h) et t le temps de mesure (h).

Afin de déterminer l'applicabilité des mesures réalisées dans les dispositifs de laboratoire à la prédiction de l'exposition professionnelle, Heitbrink *et al.* (1990) ont confronté les résultats obtenus à l'aide de deux types d'appareils de laboratoire (tambour rotatif Heubach Dust Measurement Appliance et MRI dustiness tester) et les résultats obtenus à différents sites de manipulations de poudres. Leurs résultats ont montré que, dans certains cas, les mesures effectuées en laboratoire pouvaient donner des indications quant à l'exposition des travailleurs (moyennant quelques ajustements notamment pour prendre en compte l'effet d'échelle). Ils ont aussi montré que pour certaines opérations, il n'était pas possible de corréliser les résultats obtenus sur les sites et ceux obtenus en laboratoire.

Les auteurs concluent que les indices déterminés par les appareils de laboratoire peuvent donc être utilisés à titre indicatif mais ne permettent pas de prédire l'exposition réelle des travailleurs à leur poste. Pour pouvoir déterminer avec exactitude cette exposition, il faut pour cela effectuer des mesures sur site car les appareils de laboratoire ne permettent pas de la prédire.

1.4. Conclusions du chapitre I

Ce chapitre a été l'occasion de présenter la synthèse bibliographique réalisée sur les travaux menés dans le domaine de l'évaluation des émissions de poussières par les poudres. De plus, notre travail de recherche se situant aux confins de deux domaines distincts, il nous est apparu nécessaire d'exposer auparavant quelques rappels concernant les diverses propriétés caractéristiques d'une part, des matériaux granulaires, et d'autre part, des aérosols.

Notre revue bibliographique a montré que les études traitant de la mise en suspension de poudres sont très diverses et intéressent l'ensemble des domaines industriels. Par ailleurs, nous avons présenté les différents dispositifs utilisés ainsi que les techniques de mesure mises en œuvre pour évaluer la propension d'une poudre à se mettre en suspension. De plus, les travaux recensés ont montré la grande diversité des matériaux étudiés.

L'ensemble des résultats disponibles dans la littérature scientifique montre que la mise en suspension de particules est un phénomène très complexe dépendant d'une multitude de paramètres, comme le montre le tableau I-20, à la fois liés aux matériaux (de par leurs propriétés physico-chimiques) mais aussi aux dispositifs utilisés pour la réalisation des essais et à leurs paramètres de fonctionnement.

Tableau I-20. Paramètres pouvant influencer la mise en suspension dans le cas d'une chute de poudre.

Paramètres liés aux conditions de la chute
Hauteur de chute
Volume de l'enceinte
Surface du plan d'impaction (nature et inclinaison)
Ventilation de l'enceinte
Type de déversement de la poudre
Diamètre de l'orifice d'écoulement ou du paquet de poudre
Débit massique de poudre
Masse initiale de poudre
Humidité relative et température dans l'enceinte
Paramètres liés aux propriétés de la poudre et des particules
Granulométrie des particules
Morphologie des particules (particules sphériques ou anguleuses)
Masses volumiques de la poudre et des particules
Coulabilité de la poudre
Compacité / porosité de la couche de poudre
Teneur en eau de la poudre et réactivité vis-à-vis de l'eau
Forces interparticulaires et cohésion

La liste suivante regroupe les paramètres et propriétés des poudres qui ont été étudiés dans la littérature en fonction de leur influence constatée sur la mise en suspension et des résultats significatifs qui ont été obtenus : la taille des particules et la distribution granulométrique, la masse de poudre et la masse volumique apparente de la poudre, le contenu en humidité, les propriétés rhéologiques des poudres (mesures angulaires, cohésion, coulabilité). Les paramètres absents de la liste précédente sont notamment : la forme des particules, la porosité et la surface spécifique des poudres, la masse volumique du matériau constitutif. Néanmoins, nous avons pu constater que, jusqu'à un certain degré, la littérature est quelque peu contradictoire concernant les paramètres influents la mise en suspension d'un matériau pulvérulent.

La revue bibliographique réalisée a aussi permis de recenser les corrélations disponibles permettant d'évaluer la mise en suspension. En revanche, il n'existe aucun modèle physique.

Cette première étape a servi à déterminer la stratégie expérimentale à adopter afin d'évaluer et de caractériser la mise en suspension lors d'une chute de poudre. Ainsi, les

informations recueillies dans la littérature nous ont permis de définir la méthodologie à mettre en œuvre pour la réalisation de nos expériences de chutes : le dispositif expérimental et l'instrumentation utilisée afin de caractériser les particules mises en suspension ainsi que les paramètres retenus pour notre étude.

Par ailleurs, nous avons vu que la caractérisation des poudres nécessite de déterminer les propriétés collectives des poudres, mais aussi celles des éléments constitutifs de celles-ci que sont les particules. De plus, pour disposer de données les plus réalistes possible et les plus proches du terme source, nous avons considéré comme primordial de prendre en compte les caractéristiques de l'aérosol mis en suspension et son évolution au cours des mesures effectuées. Ceci nous a donc amenés à développer une méthode de traitement afin de pouvoir disposer de résultats les plus réalistes possible et les plus proches du terme source.

II. Dispositif expérimental, méthodes de mesure et d'analyse

Dans cette partie, nous détaillons le dispositif expérimental utilisé pour réaliser les expériences de mise en suspension ainsi que les caractéristiques des poudres choisies pour cette étude. Nous présentons ensuite la procédure expérimentale, les méthodes de mesure employées afin de déterminer l'émission de particules se produisant lors des chutes et les paramètres retenus pour l'étude ainsi que les matrices expérimentales mises en place afin d'évaluer leurs influences. Nous terminons cette partie en exposant la méthode développée afin d'effectuer le traitement des données brutes obtenues au cours des expériences pour prendre en compte les effets dus aux mécanismes agissant sur l'évolution des particules et ainsi pouvoir déterminer la masse et la granulométrie des particules mises en suspension dans l'enceinte au cours du phénomène étudié.

2.1. Dispositif expérimental

2.1.1. Enceinte expérimentale

L'installation utilisée pour réaliser les expériences de mise en suspension est une enceinte parallélépipédique en plexiglas de hauteur égale à 1,42 m, dont la base a une aire de $0,65 \text{ m}^2$, et dont le volume utile est égal à $0,92 \text{ m}^3$ (figure II-1). Les déversements de poudre sont effectués à l'aide de différents verseurs placés sur la face supérieure de l'enceinte.

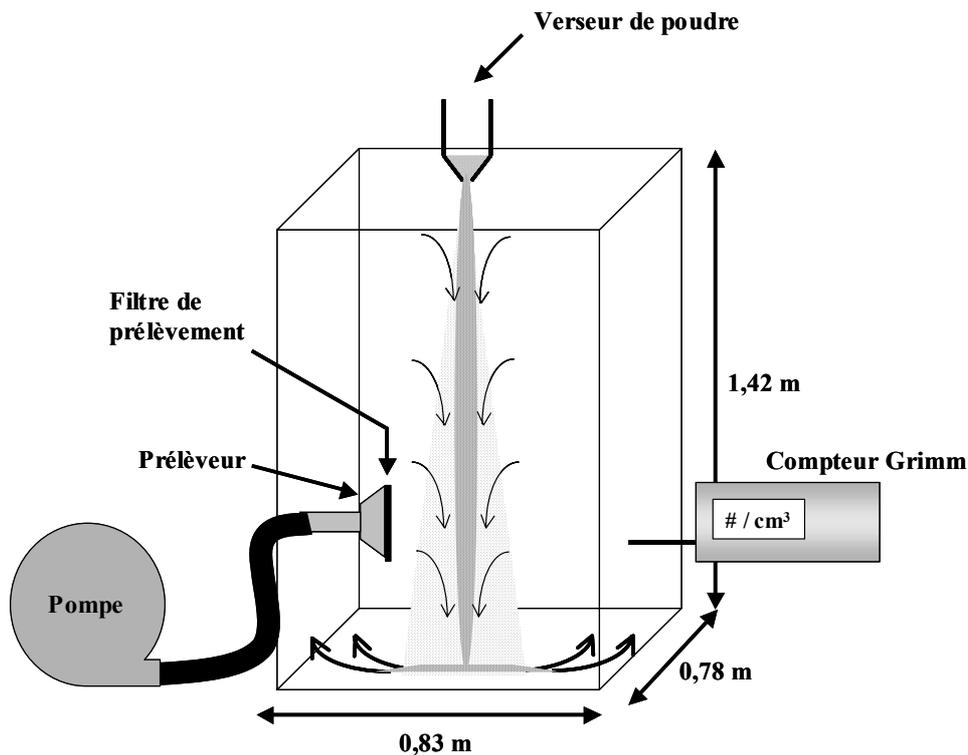


Figure II-1. Représentation schématique de l'enceinte expérimentale.

2.1.2. Verseurs de poudre

Afin de simuler les différents types de chutes pouvant se produire, en fonctionnement normal ou lors de situations incidentelles ou accidentelles, deux modes de déversement ont été réalisés (fuite et paquet) à l'aide de différents verseurs dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Les déversements de type fuite sont réalisés à l'aide d'entonnoirs en plexiglas ayant des diamètres de fuite de 10 et 15 mm (figure II-2-gauche) dont les angles d'ouverture sont égaux à 80 ° et 60 ° respectivement.
- Les déversements de type paquet sont quant à eux effectués à l'aide de tubes cylindriques en acier inoxydable de diamètres égaux à 40 et 60 mm (figure II-2-droite).

Les verseurs sont munis de languettes amovibles permettant le déclenchement de la chute.

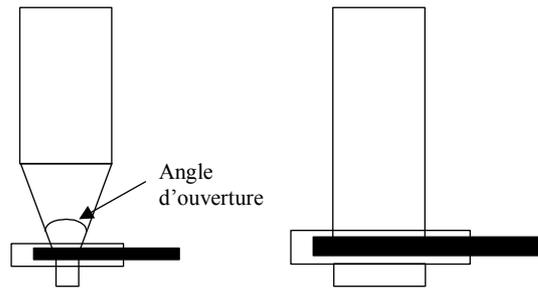


Figure II-2. Schémas des verseurs : entonnoir (à gauche) et tube cylindrique (à droite).

2.1.3. Surfaces d'impaction

Comme nous l'avons évoqué au cours de la première partie, la nature de la surface sur laquelle se produit l'impaction de la poudre peut avoir une influence sur la mise en suspension, comme l'ont montré les travaux de Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) dans le cas de déversement de poudres d'alumine sous forme de paquet. Afin d'évaluer l'influence de la nature de la surface sur laquelle se produit l'impact, des expériences ont été réalisées avec deux surfaces de nature différente :

- une surface solide en acier inoxydable (type de surface souvent utilisée dans les études de la littérature),
- une surface liquide mise en œuvre à l'aide d'un récipient cylindrique contenant un litre de liquide placé au milieu de la surface de l'enceinte.

2.1.4. Prélèvement des particules mises en suspension

Afin de pouvoir déterminer la masse et la granulométrie des particules mises en suspension au cours des expériences de chutes, nous avons choisi d'effectuer un prélèvement « total » à l'aide d'un préleveur à fort débit. La collecte des particules s'effectue sur un filtre membrane en ester de cellulose de 142 mm de diamètre (type HAWP, Millipore). Ce type de filtres a les avantages d'être très efficace, de collecter les particules en surface et d'être relativement maniable afin de pouvoir effectuer des pesées. Le préleveur, sur lequel est placé le filtre, est positionné à l'intérieur de l'enceinte à une hauteur de 20 cm par rapport à la surface d'impact et est relié à une pompe qui permet d'effectuer le prélèvement avec un débit

élevé. Au cours des expériences, le filtre se trouve positionné verticalement (axe du préleveur placé horizontalement) (figure II-1).

2.1.5. Mesure de la concentration particulaire

En parallèle du prélèvement sur le filtre, nous utilisons un compteur optique de particules Grimm qui permet de mesurer les concentrations numériques de particules présentes dans l'enceinte sur différentes classes granulométriques (de 0,3 à 20 μm) avec un temps d'intégration de 6 s. Cette mesure nous permet de suivre l'évolution de l'aérosol dans l'enceinte au cours des expériences.

2.1.6. Poudres utilisées pour les essais

Pour cette étude, deux poudres ont été utilisées : une poudre de billes de verre (microbilles de verre 0-50 μm , Verre Industrie) et une poudre d'alumine (Al_2O_3 - SPM 71, Alumines Durmax). Ces poudres ont été choisies, dans un premier temps, d'après leurs caractéristiques géométriques et leurs distributions granulométriques relativement proches. Ces deux poudres sont aussi similaires en termes de fluidisation, elles font toutes deux partie de la même catégorie dans la classification de Geldart (1973) (figure I-3 et tableau I-5). De plus, ces matériaux sont peu coûteux, couramment employés dans divers domaines industriels et qui ont été utilisés dans certaines des études recensées dans la littérature, ce qui nous permettra d'effectuer des comparaisons.

Les billes de verre ont une forme sphérique et leur masse volumique est égale à 2,5 g/cm^3 (mesure par pycnométrie à hélium). De plus, elles sont souvent utilisées comme « référence » dans diverses études portant sur la détermination des propriétés physiques et des comportements des poudres (Plinke *et al.*, 1994 ; Wong, 2000 et 2002 ; Santomaso *et al.*, 2003 ; Li *et al.*, 2005). La poudre d'alumine est, quant à elle, composée de particules de formes irrégulières et de masse volumique égale à 3,9 g/cm^3 (mesure par pycnométrie à hélium).

Après avoir présenté le dispositif expérimental utilisé pour réaliser les expériences de chutes de poudres, nous présentons dans la suite les caractéristiques des poudres choisies pour réaliser les expériences de mise en suspension, et des particules les constituant.

2.2. Caractérisation des poudres et des particules

Nous avons vu au cours du premier chapitre que la caractérisation d'une poudre s'effectue à la fois au niveau microscopique (particule) et macroscopique (poudre dans son ensemble). Parmi les paramètres importants figurent, entre autres, les masses volumiques apparentes (en vrac et tassée) et les propriétés rhéologiques des poudres, mais aussi la taille des particules constituant la poudre ainsi que leur morphologie.

Les différentes caractéristiques déterminées pour les poudres que nous avons utilisées, et que nous allons présenter dans la suite, sont les suivantes :

- distributions granulométriques,
- masses volumiques apparentes des poudres,
- mesures angulaires³,
- teneur en eau des poudres,
- mesures rhéologiques³,
- morphologie des particules⁴,
- topographie de la surface des particules et forces d'adhésion interparticulaires⁴.

Les diverses propriétés, permettant de caractériser nos matériaux, ont été déterminées à l'aide de plusieurs méthodes de mesure que nous allons décrire avant d'exposer les résultats obtenus.

³ Mesures réalisées en collaboration avec le centre RAPSODEE (ancien LGPSD) de l'Ecole des Mines d'Albi-Carmaux.

⁴ Mesures réalisées en collaboration avec le laboratoire Biophy Research.

2.2.1. Caractéristiques physiques des poudres

2.2.1.1. Analyses granulométriques

Il existe différentes techniques d'analyses granulométriques basées sur des principes variés (Allen, 1990). Dans notre étude, nous avons réalisé des analyses granulométriques de chacune de nos poudres au moyen de trois dispositifs d'analyse, mettant en œuvre trois techniques qui sont couramment employées.

a. Granulomètre Coulter Multi-Sizer II

Cette méthode est basée sur la technique Coulter et permet de réaliser une mesure de la granulométrie des échantillons à la fois en nombre et en volume en fonction du diamètre équivalent en volume des particules (norme AFNOR NF X 11-670, 1989 ; Allen, 1990).

Le principe de fonctionnement de ce compteur, illustré sur la figure II-3, est basé sur la variation de résistance d'un liquide électrolyte provoquée par les particules, qui sont au préalable mises en suspension dans ce liquide. La résistance est mesurée entre deux électrodes placées de part et d'autre d'un orifice calibré au travers duquel les particules sont aspirées (figure II-3). A chaque fois qu'une particule traverse cet orifice, elle déplace son propre volume d'électrolyte provoquant ainsi une variation de résistance proportionnelle au volume de liquide déplacé. Chaque particule est donc comptée de façon individuelle et son volume est mesuré.

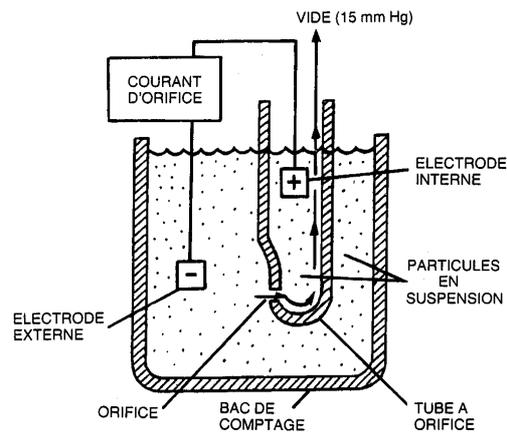


Figure II-3. Illustration du principe de fonctionnement du Coulter Multisizer II.

Le point délicat de cette méthode est la mise en suspension de l'échantillon à analyser dans le liquide électrolyte, ainsi que l'obtention et le maintien de l'homogénéité de cette suspension devant l'orifice lors de la mesure. De plus, la concentration de l'échantillon dans la suspension ne doit pas être trop élevée. En effet, la probabilité de passage dans l'orifice de plusieurs particules en même temps doit être faible afin que des phénomènes de coïncidence ne faussent pas la mesure.

Les analyses granulométriques ont été effectuées après mise en suspension de l'échantillon de poudre dans un bécher contenant une solution électrolyte (ISOTON - Beckman-Coulter). L'orifice calibré utilisé a un diamètre de 200 μm , permettant de mesurer des particules dont les diamètres sont compris entre 4 et 120 μm . Au cours des mesures, un agitateur en verre a été utilisé afin d'homogénéiser l'échantillon. Au préalable, nous avons procédé à un étalonnage de l'orifice de mesure utilisé à l'aide de billes de latex monodispersées, de différents diamètres, afin de s'assurer de la linéarité de la réponse de l'appareil sur la gamme de mesure de l'orifice. Les résultats de cet étalonnage, présentés sur la figure II-4, montrent la bonne adéquation entre les mesures réalisées et les valeurs de référence des particules utilisées, ainsi que la linéarité de la réponse de l'appareil sur la gamme de mesure considérée.

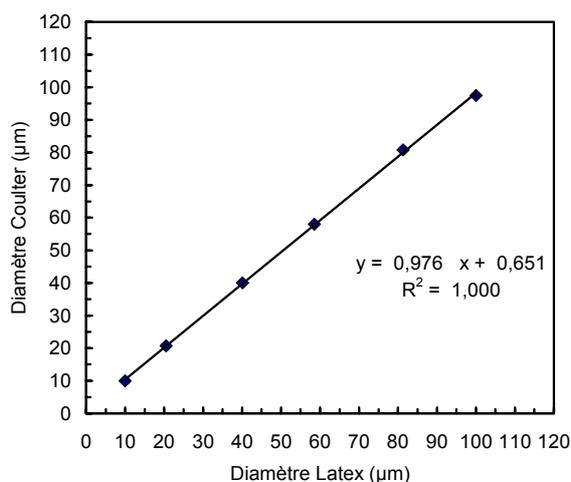


Figure II-4. Courbe d'étalonnage de l'orifice calibré de diamètre égal à 200 µm utilisé pour les analyses granulométriques.

Par la suite, nous avons réalisé les analyses granulométriques des poudres utilisées pour notre étude. La figure II-5 présente les fractions cumulées en volume en fonction du diamètre équivalent en volume des particules pour la poudre de billes de verre et la poudre d'alumine. A partir de ces fractions cumulées, il est possible de déterminer les caractéristiques de la distribution granulométrique de chacune des poudres, le diamètre médian et l'écart-type géométrique, qui sont présentées dans le tableau II-1.

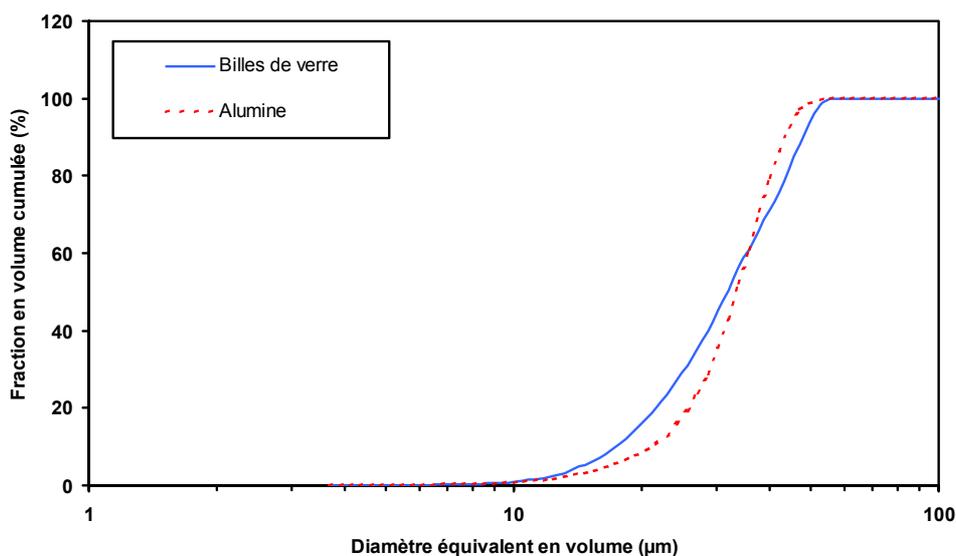


Figure II-5. Fractions cumulées en volume des poudres obtenues à l'aide du Coulter Multisizer II.

b. Granulomètre TSI PSDA 3603

Les distributions granulométriques des poudres ont également été mesurées à l'aide du Particle Size Distribution Analyzer (PSDA 3603, TSI). Cet instrument permet de déterminer la distribution granulométrique des poudres en fonction du diamètre aérodynamique des particules dans une gamme comprise entre 0,3 et 500 μm .

La technique de mesure utilisée par ce granulomètre est basée sur le principe de la détermination de la vitesse des particules dans un écoulement d'air accéléré à partir de la mesure du temps qu'elles mettent pour parcourir une distance fixée par l'écart entre deux faisceaux laser parallèles. Pour cela, l'échantillon de poudre à analyser, placé dans une capsule, est dispersé sous la forme d'un aérosol dans un flux d'air qui permet de désagglomérer les particules. Ensuite, le flux d'air transportant les particules est accéléré avant d'arriver au niveau du système de détection optique permettant de déterminer la vitesse relative des particules par rapport à l'air dans lequel elles se trouvent (figure II-6).

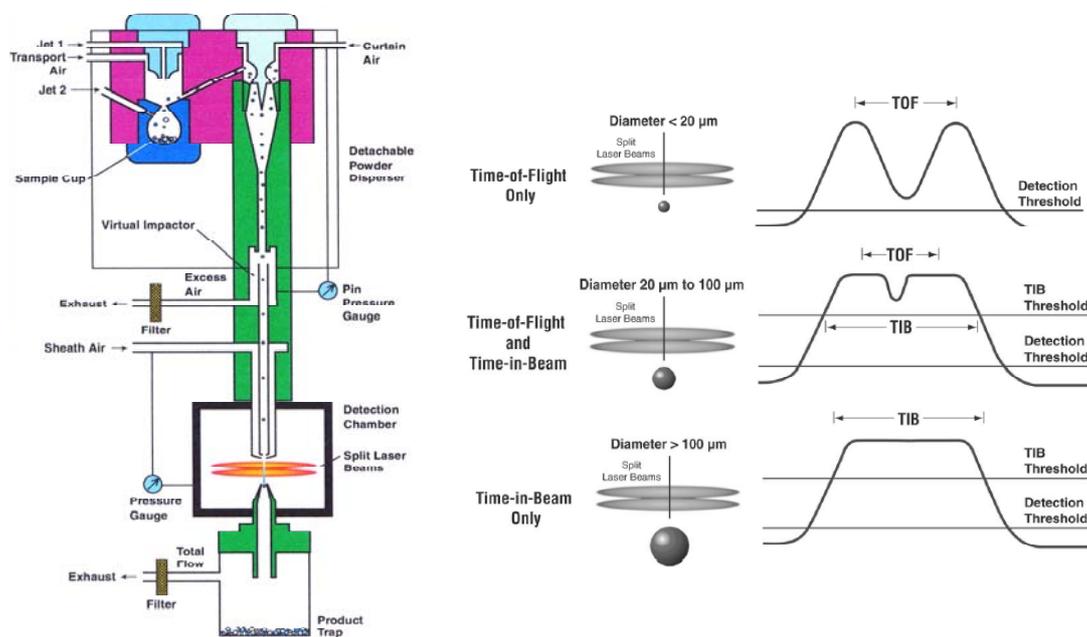


Figure II-6. Système de dispersion (à gauche) et de détection des particules (à droite) du granulomètre TSI PSDA 3603.

Les vitesses mesurées permettent de déterminer le diamètre aérodynamique des particules par mesure du temps de vol (TOF) et/ou du temps de résidence (TIB) entre les deux faisceaux laser en fonction de la taille des particules de l'échantillon (figure II-6). Les particules de diamètre inférieur à 20 μm sont détectées par une mesure du temps de vol (TOF). Les particules de diamètres compris entre 20 μm et 100 μm sont analysées en combinant une mesure du temps de vol (TOF) et du temps de résidence (TIB). Les particules de diamètre supérieur à 100 μm traversent simultanément les deux faisceaux laser et leur mesure est réalisée par la détermination de leur temps de résidence (TIB) entre les faisceaux.

Nous présentons sur la figure II-7 les fractions cumulées en volume en fonction du diamètre aérodynamique des particules pour la poudre de billes de verre et la poudre d'alumine. Ces distributions ont été déterminées en considérant les particules comme sphériques et en faisant l'hypothèse que l'écoulement est stokésien.

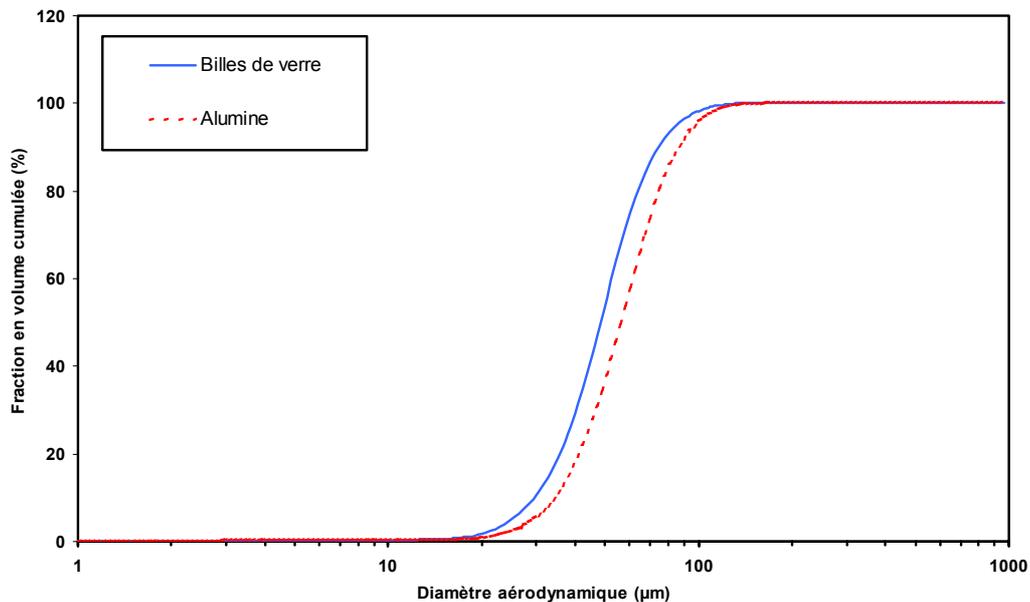


Figure II-7. Fractions cumulées en volume des poudres obtenues à l'aide du granulomètre TSI PSDA 3603.

De même que précédemment, nous pouvons déterminer, à partir de ces résultats, les paramètres permettant de caractériser les distributions granulométriques des deux poudres qui sont présentés dans le tableau II-1.

c. Granulomètre Malvern Mastersizer

La distribution granulométrique des particules de chaque échantillon de poudre a été analysée à l'aide d'un granulomètre à diffraction laser (AFNOR NF X11-666, 1984). Cette mesure est déduite de l'interaction entre un ensemble de particules et un rayonnement incident. La mesure par diffraction laser est basée sur la mesure des distributions angulaires de la lumière diffusée par une particule. L'image de diffraction ainsi obtenue peut être reliée à la taille des particules en utilisant la théorie de Mie. L'échantillon à étudier, préalablement dispersé dans un milieu liquide ou dans un courant d'air, circule à travers une cellule éclairée par un faisceau laser (figure II-8). Les particules ne sont pas analysées individuellement mais dans leur ensemble. Ainsi, l'intensité lumineuse reçue au niveau du détecteur, constitué de cellules photosensibles réparties autour d'un point central, est donc la résultante de la lumière diffractée par toutes les particules présentes dans l'échantillon analysé quelles que soient leurs tailles.

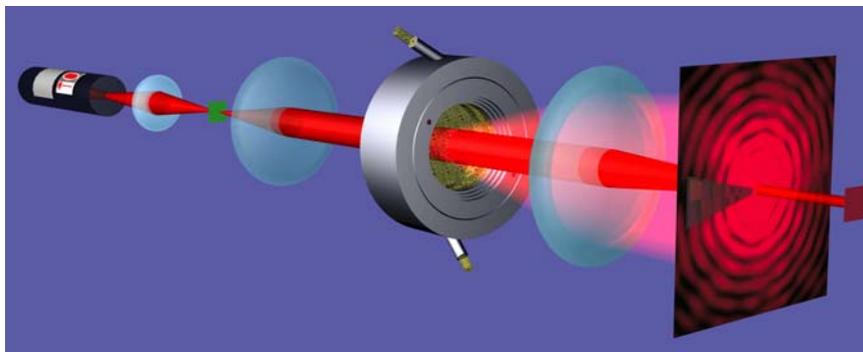


Figure II-8. Représentation schématique d'un granulomètre laser.

De la même manière que pour les deux autres dispositifs utilisés, les mesures nous permettent de calculer les fractions cumulées en volume, en considérant les particules comme étant sphériques, en fonction du diamètre optique des particules (figure II-9) et de déterminer le diamètre médian et l'écart-type géométrique caractérisant les distributions granulométriques de nos matériaux qui sont synthétisés dans le tableau II-1.

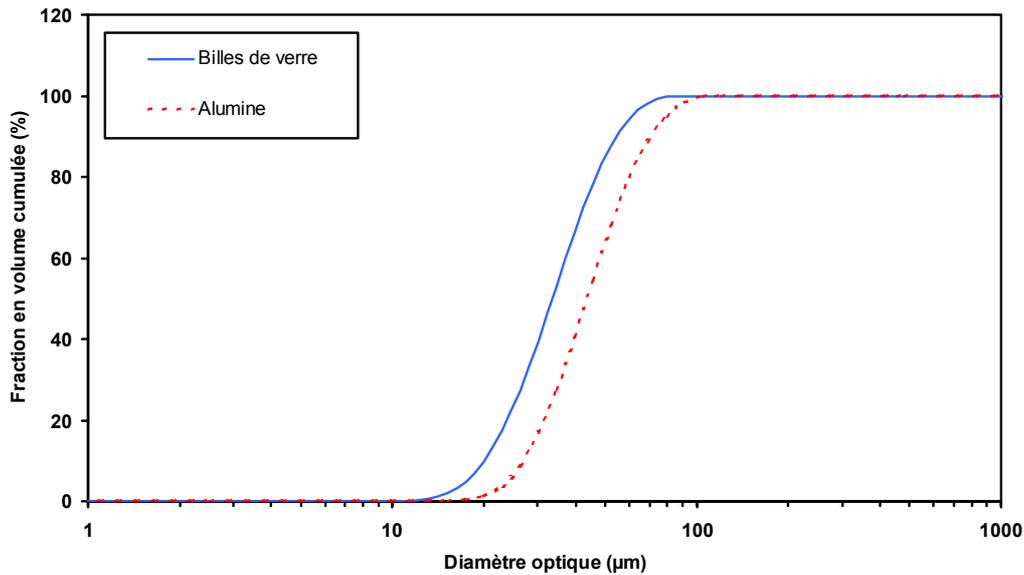


Figure II-9. Fractions cumulées en volume des poudres mesurées avec le granulomètre Malvern Mastersizer.

d. Synthèse des analyses granulométriques effectuées

Le tableau II-1 regroupe les résultats des analyses effectuées à l'aide des trois dispositifs que nous venons de décrire. Les résultats obtenus, diamètres médians (d_{50}) et écarts-types géométriques (σ_g), ont été déterminés à partir des fractions cumulées en volume en fonction du diamètre déterminé par l'instrument (figures II-5, II-7 et II-9).

Tableau II-1. Synthèse des analyses granulométriques (diamètres médians en volume équivalents et écarts-types géométriques) des poudres mesurées avec les trois techniques.

Dispositif	Diamètre déterminé	Bille de verre		Alumine	
		d_{50} (µm)	σ_g	d_{50} (µm)	σ_g
Coulter Multisizer II	Diamètre équivalent en volume	30,5	1,5	33,5	1,4
TSI PSDA 3603	Diamètre aérodynamique	48,9	1,5	54,8	1,4
Malvern Mastersizer	Diamètre optique	33,7	1,5	43,7	1,6

Nous constatons un bon accord entre les mesures Coulter considérées comme référence et les mesures Mastersizer pour la poudre de billes de verre. En revanche, l'écart est assez important pour la poudre d'alumine. L'indice de réfraction de l'alumine ayant été pris

en compte, l'écart peut être attribué principalement à la forme des particules qui a un effet sur les propriétés optiques et qui va induire un biais au niveau des mesures.

La comparaison des diamètres médians des deux poudres, déterminés pour chaque technique, montre que les écarts entre les diamètres médians sont similaires pour les mesures faites avec le Coulter et PSDA et sont respectivement égaux à 10 et 11 %. Pour les mesures effectuées avec le Mastersizer, l'écart entre les diamètres médians est plus élevé et est de l'ordre de 23 %.

2.2.1.2. Mesures des masses volumiques apparentes

Les masses volumiques apparentes des échantillons de poudres ont été déterminées à l'aide de l'appareil Powder Tester (Hosokawa Micron), qui utilise la méthodologie développée par Carr (1965a). Ainsi, les masses volumiques apparentes sont déterminées en mesurant les masses de poudres nécessaires pour remplir un réservoir en inox de 100 ml de volume.

Pour la mesure de la masse volumique en vrac, la poudre passe préalablement à travers un tamis avant de tomber à l'intérieur du réservoir ce qui permet d'obtenir une répartition homogène de la poudre dans le récipient. Une fois le réservoir rempli, celui-ci est arasé pour enlever l'excès de poudre puis sa masse est mesurée.

L'autre mesure possible avec cet appareil est celle de la masse volumique tassée. Pour cela, il faut installer une rehausse sur le réservoir et verser une quantité supplémentaire de poudre à l'intérieur de ce dispositif (réservoir + rehausse). Ensuite, un piston situé sous le réservoir applique des chocs sur ce dernier pour tasser la poudre. Après l'étape de tassement, la rehausse est retirée, le réservoir arasé et la masse mesurée.

Le tableau II-2 présente les valeurs des masses volumiques apparentes obtenues pour les deux poudres. Les valeurs de compacité (équation I-3), de porosité (équation I-4) et des indices de compressibilité d'Hausner et de Carr (équations I-1 et I-2), calculées à partir des masses volumiques apparentes des poudres, sont aussi reportées dans le tableau II-2.

Tableau II-2. Résultats des mesures de masses volumiques apparentes et des paramètres calculés à partir de ces données pour les deux poudres.

Poudre	Masse volumique en vrac (g/cm ³)	Masse volumique tassée (g/cm ³)	Compacité	Porosité	Indice de compressibilité de Carr (%)	Indice d'Hausner
Billes de verre	1,391	1,548	0,556	0,444	10,11	1,11
Alumine	1,562	1,885	0,401	0,599	17,16	1,21

Les valeurs de compacité et de porosité déterminées pour chacune des poudres nous permettent d'appréhender de manière qualitative le type d'écoulement propre à chacune d'elles. En général, les matériaux ayant des valeurs de porosité comprises entre 0,35 et 0,50 sont considérés comme ayant des écoulements libres (Carr, 1976). Plus la valeur de porosité est importante (et à contrario plus la compacité est faible), plus la poudre va avoir du mal à s'écouler. Comme nous pouvions le supposer à partir de la forme des particules, la porosité de la poudre de billes de verre est inférieure à celle de la poudre d'alumine.

Comme nous l'avons vu au cours de la première partie, un indice de compressibilité de Carr compris entre 10 et 15 % correspond à une poudre ayant une coulabilité qualifiée de « bonne » et entre 15 et 22 % à une poudre dont la coulabilité est « médiocre » (tableau I-2). De même, les valeurs de l'indice d'Hausner sont inférieures à 1,25 pour les deux poudres ce qui correspond à des poudres qualifiées de sableuses ou granuleuses (tableau I-1). Ainsi, à partir de ces indices, les deux poudres peuvent être considérées comme relativement similaires en termes de comportement et d'écoulement avec toutefois un meilleur écoulement dans le cas de la poudre de billes de verre.

2.2.1.3. Mesures angulaires

Les mesures des angles de repos, de chute et de spatule sont réalisées pour les deux poudres à l'aide de l'appareil Hosokawa Powder Tester, selon différents protocoles de mesure que nous présentons brièvement (Carr, 1965a) et qui ont été représentés schématiquement dans le tableau I-4.

L'angle de repos est le paramètre indicatif du comportement physique des poudres le plus utilisé, car c'est une mesure assez simple qui permet d'apprécier le comportement statique d'une poudre à la limite de l'écoulement. La mesure de l'angle de repos consiste à verser la poudre et former un tas sur un support (tableau I-4). Avant de tomber sur le support, la poudre traverse un tamis et un entonnoir, lequel assure que la poudre soit versée exactement au centre du support. Une fois le tas formé, la mesure de l'angle de repos est réalisée près de la base du tas comme cela est représenté dans le tableau I-4.

La mesure de l'angle de chute est réalisée de la même manière en utilisant le tas formé précédemment lors de la mesure de l'angle de repos. Mais, avant la mesure, une perturbation est générée à l'aide d'une petite masse coulissant sur un axe vertical que l'on fait chuter trois fois (tableau I-4). Ces chocs déstabilisent le tas et provoquent un affaissement qui modifie l'angle de la surface libre.

La mesure de l'angle de spatule est effectuée après prélèvement d'une quantité de poudre à l'aide d'un dispositif plongé horizontalement dans un tas de poudre puis relevé verticalement simulant ainsi le mouvement d'une spatule et permettant de déterminer un angle initial (tableau I-4). Par la suite, le tas formé est soumis à quelques chocs qui vont ainsi modifier la valeur de l'angle initialement formé par la poudre. L'angle de spatule est déterminé à partir de la valeur moyenne des angles formés avant et après l'application des chocs.

Les valeurs de mesure des angles obtenues à l'aide de l'appareil Powder Tester sont présentées dans le tableau II-3.

Tableau II-3. Résultats des mesures angulaires pour les deux poudres.

Poudre	Angle de repos (°)	Angle de chute (°)	Angle de spatule (°)
Billes de verre	40,0	21,8	27,10
Alumine	41,1	28,1	40,15

Les mesures des angles de repos et de chute permettent d'avoir une information qualitative de certaines propriétés d'une poudre, telles qu'une indication de la cohésion et de l'aptitude à l'écoulement, car la poudre est versée par un entonnoir avant de tomber sur le support où le tas est formé. Ainsi, Carr (1965a et 1976) indique que plus l'angle de repos est faible, plus le matériau peut être considéré comme « fluide » et plus l'angle de chute est petit

plus le matériau va s'écouler facilement. Castel (1995), quant à lui, considère qu'il faut une valeur d'angle de repos inférieure à 30 ° pour qu'une poudre ait une bonne coulabilité. En ce qui concerne les mesures des angles de spatule, une poudre dont la valeur de cet angle est inférieure à 40 ° est considérée comme ayant un écoulement libre (Carr, 1965a et 1976).

A partir des valeurs présentées dans le tableau II-3, nous observons que les angles de repos et de chute des deux poudres sont relativement proches ce qui tend à dire qu'elles ont des propriétés d'écoulement similaires, avec toutefois un meilleur écoulement dans le cas de la poudre de billes de verre (valeur d'angle de chute plus faible). En revanche, nous pouvons voir que les angles de spatule, qui permettent une appréciation de la « régularité » de l'écoulement, sont très différents pour les deux échantillons. Ainsi, la poudre de billes de verre va avoir un écoulement plus stable que la poudre d'alumine, c'est-à-dire qu'elle va avoir moins tendance à former des arches au niveau de l'orifice d'un entonnoir.

2.2.1.4. Teneur en eau des poudres

Afin de déterminer la teneur en eau de nos matériaux, nous avons utilisé la méthode de l'étuve. Ainsi, des échantillons de chaque poudre étudiée sont pesés puis mis à l'étuve à une température de 140 °C. L'évolution de la masse des échantillons est suivie au cours du temps. Avant chaque pesée, les échantillons de poudre sont sortis de l'étuve et placés dans un dessiccateur afin d'éviter toute reprise d'humidité au cours de leur refroidissement.

La figure II-10 représente l'évolution de la variation de masse de l'échantillon par rapport à la masse initiale de celui-ci, correspondant à la masse d'eau évaporée, en fonction du temps de résidence dans l'étuve pour les deux poudres. Les résultats présentés sont les valeurs moyennes obtenues à partir de mesures effectuées sur plusieurs échantillons de poudres de masses initiales comprises entre 10 et 20 g. Au préalable de ces expériences, les poudres ont été conditionnées dans des récipients et conservées dans les conditions du laboratoire.

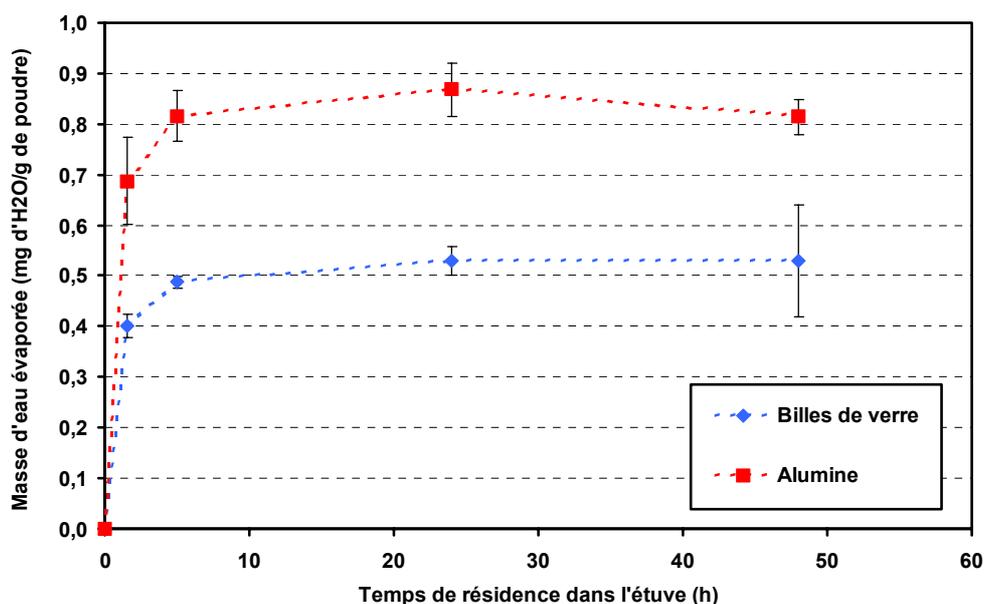


Figure II-10 - Evolution de la masse d'eau évaporée, en fonction du temps, pour les différentes poudres.

Nous remarquons sur la figure II-10 qu'à partir de 5 h de séchage, la masse d'eau évaporée de chaque poudre tend à se stabiliser. Nous pouvons donc estimer qu'au bout de ce temps, les poudres ne contiennent plus d'eau et sont sèches. Dans ces conditions, leurs teneurs en eau sont respectivement de l'ordre de 0,8 et 0,5 mgH₂O par gramme de poudre pour l'alumine et les billes de verre.

2.2.2. Caractéristiques rhéologiques des poudres

Les propriétés d'écoulement des poudres ont été déterminées à l'aide de différentes méthodologies que nous présentons dans la suite.

2.2.2.1. Indice de coulabilité et de déferlement - Méthode de Carr (1965a)

Cette méthode, mise en œuvre dans le dispositif de test Powder Tester (Hosokawa Micron), consiste à attribuer des indices (ou « notes ») en fonction des résultats obtenus lors de différentes mesures effectuées sur les échantillons de poudres ou de valeurs calculées sur la

base de ces résultats (Carr, 1965a). A partir des notes obtenues, deux indices peuvent être déterminés :

- Un indice de « coulabilité » calculé par combinaison des résultats obtenus lors des mesures de l'angle de repos, de l'angle de spatule, de la valeur de compressibilité et de cohésion (ou coefficient d'uniformité), cette dernière étant obtenue par les mesures des masses retenues sur différents tamis. Le tableau II-4 présente les valeurs obtenues ainsi que les notes correspondantes permettant de déterminer de manière qualitative la coulabilité des poudres. Nous pouvons noter que plus cet indice est faible, plus l'écoulement de la poudre est instable et intermittent avec la possibilité de formation d'arches.

Tableau II-4. Evaluation de l'indice de coulabilité des deux échantillons de poudre.

Poudre	Bille de verre		Alumine	
	Valeurs	Note (sur 25)	Valeurs	Note (sur 25)
Angle de repos (°)	40,0	17,5	41,1	17
Angle de spatule (°)	27,10	24,0	40,15	18
Indice de compressibilité (%)	10,11	22,5	17,16	18
Cohésion (%)	8,10	14,5	13,70	12
Coulabilité (sur 100)	78,5 Bonne		65,0 Normale	

Les indices de coulabilité obtenus pour les deux poudres montrent une bonne capacité de celles-ci à s'écouler à travers un entonnoir. Nous pouvons noter que la poudre de billes de verre, dont la valeur d'indice de coulabilité est supérieure, s'écoulera mieux que la poudre d'alumine.

- Un indice de « déferlement » peut aussi être déterminé, de façon similaire à l'indice de coulabilité, en combinant le résultat de l'indice de coulabilité et les mesures d'angle de chute, d'angle de différence (calculé entre les angles de repos et de chute) et de la dispersibilité déterminée par mesure de la masse collectée sur un support après chute de la poudre dans une colonne. Les valeurs obtenues pour les différents tests, ainsi que les notes correspondantes permettant de déterminer l'indice de déferlement, sont présentées dans le tableau II-5.

Tableau II-5. Evaluation de l'indice de déferlement des deux échantillons de poudre.

Paramètres	Poudre	Bille de verre		Alumine	
		Valeurs	Note (sur 25)	Valeurs	Note (sur 25)
Coulabilité		78,5	25	65,0	25
Angle de chute (°)		21,8	21	28,1	18
Angle de différence (°)		18,2	17	13,0	12
Dispersibilité (%)		49,2	24	26,6	17
Déferlement (sur 100)		87 Très fort		72 Assez fort	

Cet indice de déferlement, encore appelé indice de fluidité, nous renseigne sur la capacité d'une poudre à se comporter comme un liquide. A partir de la valeur obtenue pour cet indice, Carr (1965a) propose une classification en cinq catégories allant de « impossible à verser » à « très aisé à verser ».

D'après les valeurs reportées dans le tableau II-5, la poudre de billes de verre a un déferlement « très fort » et peut être classée comme « très aisément versable » (indice compris entre 80 et 100), ou ayant un comportement très fluide, et la poudre d'alumine a un déferlement qualifié « d'assez fort » et appartient à la catégorie des poudres dites « versables » (indice entre 60 et 79).

Néanmoins, il convient d'être prudent quant à l'utilisation et l'interprétation de cet indice de déferlement, car la mesure de la dispersibilité prise en compte dans son calcul peut être assez délicate à obtenir et souffre de problèmes quant à sa mise en œuvre. En effet, des phénomènes de rebonds des particules peuvent se produire au niveau du dispositif utilisé pour recueillir la poudre non dispersée lors de la chute et en déterminer sa masse. Ceci peut conduire à une sous-estimation de la masse de poudre non dispersée et ainsi à une surestimation de la dispersibilité de la poudre.

2.2.2.2. Rhéomètre à poudre FT4 Powder Rheometer (Freeman Technology)

Cet appareil est un dispositif qui permet de classer les poudres en fonction de leur coulabilité. L'intérêt de cet appareil est d'obtenir une méthode d'analyse automatique, rapide et relativement indépendante de l'opérateur. Le principe de fonctionnement de ce dispositif, présenté sur la figure II-11, est le suivant : un échantillon de poudre est placé dans une cellule

cylindrique dans laquelle une pale spécifique de 48 mm de diamètre tourne et se déplace verticalement en suivant une trajectoire hélicoïdale. Les paramètres expérimentaux contrôlés sont l'angle de la trajectoire hélicoïdale, la vitesse en bout de pale et les hauteurs initiales et finales du test. Le mouvement de la pale impose alors des forces entraînant la déformation et l'écoulement de la poudre. Durant le test, le couple agissant sur la pale est enregistré en continu. Simultanément, un capteur localisé au niveau de la base mesure la force verticale transmise vers le fond de la cellule. Le couple et la force conjugués au déplacement, s'expriment sous la forme d'un travail (Joule) et la somme de ces deux termes donne l'énergie totale consommée au cours du déplacement de la pale du haut vers le bas de la colonne de poudre. Un essai alterne deux phases : la première phase, qui est un conditionnement du lit de poudre, permet de réaliser des tests avec un même état initial de consolidation et la seconde phase, qui se déroule au cours d'une descente, correspond au test proprement dit.

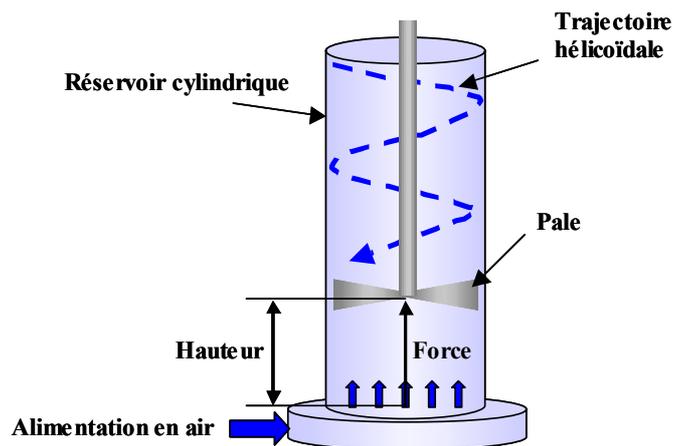


Figure II-11. Principe de fonctionnement FT4 Powder Rheometer.

Dans cette étude, divers tests ont été effectués afin de déterminer les propriétés des poudres ainsi que l'effet de paramètres tels que la vitesse de la pale et l'aération de la poudre sur l'énergie totale mesurée.

- Tests répétés à une même vitesse de rotation de la pale. Pour cela, une série de 7 tests est effectuée dans les mêmes conditions afin de déterminer l'énergie minimale, notée BFE (Base Flow Index), nécessaire pour déplacer un volume donné de poudre, cette valeur est définie par la valeur obtenue au dernier test. Les résultats obtenus permettent aussi de définir

un indice de stabilité, noté SI (Stability Index) comme étant le rapport des énergies totales consommées au cours du dernier et du premier test.

- Tests à différentes vitesses de rotation de la pale. Les résultats obtenus en faisant varier la vitesse de rotation de la pale permettent de déterminer l'effet de la réduction de l'écoulement, obtenu par diminution de la vitesse de rotation de la pale, sur l'énergie totale. Un indice d'écoulement, noté FRI (Flow Rate Index), permet de quantifier cet effet par comparaison des valeurs obtenues lorsque l'écoulement est réduit d'un facteur 10.

Nous présentons sur la figure II-12 les mesures réalisées au cours des différents tests que nous venons de décrire.

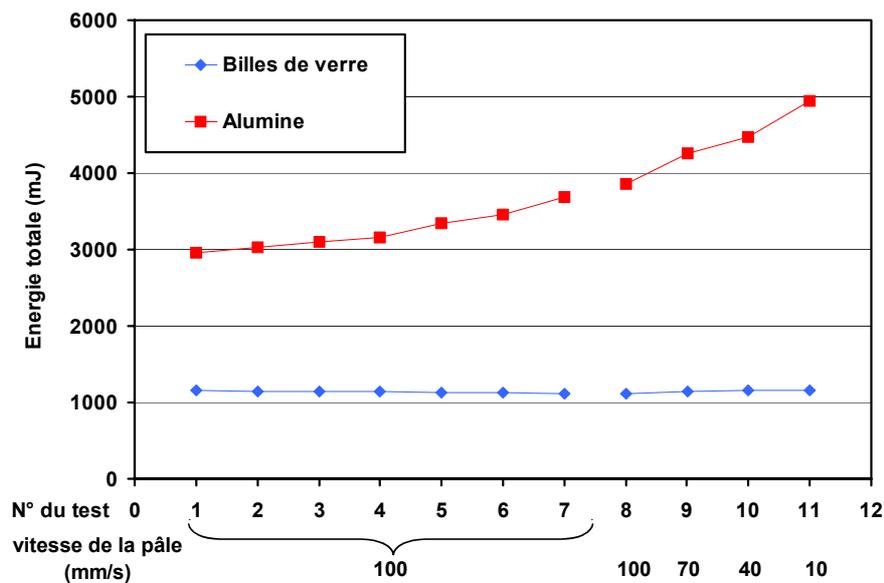


Figure II-12. Energies mesurées au cours d'un test en fonction de la vitesse de rotation de la pale.

- Test d'aération qui permet de déterminer l'effet de l'aération de la poudre sur l'énergie minimale. Pour cela, un flux d'air traverse la colonne de poudre. En fonction de la vitesse de l'air, le lit de poudre est fluidisé ou juste aéré et les valeurs obtenues permettent de calculer un facteur d'aération, noté AR (Aeration Ratio) qui rend compte de la réduction de l'énergie consommée au cours des tests. Les mesures réalisées au cours de ce test sont représentées sur la figure II-13.

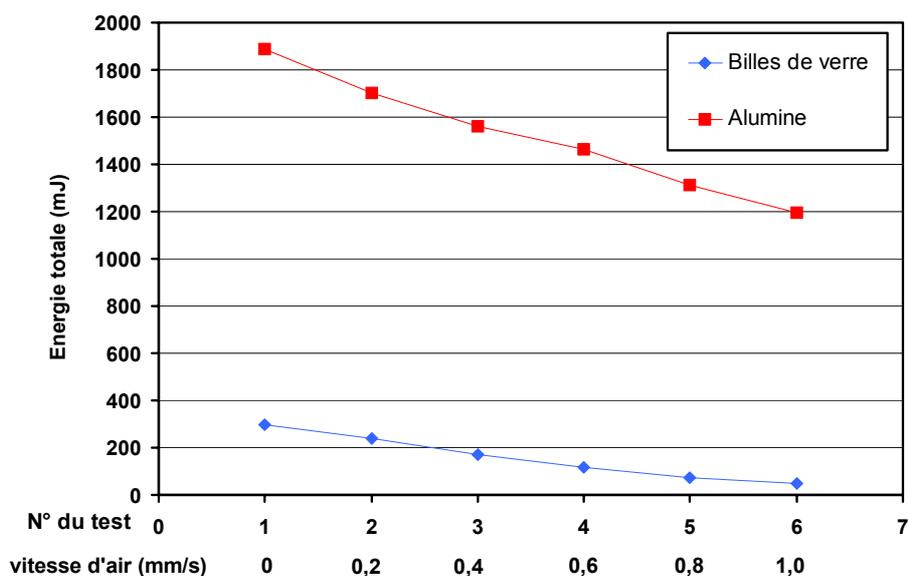


Figure II-13. Energies mesurées au cours d'un test en fonction de la vitesse d'air d'aération.

Les paramètres que nous avons déterminés à l'aide de ces différents tests sont présentés dans le tableau II-6.

Tableau II-6. Paramètres déterminés par les tests effectués à l'aide du rhéomètre à poudre.

Paramètres	Billes de verre	Alumine
BFE (mJ)	1115	3687
SI	0,97	1,24
FRI	1,04	1,28
AR	6,27	1,58

Les résultats, présentés dans le tableau II-6, montrent que les valeurs des énergies minimales nécessaires à l'écoulement (BFE) sont très différentes entre les deux poudres ce qui permet de dire que la poudre de billes de verre s'écoule plus « facilement » que la poudre d'alumine comme nous avons déjà pu le constater à l'aide des mesures présentées précédemment. Les indices de stabilité (SI) sont aussi un peu différents mais leurs valeurs restent proches des valeurs typiquement rencontrées, qui sont comprises entre 0,8 et 1,3, ce qui indique que les propriétés d'écoulement des poudres peuvent être considérées comme stables lors de leur utilisation avec néanmoins une plus grande stabilité de la poudre de billes

de verre. Aux vues des valeurs de l'indice d'écoulement (FRI), les deux poudres peuvent être considérées comme à peu près similaires. De plus, les valeurs du rapport d'aération (AR) montrent que la poudre de billes de verre est plus sensible à l'aération que la poudre d'alumine.

2.2.2.3. Mesure en cellule de cisaillement

Cette mesure est basée sur la méthode proposée par Jenike (1964) qui consiste à réaliser des expériences avec la poudre pour obtenir ce qu'il appelle la fonction d'écoulement. Cette fonction d'écoulement représente la contrainte maximale que supporte une surface libre sans s'effondrer en fonction de la contrainte maximale qu'a subie la poudre. La méthodologie de Jenike (1964) pour déterminer la fonction d'écoulement est une méthode qui quantifie les propriétés d'écoulement du milieu granulaire, observant le point de rupture de la poudre quelle que soit sa compacité.

La première étape de la caractérisation consiste à déterminer les conditions qui provoquent l'écoulement de la poudre au repos en traçant la courbe appelée lieu cinématique de rupture. Ensuite, l'ensemble d'un minimum de quatre lieux de rupture permet l'obtention de la fonction d'écoulement. Chaque lieu de rupture est un ensemble de points de rupture caractéristiques d'un état de consolidation donné acquis par tassement de l'échantillon de poudre lors de l'application d'une contrainte normale.

La courbe du lieu de rupture est obtenue expérimentalement à l'aide d'une cellule de cisaillement. Cette courbe est construite à partir d'un certain nombre de points de rupture de la poudre, où l'obtention de chacun de ces points est réalisée d'après la procédure de Jenike (1964). Cette procédure comprend deux étapes distinctes qui sont les suivantes :

- La consolidation : une charge normale de consolidation (contrainte σ_c) est appliquée sur l'échantillon, puis la poudre est cisailée. La contrainte de cisaillement augmente jusqu'à ce que le milieu cède et se mette en écoulement. La force nécessaire pour maintenir le glissement, τ_c , va alors peu à peu se stabiliser et l'état de consolidation critique est atteint (figure II-14).

- L'essai de cisaillement : Une fois l'étape de consolidation réalisée, la contrainte de consolidation est enlevée et une nouvelle contrainte σ_s (inférieure à σ_c) est appliquée sur le milieu granulaire. Au cours d'un essai de cisaillement, la force tangentielle (τ_s) nécessaire pour remettre en écoulement la poudre sous cette contrainte est mesurée (figure II-14).

La procédure complète pour obtenir la courbe du lieu cinématique de rupture consiste à répéter ces deux étapes expérimentales pour différentes charges normales de rupture inférieures à la charge de consolidation (Jenike, 1964). Les différents couples (σ_s, τ_s) obtenus constituent les points du lieu cinématique de rupture de la poudre pour la consolidation σ_c , et le couple (σ_c, τ_c) constitue le point final de la courbe du lieu cinématique de rupture (figure II-14).

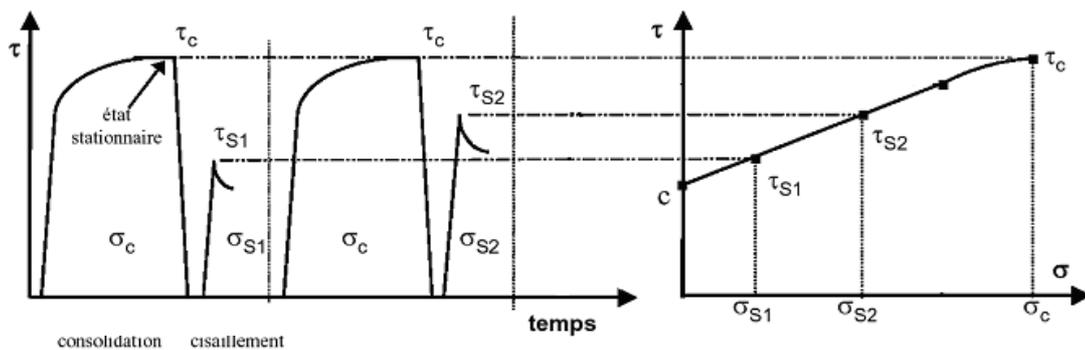


Figure II-14. Etapes d'un test de cisaillement et détermination des points du lieu cinématique de rupture.

A partir des données obtenues lors des essais de cisaillement, il faut ensuite déterminer la meilleure expression permettant d'ajuster les points expérimentaux obtenus et d'exploiter au mieux le lieu de rupture (Jenike, 1964 ; Drescher *et al.*, 1995a et 1995b). La forme du lieu de rupture peut être linéaire ou légèrement courbée selon la poudre. La linéarisation du lieu de rupture (figure II-15) négligeant le couple (σ_c, τ_c) conduit à un lieu de rupture pouvant être décrit par le critère de rupture de Coulomb :

$$\tau = \mu\sigma + c \quad (\text{II-1})$$

La cohésion (c) du milieu est donnée par l'intersection de la courbe d'ajustement avec l'axe des ordonnées et l'angle de friction interne de la poudre (ϕ) est donné par la pente de celle-ci ($\mu = \tan \phi$) (figure II-15). Physiquement, cette cohésion représente la contrainte nécessaire à appliquer sur une poudre non consolidée pour la mettre en écoulement. Elle est représentative des forces interparticulaires.

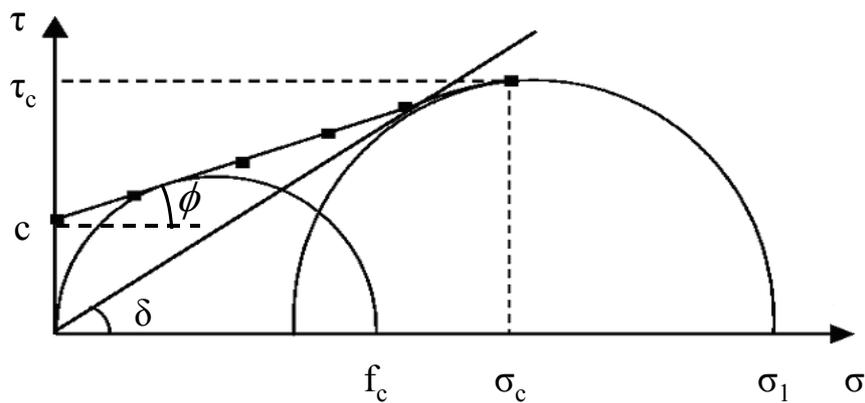


Figure II-15. Ajustements du lieu cinématique de rupture et détermination de la cohésion et de l'angle de friction interne.

Une fois le meilleur ajustement de la courbe des points expérimentaux de rupture réalisé (droite ou courbe), la méthodologie de Jenike (1964) consiste à trouver les cercles de Mohr caractéristiques du lieu de rupture permettant de déterminer les contraintes principales de cohésion (f_c) et de consolidation (σ_1) qui sont par la suite utilisées pour déterminer les fonctions d'écoulements des poudres. Ces deux contraintes maximales sont obtenues en traçant deux cercles de Mohr tangents au lieu de rupture de la poudre et sont définies de manière suivante :

- La contrainte de cohésion (f_c) : elle représente la contrainte en compression à appliquer sur une voûte pour la rompre. Une arche se formant lors de l'écoulement présente un plan tangent à sa surface libre qui n'est soumis à aucune contrainte, ni tangentielle, ni normale. Le cercle de Mohr représentatif de cette condition de contraintes et qui passe par l'origine. La contrainte de cohésion est donnée par la contrainte principale majeure du cercle passant par l'origine et tangent au lieu de rupture (figure II-15).

- La contrainte majeure de consolidation (σ_1) : il s'agit de la contrainte maximale qui a pu s'exercer sur la poudre pour l'état de consolidation donnée (contrainte maximale du plan principal). Cette contrainte est obtenue par le cercle de Mohr tangent au lieu de rupture et qui passe par le point extrême du lieu de rupture de coordonnées (σ_c, τ_c) (figure II-15).

La fonction d'écoulement d'une poudre est le rapport entre la contrainte principale maximale, σ_1 , que peut subir la poudre sans changer de consolidation et la contrainte maximale, f_c , supportée par la poudre sur une surface libre, développée pour cet état de consolidation. Les fonctions d'écoulement indiquent la contrainte nécessaire pour réinitialiser un écoulement en fonction de la contrainte majeure qui a consolidé la poudre. Comme nous l'avons vu précédemment, chaque lieu cinématique de rupture permet de déterminer un couple (f_c, σ_1), il est donc nécessaire, pour obtenir une fonction d'écoulement complète, d'effectuer des essais pour différentes contraintes de consolidation.

Ainsi, les poudres peuvent être classées en différentes catégories selon la position de leur fonction d'écoulement dans le diagramme de la figure II-16 (Schwedes, 2000) sur lequel sont représentées les différentes catégories définies à partir du rapport linéaire entre f_c et σ_1 (Jenike, 1964) donné par la relation II-2 :

$$ff_c = \frac{\sigma_1}{f_c} \quad (II-2)$$

Sur la figure II-16, nous pouvons constater que plus les points obtenus ont des valeurs proches de l'axe des abscisses, c'est-à-dire pour des valeurs de fonctions d'écoulement élevées, plus l'écoulement de la poudre sera aisé.

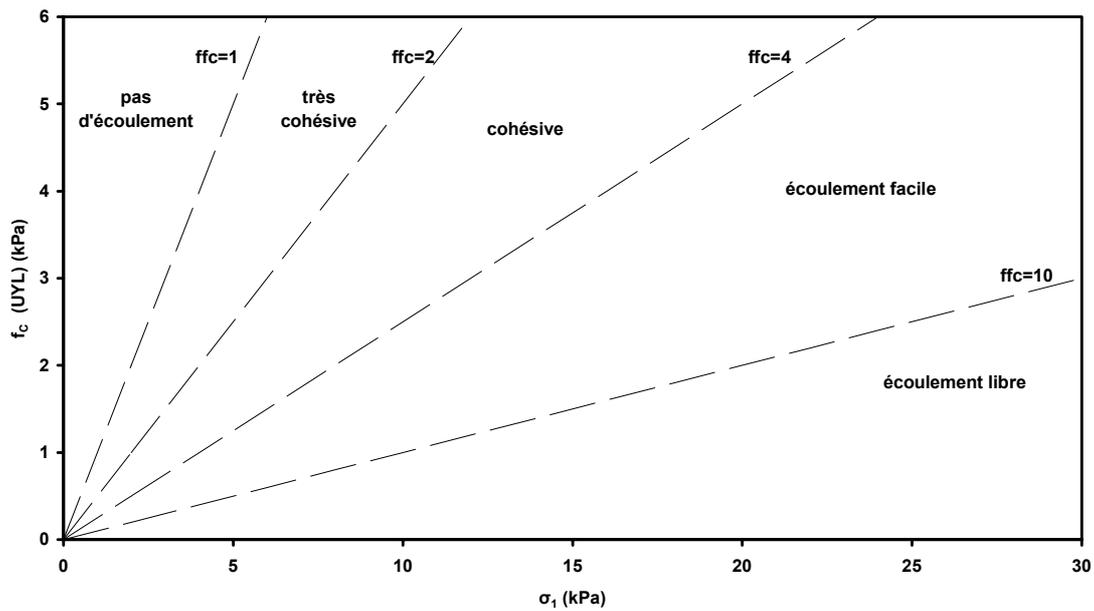


Figure II-16. Classification du comportement des poudres en fonction de la valeur de la fonction d'écoulement (Schwedde, 2000).

Les mesures des propriétés d'écoulement réalisées pour notre étude ont été obtenues à partir d'essais effectués à l'aide d'une cellule de cisaillement annulaire placée sur le rhéomètre à poudre FT4 Powder Rheometer (Freeman Technology). Ce dispositif entièrement automatisé permet d'obtenir une bonne reproductibilité du conditionnement de la poudre et des mesures des contraintes de cisaillement. Ainsi, les mesures ont été réalisées pour différentes valeurs de contrainte normale et les lieux cinématiques de rupture ont été déterminés pour différentes valeurs de contrainte de consolidation (3, 6, 12 et 22 kPa).

Les résultats de cisaillement et les lieux cinématiques de rupture obtenus à l'aide de ce dispositif sont présentés sur les figures II-17 et II-18 pour la poudre de billes de verre et la poudre d'alumine respectivement. Les valeurs des différents paramètres déterminés à partir de ces lieux de rupture sont regroupées dans le tableau II-7.

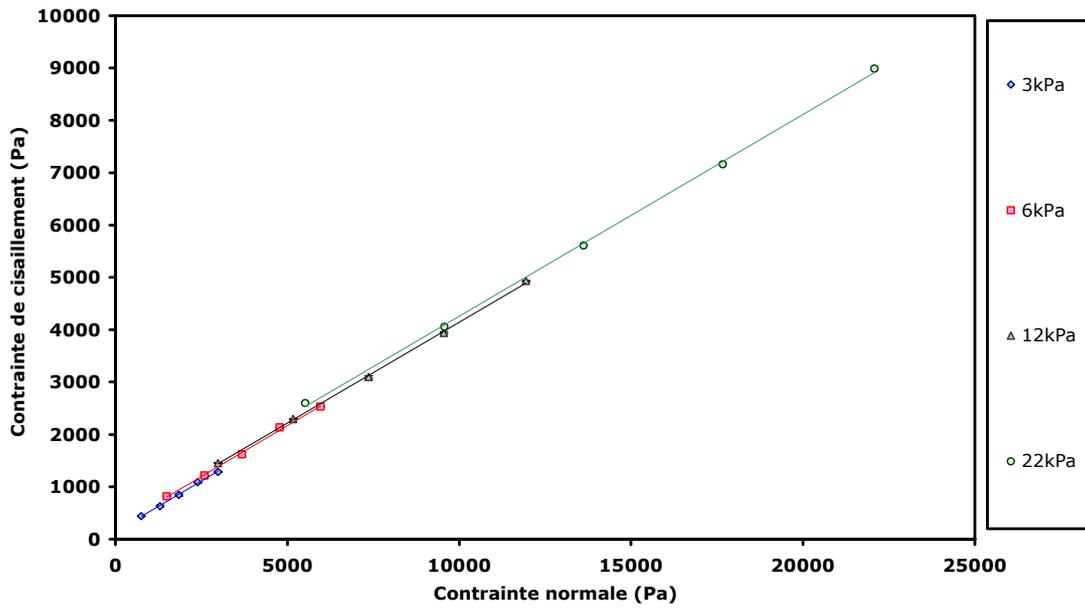


Figure II-17. Lieux cinématiques de rupture obtenus pour la poudre de billes de verre à différentes valeurs de contraintes de consolidation (3, 6, 12 et 22 kPa).

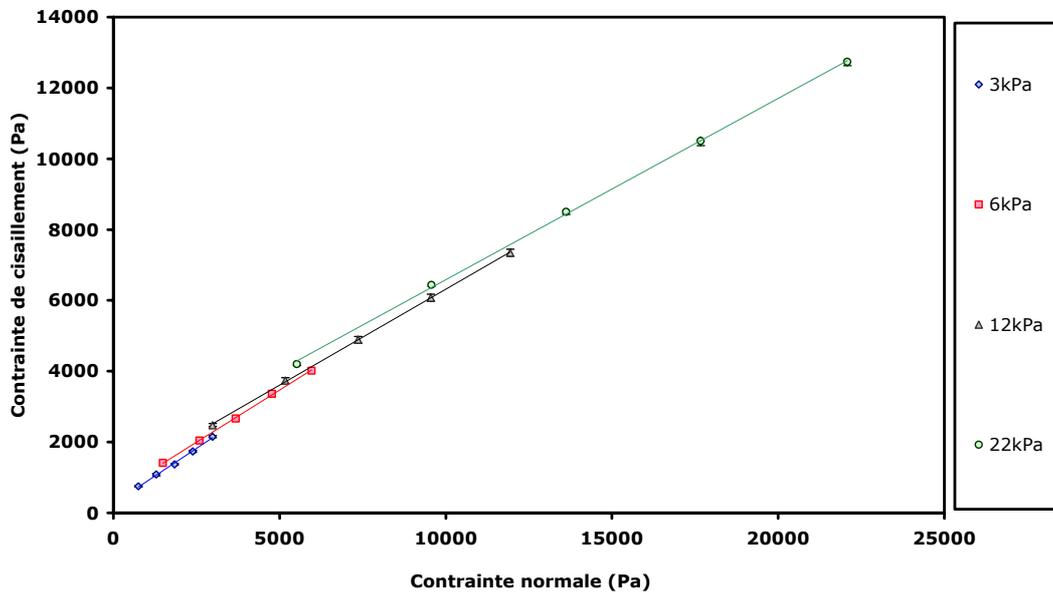


Figure II-18. Lieux cinématiques de rupture obtenus pour la poudre d'alumine à différentes valeurs de contraintes de consolidation (3, 6, 12 et 22 kPa).

Tableau II-7. Paramètres déterminés par exploitation des lieux de rupture pour les deux poudres.

Poudre	Contrainte de consolidation (kPa)	f_c (Pa)	σ_1 (Pa)	ff_c	Cohésion (Pa)	ϕ (°)
Billes de verre	3	397	4830	12,2	141	23
	6	653	9634	14,8	231	23
	12	1113	19311	17,3	393	22
	22	1832	35576	19,4	646	22
Alumine	3	1219	7171	5,9	368	36
	6	1816	12927	7,1	544	34
	12	2800	24092	8,6	868	32
	22	4204	42471	10,1	1333	30

A partir de ces données, nous pouvons dire que la poudre de billes de verre est moins cohésive et moins frottante que la poudre d'alumine, car ses valeurs de cohésion et d'angle de friction interne sont moins importantes.

A partir des différents lieux cinématiques de rupture et de leur exploitation, il est possible de déterminer les fonctions d'écoulement des deux poudres en utilisant la relation II-2. La figure II-19 représente les fonctions d'écoulement obtenues pour chacune de nos poudres ainsi que les différentes catégories de comportements.

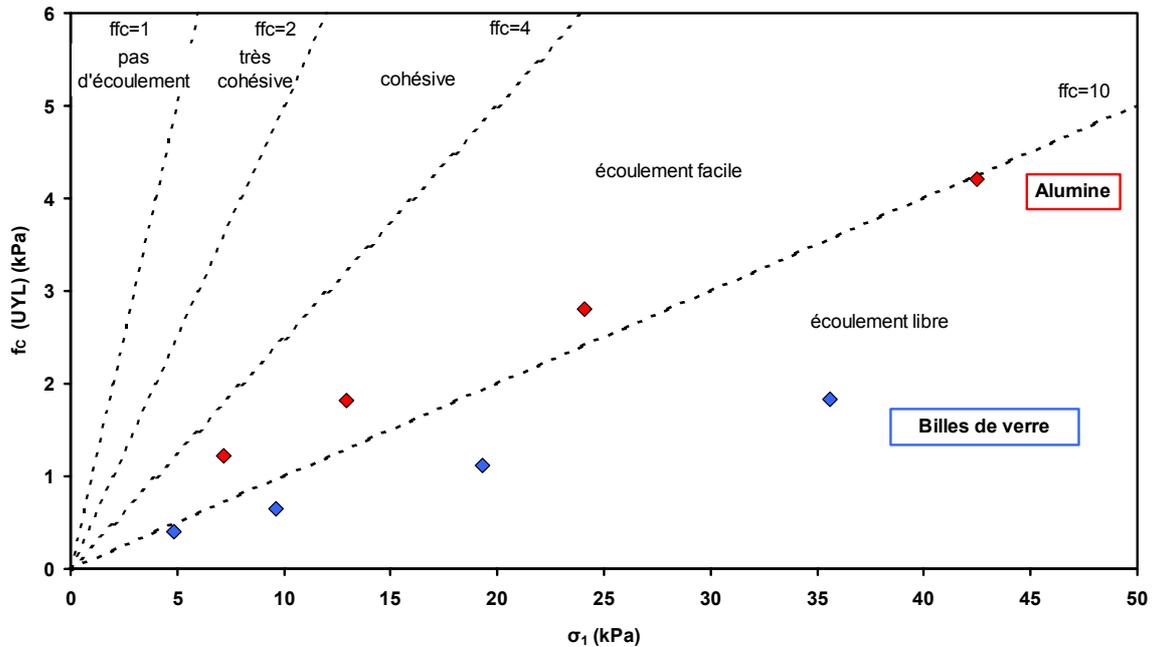


Figure II-19. Fonction d'écoulement et classification du comportement des deux poudres en fonction de la localisation sur le diagramme (Schweddes, 2000).

La détermination des fonctions d'écoulement nous permet de comparer le comportement des deux poudres et de les placer dans la classification. Ainsi, la poudre d'alumine est classée dans la catégorie des poudres dont l'écoulement est qualifié de facile et la poudre de billes de verre dans celle des poudres à écoulement libre.

2.2.3. Caractérisation des particules

Nous avons vu lors de la première partie que, pour décrire une poudre, il est aussi important de déterminer les caractéristiques des particules la composant telles que leur morphologie et leur taille ainsi que leurs propriétés de surface (rugosité) qui vont avoir un rôle sur la cohésion et l'écoulement de la poudre du fait des interactions interparticulaires.

2.2.3.1. Détermination de la morphologie des particules

Afin d'apprécier la morphologie des particules, nous avons effectué des observations par microscopie électronique à balayage (MEB LEICA S440). Pour chacun des deux types de poudres, des particules ont été déposées sur quatre supports recouverts d'adhésif double face. Les échantillons ont ensuite été rendus conducteurs par métallisation (dépôt d'une couche d'or par plasma, métalliseur Edwards Sputter Coater S150B). Les photographies obtenues sont présentées sur la figure II-20 pour la poudre de billes de verre et sur la figure II-21 pour la poudre d'alumine.

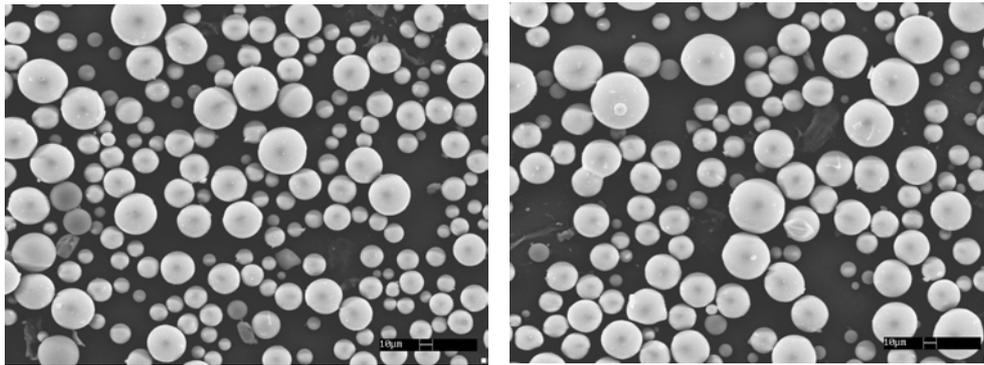


Figure II-20. Photographies au microscope électronique à balayage de la poudre de billes de verre.

Nous pouvons constater sur la figure II-20 que la poudre de billes de verre se présente sous la forme de particules sphériques. Les particules observées ont des diamètres compris entre 2 et 60 μm . Les particules étant sphériques, le facteur de forme dynamique est égal à 1.

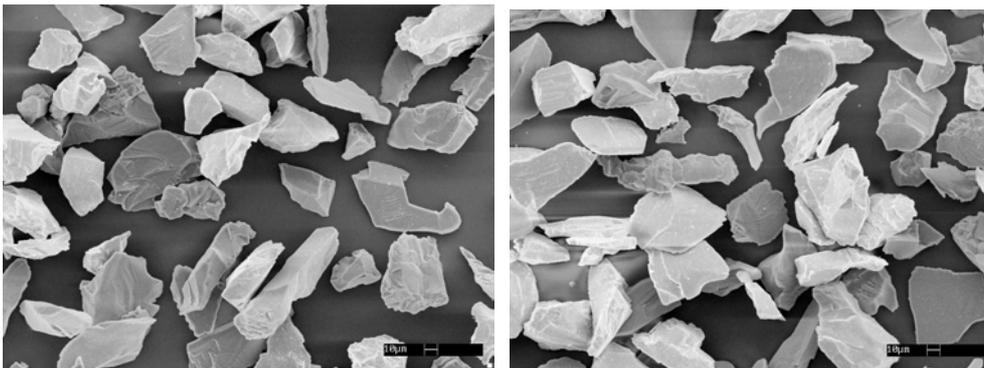


Figure II-21. Photographies au microscope électronique à balayage de la poudre d'alumine.

Les particules constituant la poudre d'alumine présentent, quant à elles, des formes variées et anguleuses (figure II-21). Les particules ont des dimensions maximales comprises entre environ 10 μm et une centaine de μm . Du fait de l'irrégularité des particules composant cette poudre, le facteur de forme dynamique est dans ce cas différent de l'unité. De plus, les photographies nous permettent d'apprécier de manière qualitative ce facteur de forme par comparaison avec d'autres particules couramment rencontrées dans les études de la littérature. Ainsi, nous pouvons voir que la forme des particules d'alumine est proche de celle de particules de quartz ou de sable dont les facteurs de forme dynamiques sont compris entre 1,3 et 1,8.

Par ailleurs, le facteur de forme dynamique peut être estimé à partir des différentes mesures de distributions granulométriques que nous avons réalisées à l'aide des différents granulomètres et que nous avons présentées dans le tableau II-1. Ainsi, à partir des diamètres médians équivalents en volume et aérodynamiques déterminés à partir des distributions en volume (tableau II-1), et par réarrangement de la relation I-20 reliant ces deux diamètres, nous avons pu estimer le facteur de forme dynamique et nous avons obtenu une valeur égale à 1,5 (Witschger *et al.*, 2002).

2.2.3.2. Topographie de surface des particules par microscopie à force atomique (AFM).

Inventé en 1985 par G. Binnig et H. Rohrer dans le sillage du microscope à effet tunnel, le microscope à force atomique (AFM) a connu un essor fulgurant et s'est imposé comme un outil incontournable de caractérisation des surfaces (Binnig *et al.*, 1986 ; Rivoal et Fretigny, 2005). Cette technique permet d'obtenir des images tridimensionnelles à l'échelle nanométrique indépendamment de la nature des échantillons (biologiques, organiques, minérales). Son champ d'applications est donc extrêmement vaste. La méthode est employée dans les laboratoires de recherche ou en milieu industriel pour visualiser des structures à l'échelle nanométrique, réaliser des cartographies tridimensionnelles, détecter les défauts de surface de tous types de matériaux (notamment dans les industries du semi-conducteur ou de l'optique), visualiser des domaines magnétiques, mesurer la dureté des matériaux par nanoindentation, déterminer les propriétés d'échantillons biologiques, etc. (Magonov et Reneker 1997 ; Fotiadis *et al.*, 2002 ; Scheuring *et al.*, 2002 et 2006).

a. Principe de la microscopie à force atomique

Le principe de cette technique est de mesurer les différentes forces d'interaction entre une pointe, idéalement atomique, fixée à l'extrémité d'un microlevier flexible (ou cantilever) et les atomes de la surface d'un matériau (forces de répulsion ionique, forces de Van der Waals, forces électrostatiques, forces de friction, forces magnétiques, etc.). La pointe parcourt la surface et la déflexion du cantilever est détectée par un faisceau laser, positionné sur la face supérieure du cantilever, qui est réfléchi sur un miroir et envoyé sur une photodiode

(figure II-22). Les déplacements sont effectués grâce à une céramique piézo-électrique qui permet d'éloigner ou de rapprocher la surface de la pointe pour contrôler la force exercée par la pointe sur l'échantillon, et donc d'imager la topographie de la surface.

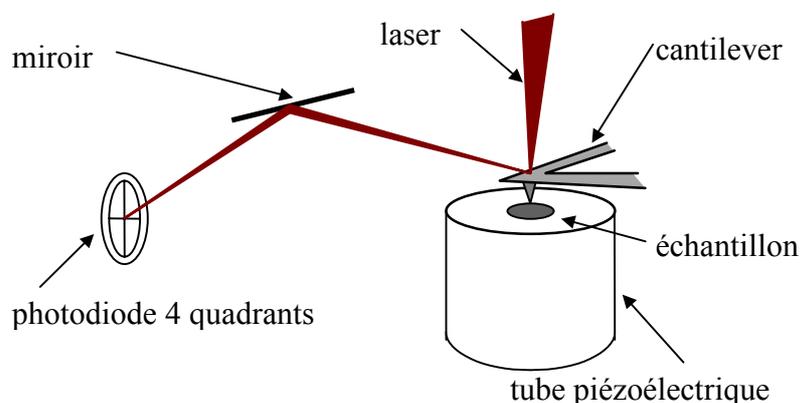


Figure II-22. Principe d'un microscope à force atomique (AFM).

Différents modes de fonctionnement existent permettant d'obtenir plusieurs informations comme les forces d'adhésion, les propriétés chimiques, mécaniques, tribologiques, magnétiques, ou électrostatiques de la surface. Les modes utilisés pour effectuer les mesures de topographie de surface et de mesure de forces d'adhésion seront brièvement présentés dans la suite.

b. Le mode tapping

Afin d'observer la morphologie de la surface des particules et de mesurer les caractéristiques des défauts, les échantillons sont analysés par microscopie à force atomique en mode tapping et contraste de phase.

En mode tapping, le cantilever oscille et l'amplitude d'oscillation est choisie suffisamment élevée pour que la pointe vienne périodiquement en contact avec la surface. Ainsi, l'analyse en mode tapping permet une étude morphologique de surface à partir de l'acquisition de 3 images effectuées sur des zones de $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ et de $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$:

- L'image en mode hauteur représente la morphologie réelle de la surface, c'est à partir de cette image que sont mesurés les paramètres de rugosité (voir paragraphe suivant) et que sont tracés les profils. L'analyse se fait à amplitude constante, c'est-à-dire que la variation de l'amplitude d'oscillation de la pointe est utilisée comme signal d'asservissement afin de corriger le déplacement vertical du cantilever et suivre ainsi la morphologie de la surface (figures II-23 à II-30, à gauche).

- L'image en mode amplitude représente la variation de la racine carrée de l'amplitude, l'échelle verticale est donc difficilement interprétable, mais cette image a l'avantage de permettre une meilleure visualisation des détails (figures II-23 à II-30, au centre).

- Le mode contraste de phase permet de mesurer le déphasage existant entre la courbe d'oscillation du cantilever à vide et lorsqu'il est parcouru par l'échantillon (figures II-23 à II-30, à droite).

c. Les paramètres de rugosité

Nous donnons maintenant brièvement les définitions des paramètres de rugosité, qui sont déterminés à partir des mesures effectuées sur les images obtenues en mode hauteur, et les expressions permettant de les calculer :

- Ra (nm) est la rugosité moyenne, c'est-à-dire la valeur moyenne de la hauteur de la surface par rapport au plan centré. Le plan centré est un plan parallèle au plan de rugosité moyenne tel que les volumes délimités de part et d'autre soient égaux. La rugosité moyenne est calculée par :

$$Ra = \frac{1}{LxLy} \int_0^{Ly} \int_0^{Lx} |Z(x,y)| dx dy ,$$

où Lx et Ly sont les dimensions de la surface balayée et $Z(x,y)$ la hauteur de la surface par rapport au plan moyen au point (x, y) .

- Rq (nm) est la déviation standard des valeurs de Z sur une surface donnée. Elle est calculée par :

$$Rq = \frac{1}{LxLy} \left[\int_0^{Ly} \int_0^{Lx} Z^2(x,y) \cdot dx \cdot dy \right]^{1/2},$$

et peut aussi s'écrire : $Rq = \sqrt{\frac{\sum(Z_i - \bar{Z})^2}{N}}$,

où \bar{Z} est la moyenne des valeurs de Z sur une surface donnée, Z_i est la valeur de Z en chaque point de la surface et N est le nombre de points analysés dans cette surface. Rq est toujours supérieure ou égale à Ra . Pour une distribution Gaussienne, on a : $Rq = 1,25 Ra$.

- $Rdiff$ (%) est l'écart relatif entre la surface développée par les aspérités et la surface balayée ($Lx \times Ly$). La surface développée est calculée par triangulation. Le principe de la triangulation est la décomposition de la surface en ses plus petits éléments, c'est-à-dire des triangles, puis sommation de tous les éléments d'aires ainsi définis.

d. Résultats

Afin de réaliser les mesures, différents échantillons sont préparés par fixation des particules sur un support. Pour cela, des grains de poudre sont parsemés en surface d'une plaquette de mica préalablement recouverte d'un fin film de colle cyanoacrylate. L'analyse est ensuite réalisée à l'aide d'un microscope à force atomique AFM multimode NIIIA (VEECO).

Les cantilevers utilisés pour réaliser les topographies de surface sont en silicium et ont les caractéristiques suivantes :

- En mode tapping à l'air, le cantilever utilisé a une constante de raideur d'environ 50 N/m et une fréquence d'oscillation de l'ordre de 270 kHz.
- En mode tapping en milieu liquide, le cantilever utilisé a une constante de raideur d'environ 0,5 N/m et une fréquence d'oscillation de l'ordre de 27 kHz.

La détermination des paramètres de rugosité est effectuée sur différents grains de poudre dans les deux milieux choisis (air et eau). Nous présentons dans la suite les résultats obtenus pour chacune des poudres et chaque milieu d'analyse.

- Poudre de billes de verres

Morphologie à l'air

Les billes de verre ont été imagées en mode tapping à l'air sur des zones de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ (figure II-23) et de $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ (figure II-24), les paramètres de rugosité définis précédemment et mesurés sur ces zones sont présentés dans le tableau II-8.

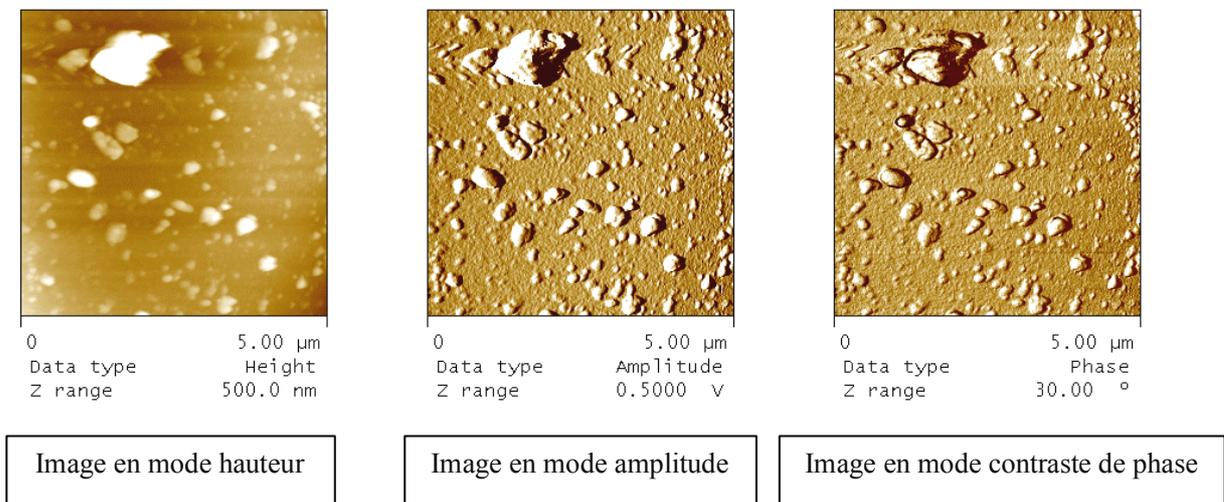


Figure II-23. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$.

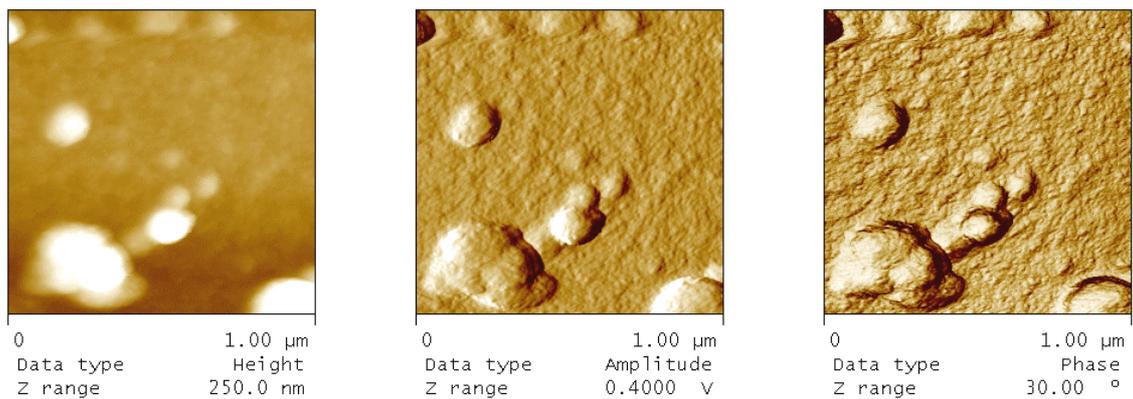


Figure II-24. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$.

Tableau II-8. Paramètres de rugosité pour les billes de verre dans l'air.

Zones de mesure	Rq (nm) (moyenne ± 1σ)	Ra (nm) (moyenne ± 1σ)	Rdiff (%) (moyenne ± 1σ)
5 μm × 5 μm	51,82 ± 23,09	30,74 ± 8,95	15,08 ± 3,24
1 μm × 1 μm	21,59 ± 11,82	13,77 ± 6,62	17,06 ± 6,31

La morphologie de surface des particules de billes de verre à l'air est caractérisée par la présence d'aspérités en relief non jointives sur une surface finement granuleuse (figure II-23). Les images réalisées sur des surfaces 1 μm × 1 μm (figure II-24) montrent que les aspérités de surface ont une morphologie finement granuleuse similaire à la surface de base de la bille de verre. Ces aspérités ont un diamètre variable compris entre 100 nm et 1,5 μm.

Morphologie en milieu aqueux

En milieu liquide, les aspérités non jointives observées lors des mesures dans l'air sont encore présentes et ne se détachent pas au cours du temps de passage dans l'eau. Elles font donc partie des billes de verre (figures II-25 et II-26). Les différents paramètres de rugosité mesurés sur ces zones sont présentés dans le tableau II-9.

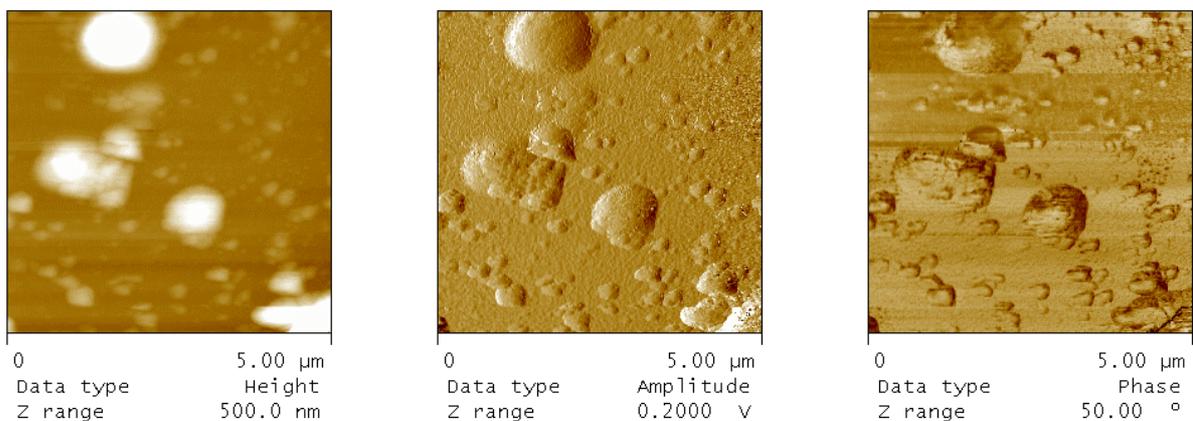


Figure II-25. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de 5 μm × 5 μm.

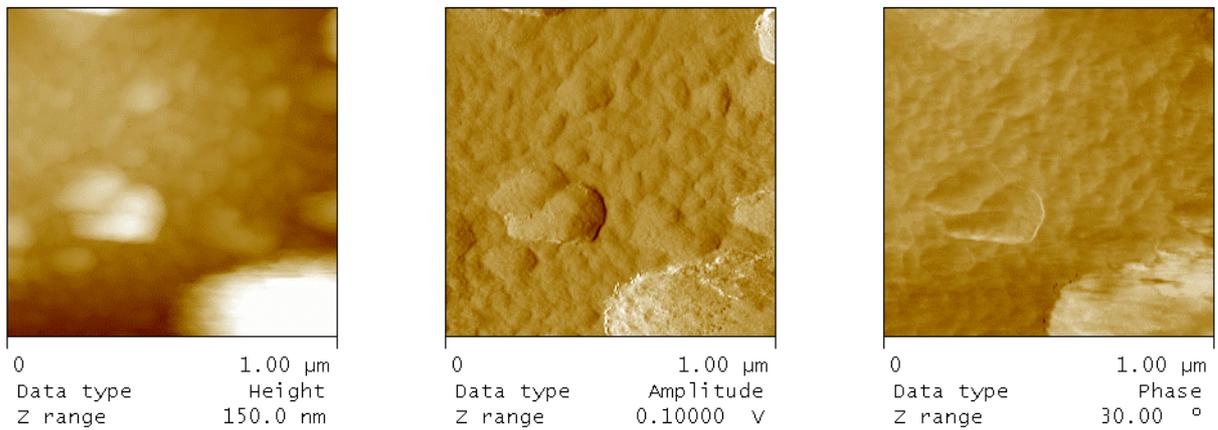


Figure II-26. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$.

Tableau II-9. Paramètres de rugosité pour les billes de verre dans l'eau.

Zones de mesure	Rq (nm)	Ra (nm)	Rdiff (%)
	(moyenne $\pm 1\sigma$)	(moyenne $\pm 1\sigma$)	(moyenne $\pm 1\sigma$)
$5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$	$61,33 \pm 30,85$	$34,04 \pm 13,74$	$7,71 \pm 1,67$
$1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$	$15,87 \pm 5,13$	$11,86 \pm 3,51$	$10,95 \pm 6,84$

- Poudre d'alumine

Morphologie à l'air

Les particules d'alumine ont été imagées de la même manière que les billes de verre. La morphologie de surface des particules d'alumine est caractérisée par la présence d'aspérités arrondies de diamètre compris entre 50 nm et $1\ \mu\text{m}$, non jointives, déposées sur une surface par endroit finement granuleuse (figures II-27 et II-28). Les différents paramètres de rugosité mesurés sur ces zones sont présentés dans le tableau II-10.

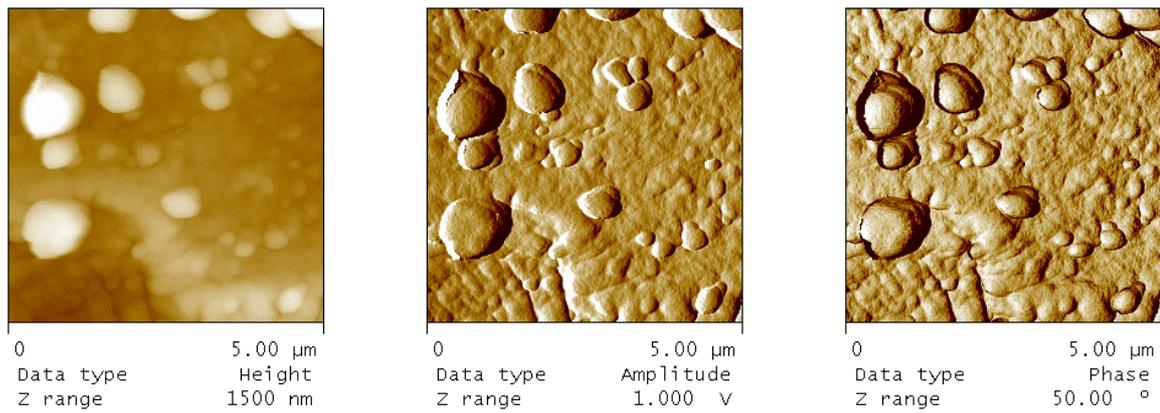


Figure II-27. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de 5 μm × 5 μm.

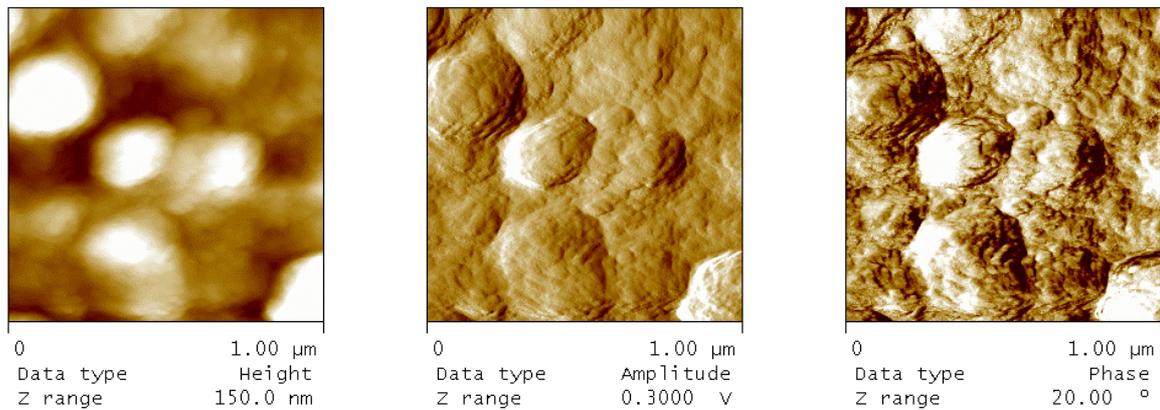


Figure II-28. Mesures effectuées dans l'air en mode tapping sur des zones de 1 μm × 1 μm.

Tableau II-10. Paramètres de rugosité pour les particules d'alumine dans l'air.

Zones de mesure	Rq (nm)	Ra (nm)	Rdiff (%)
	(moyenne ± 1σ)	(moyenne ± 1σ)	(moyenne ± 1σ)
5 μm × 5 μm	210,15 ± 57,94	159,02 ± 41,43	46,97 ± 21,07
1 μm × 1 μm	49,75 ± 22,22	38,23 ± 15,67	18,49 ± 9,02

Morphologie en milieu aqueux

En milieu liquide, la morphologie de surface n'est pas modifiée, les aspérités arrondies dispersées en surface, qui sont observées à l'air, sont toujours présentes (figure II-29) et la surface de base apparaît localement finement granuleuse (figure II-30). Les différents paramètres de rugosité mesurés sur ces zones sont présentés dans le tableau II-11.

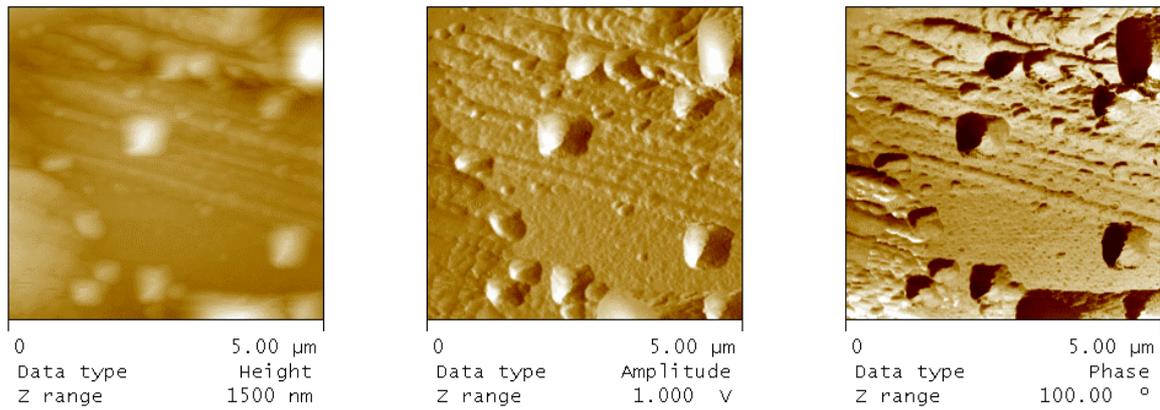


Figure II-29. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de 5 µm × 5µm.

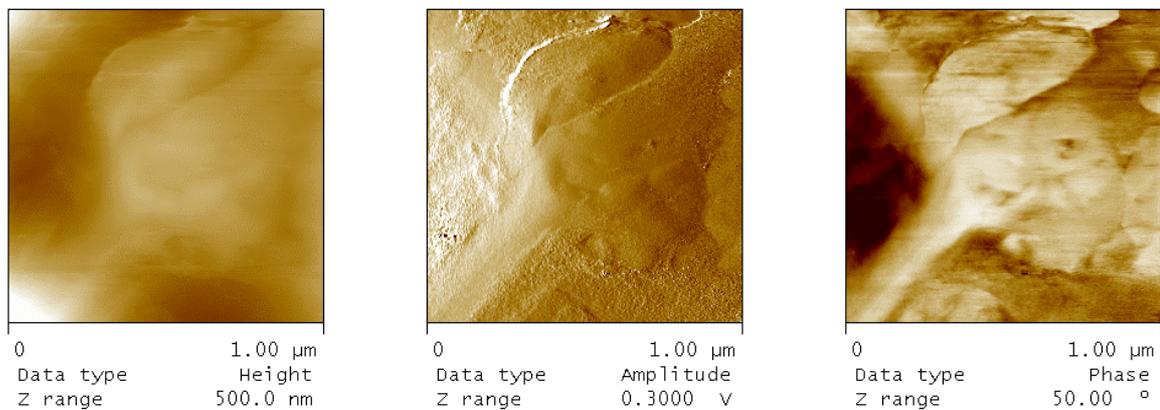


Figure II-30. Mesures effectuées en milieu aqueux en mode tapping sur des zones de 1 µm × 1 µm.

Tableau II-11. Paramètres de rugosité pour les particules d'alumine dans l'eau.

Zones de mesure	Rq (nm)	Ra (nm)	Rdiff (%)
	(moyenne ± 1σ)	(moyenne ± 1σ)	(moyenne ± 1σ)
5 µm × 5 µm	149,99 ± 72,68	82,35 ± 16,79	22,23 ± 4,81
1 µm × 1 µm	44,66 ± 13,11	34,32 ± 12,85	17,03 ± 7,86

- Comparaison des résultats

Les mesures réalisées nous permettent de dire que les morphologies de surface des billes de verre et des particules d'alumine analysées à l'air sont caractérisées par la présence d'aspérités arrondies dispersées en surface et de diamètre compris entre 50 nm et plus d'un micron. En milieu liquide, cette morphologie est conservée, il n'est observé qu'une faible

disparition des aspérités superficielles. De plus, les résultats montrent que les paramètres de rugosité sont plus élevés sur l'alumine que sur le verre.

2.2.3.3. Mesure des forces d'adhésion interparticulaires par microscopie à force atomique.

La mesure comparative des forces d'adhésion à l'air et en milieu aqueux est réalisée, en mode contact, en traçant les courbes de force et en utilisant le mode Force Volume à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM multimode NIIIA, VEECO). Les courbes de force sont ensuite utilisées pour mesurer les forces d'adhésion entre la pointe et l'échantillon.

Dans la suite, nous décrivons tout d'abord brièvement ce qu'est une courbe de force et les mesures effectuées à l'aide du mode Force Volume utilisé.

a. La courbe de force

Une courbe de force est obtenue en appliquant une tension en dents de scie à la céramique piézo-électrique afin de faire varier la distance entre l'échantillon et une position de référence. L'angle de déflexion de la pointe est mesuré en fonction de la distance entre l'échantillon et la position de référence. Celui-ci est amené jusqu'au contact entre la pointe et sa surface ou jusqu'à une valeur (trigger) fixée par l'expérimentateur, puis l'échantillon est éloigné de la pointe. L'allure d'une courbe de force est représentée sur la figure II-31.

La courbe de force (figure II-31) peut être décrite de la manière suivante :

- (1) Lorsque le cantilever est loin de la surface, la déflexion est nulle.
- (2) Lorsque les forces attractives entrent en jeu, le cantilever est défléchi jusqu'à la valeur limite fixée par sa constante de raideur k finie : lorsque le gradient des forces devient supérieur à la valeur de k , à une distance très proche de la surface, la pointe entre brusquement en contact avec l'échantillon.
- (3) Si on continue encore à déplacer l'échantillon vers la pointe, la déflexion du cantilever est inversée et augmente.

- (4) Lorsque le mouvement s'inverse, la pointe adhère sur la surface et une hystérésis est généralement observée. Lorsque la force de retrait est supérieure à la force d'adhésion, ou force de « pull off », qui est donnée par la déflexion négative maximale atteinte, le cantilever est libéré de la surface puis de toute interaction (5).

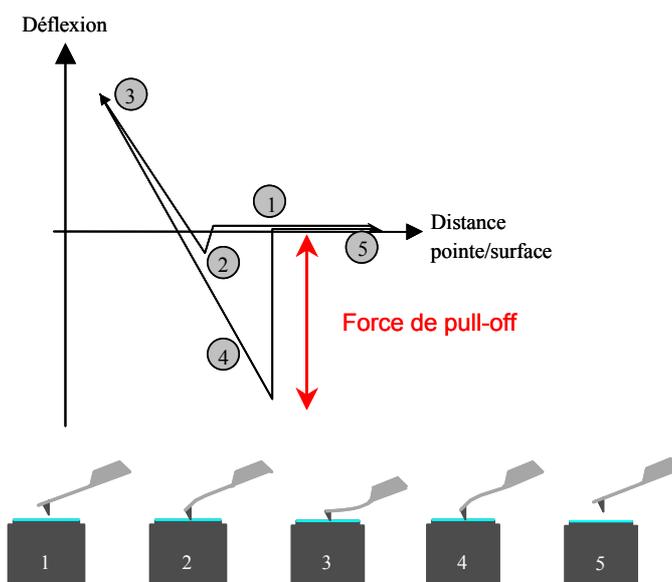


Figure II-31. Courbe de force obtenue en AFM (Reyraud, 2001).

A partir des mesures réalisées, il est possible de déterminer la composante de la force subie par la loi de Hooke donnée par la relation II-3 :

$$F = k z \quad (II-3)$$

où k est la constante de raideur du cantilever (N/m) et z représente la déflexion mesurée (m).

b. Le mode Force Volume

L'utilisation du mode Force Volume (FV) permet d'obtenir une cartographie des courbes de force sur la surface analysée. En chaque point de l'image Force Volume, une courbe de force est enregistrée. L'acquisition d'un fichier Force Volume comprend l'acquisition de 3 images différentes :

- L'image hauteur (figure II-32, à gauche), représente la topographie de surface, elle se construit en chaque point par la valeur du déplacement en z de la céramique piézo-électrique nécessaire pour atteindre la déflexion maximum, appelée trigger, fixée par l'expérimentateur. C'est cette valeur de trigger qui permet de fixer la force appliquée.

- L'image Force Volume (figure II-32, en haut à droite, FV image) donne, pour une position choisie de la céramique piézo-électrique, la valeur de la déflexion du cantilever en chaque point sur la surface.

- L'image Force (figure II-32, en bas à droite, force plot) trace les courbes de force aux points choisis sur l'image.

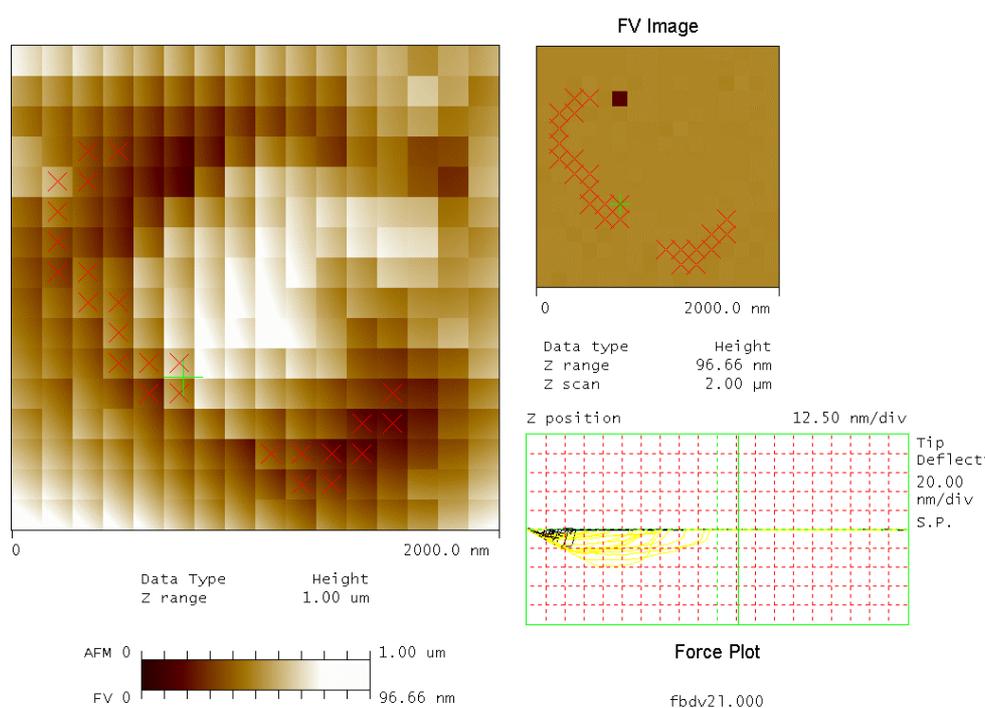


Figure II-32. Illustration des différentes images obtenues par AFM en mode Force Volume.

Les mesures de forces d'adhésion ont été réalisées dans l'air et en milieu liquide en utilisant des cantilevers de contact en nitrure de silicium dont les constantes de raideur ont été déterminées par la méthode des masses ajoutées dérivée de la méthode de Cleveland (Reynaud, 2001).

c. Résultats des mesures de force d'adhésion

Le tableau II-12 regroupe les résultats de force d'adhésion obtenus pour chaque poudre et chaque milieu de mesure.

Tableau II-12. Mesures des forces d'adhésion.

Forces d'adhésion (nN)	Billes de verre	Alumine
	(moyenne \pm 1 σ)	(moyenne \pm 1 σ)
Dans l'air	31,84 \pm 11,02	42,49 \pm 20,87
	Nombre de mesures : 210	Nombre de mesures : 90
Dans l'eau	4,12 \pm 3,94	5,11 \pm 4,55
	Nombre de mesures : 120	Nombre de mesures : 120

Des tests de comparaison des moyennes ont été effectués afin de comparer les mesures de forces d'adhésion obtenues pour les deux échantillons de poudres suivant le milieu dans lequel ont été réalisées les mesures (air et eau) :

- Pour les mesures de forces d'adhésion réalisées à l'air, l'écart entre les deux moyennes est très significatif. Les mesures de force d'adhésion à l'air sont plus élevées sur l'alumine que sur le verre.

- Pour les mesures de forces d'adhésion réalisées dans l'eau, l'écart entre les deux moyennes est également significatif. Les mesures de force d'adhésion dans l'eau sont plus élevées sur l'alumine que sur le verre.

A partir des résultats présentés dans le tableau II-12, nous pouvons constater que les forces d'adhésion, mesurées à l'aide d'une pointe en nitrure de silicium, sont plus élevées sur les particules d'alumine que sur les billes de verre, et la différence de forces d'adhésion est très significative à l'air, et reste significative dans l'eau. La comparaison des résultats obtenus dans les deux milieux de mesure permet d'apprécier les effets des forces capillaires, car les mesures réalisées dans l'eau permettent de s'affranchir de la contribution de celles-ci. Ainsi, les résultats montrent que, pour les deux matériaux, les forces d'adhésion sont 8 fois plus

élevées dans l'air que dans l'eau ce qui est comparable à ce qui est couramment obtenu dans la littérature (figure I-5).

2.3. Procédure expérimentale et méthodes de mesure

Dans cette partie, nous présentons la procédure expérimentale mise en place pour la réalisation des expériences de mise en suspension ainsi que les méthodes de mesure employées.

2.3.1. Procédure expérimentale de réalisation des expériences

La réalisation d'une expérience de mise en suspension, depuis le conditionnement des différents matériels utiles aux essais jusqu'aux pesées finales après l'expérience, peut se décomposer en différentes étapes.

La première étape est une étape préparatoire qui consiste à peser les différents éléments et à les disposer dans l'installation.

La seconde consiste en la réalisation de l'expérience de mise en suspension proprement dite. Celle-ci débute au moment de l'ouverture du dispositif de versement et se termine lorsque le prélèvement est arrêté. Le déroulement des expériences et les méthodes de mesure employées sont présentés sur la figure II-33.

La troisième étape, à la fin de l'expérience après récupération du filtre de collecte et du verseur, consiste à effectuer le nettoyage complet de l'enceinte et des éléments utilisés afin d'éliminer la poudre qui s'y trouve. Une importance toute particulière a été apportée à cette étape qui est constituée d'au moins trois phases de nettoyage. Au moment de la dernière phase, un produit anti-statique est appliqué sur l'ensemble des éléments utilisés pour réaliser les expériences (parois de l'enceinte, éléments du préleveur, etc.).

Une expérience de ce type s'étend donc sur une période d'environ 2 à 3 heures.

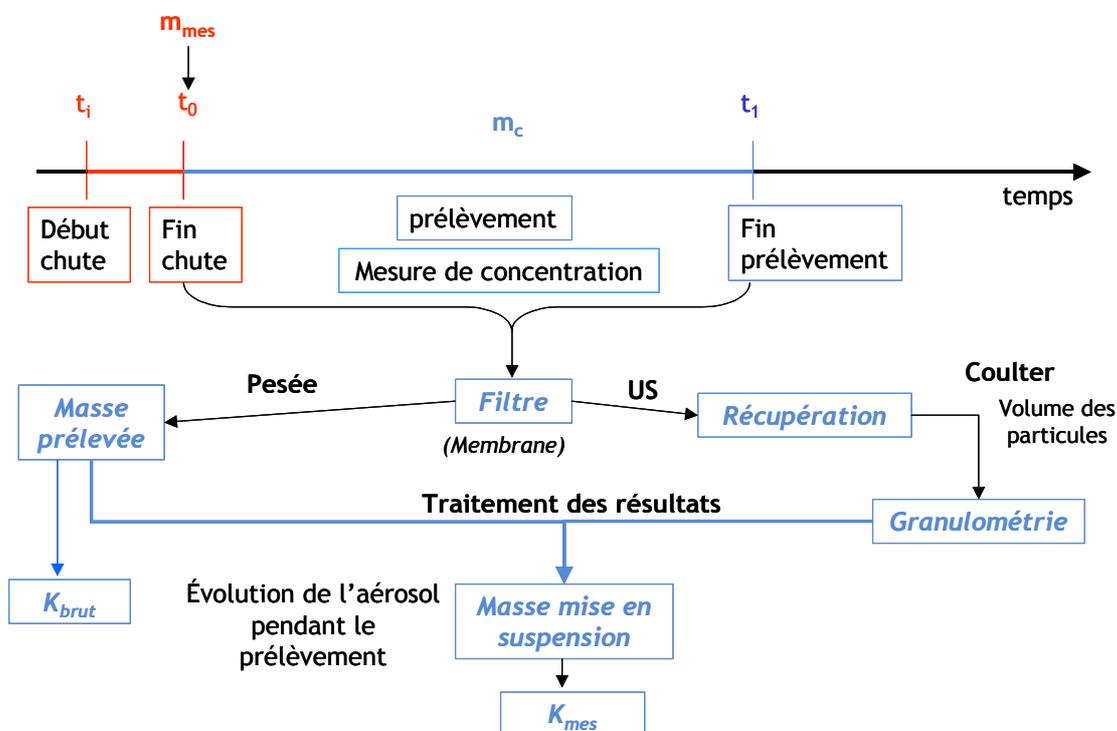


Figure II-33. Diagramme présentant le déroulement des expériences et les techniques de mesure.

A la fin des expériences, le filtre de prélèvement ainsi que le verseur de poudre sont récupérés afin d'être pesés. Ceci nous permet de déterminer la masse de particules mises en suspension collectées ainsi que la masse de poudre utilisée au cours de l'expérience. Ces deux données nous permettent de calculer dans un premier temps la fraction mise en suspension brute (notée K_{brut} sur la figure II-33).

Par la suite, le filtre de collecte est rincé puis placé dans un bécher contenant de l'eau en présence d'ultra-sons (US) afin de récupérer les particules pour déterminer leur distribution granulométrique.

2.3.2. Principe et évaluation des méthodes de mesures

Nous rappelons que la fraction mise en suspension brute est définie comme le rapport entre la quantité de matière mise en suspension et collectée sur le filtre de prélèvement pendant l'expérience, et la quantité initiale de poudre utilisée.

2.3.2.1. Pesées des filtres

La méthode utilisée consiste à déterminer la variation de masse du filtre utilisé pour la collecte entre le début et la fin de l'expérience. Pour cela, les filtres de collecte sont pesés avant et après chaque expérience à l'aide d'une balance de précision égale à 0,01 mg. Après la pesée initiale, les filtres sont conservés dans des boîtes de Pétri afin d'être tenus à l'abri de dépôts parasites de particules pouvant provenir de l'air ambiant et de ne pas subir les effets de variations des conditions environnementales du laboratoire (température et humidité relative). A la fin de l'expérience, le filtre est récupéré avec précaution afin de ne pas engendrer de perte de particules lors de la manipulation. Après la pesée finale permettant de déterminer la masse de particules collectées, les filtres sont replacés dans les boîtes de Pétri afin de ne pas être dégradés et de ne pas risquer de perte de particules lors des manipulations.

2.3.2.2. Pesées des poudres

Avant d'être pesée, la poudre est préalablement mélangée pendant environ 20 minutes à l'aide d'un mélangeur tridimensionnel (Turbula T2C) afin de l'homogénéiser et de l'aérer avant de l'échantillonner pour l'expérience. Cette étape est importante afin de disposer d'échantillons identiques tant au niveau de la masse volumique apparente qu'en termes de distribution granulométrique.

La pesée de la poudre est réalisée directement dans le verseur pour minimiser le nombre de manipulations pouvant engendrer des variations notamment en ce qui concerne la masse volumique et éviter les phénomènes de ségrégation qui peuvent se produire lors de la manipulation de la poudre ou du transvasement de celle-ci d'un récipient à un autre.

Le verseur est préalablement pesé avant d'y introduire la poudre. En fin d'expérience, celui-ci est de nouveau pesé afin de pouvoir déterminer la masse de poudre n'ayant pas chuté au cours de l'expérience. Les différentes pesées sont réalisées à l'aide d'une balance de précision égale à 0,001 g.

2.3.2.3. Débits massiques des entonnoirs

Les débits massiques des entonnoirs ont été déterminés expérimentalement en mesurant le temps nécessaire à une masse donnée de poudre pour s'écouler. Le tableau II-13 présente les valeurs de débits massiques obtenues pour les deux poudres et chaque entonnoir utilisé.

Tableau II-13. Débits massiques des poudres pour les deux entonnoirs.

Débit massique en g/s (moyenne $\pm 1\sigma$)		Diamètre = 10 mm	Diamètre = 15 mm
Poudre de billes de verre	100 g	7,24 \pm 1,65	15,66 \pm 2,47
	200 g	5,18 \pm 0,39	14,55 \pm 1,22
Poudre d'alumine	100 g	14,97 \pm 2,78	21,36 \pm 3,29
	200 g	16,39 \pm 3,48	26,94 \pm 3,42

Les débits massiques que nous avons déterminés sont ceux qui seront utilisés pour calculer les débits d'air entraînés lors des chutes.

2.3.2.4. Débit de Prélèvement

Les débits de prélèvement ont été déterminés indépendamment des expériences à l'aide d'un compteur volumétrique et sont compris entre 13,8 et 15,6 m³/h. Le temps minimum de prélèvement est déterminé afin de permettre une épuration presque totale de l'enceinte (collecte de plus de 99 % des particules présentes) compte tenu du taux de renouvellement induit par le système de prélèvement ; il est égal à 4,6 τ .

Le taux de renouvellement horaire, R , est déterminé à partir de l'équation II-4 :

$$R = \frac{Q_p}{V_e}, \quad (II-4)$$

où Q_p est le débit de prélèvement (m^3/h) et V_e le volume de l'enceinte (m^3).

Le temps de renouvellement, τ , peut ensuite être calculé à l'aide de la relation II-5 :

$$\tau = \frac{1}{R}. \quad (II-5)$$

Tableau II-14. Paramètres de prélèvement.

Débit de prélèvement (m^3/h)	Taux de renouvellement (h^{-1})	Temps de renouvellement (h)	Temps minimum de prélèvement (min)
13,8	15	$6,7 \cdot 10^{-2}$	18,5
15,6	17	$5,9 \cdot 10^{-2}$	16,3

Le temps total de prélèvement est déterminé afin d'être supérieur au temps minimum de prélèvement déterminé à partir des paramètres de prélèvement (tableau II-14) et a été fixé à 23 minutes.

2.3.2.5. Méthode de récupération des particules collectées

Les filtres utilisés pour effectuer la collecte des particules sont des filtres membranes en ester de cellulose. Ces filtres ont été choisis compte tenu de leurs caractéristiques en termes d'efficacité de prélèvement, de porosité et de possibilité de récupération des particules (peu d'enfoncement des particules à l'intérieur du média et pas de création de résidus lors du lavage et du passage aux ultra-sons). L'inconvénient majeur de ces filtres est leur importante perte de charge qui limite par là même le débit de prélèvement.

Afin de déterminer la granulométrie des particules collectées sur le filtre de prélèvement, il faut pouvoir les récupérer afin de les mettre en suspension dans le liquide électrolyte pour la mesure avec le granulomètre Coulter. Afin de réaliser cette opération, deux techniques de récupération des particules ont été testées afin de déterminer quelle était celle

qui permettait de récupérer au mieux les particules collectées sur le filtre lors du prélèvement. La première technique envisagée est une récupération en voie sèche des particules se trouvant à la surface du filtre. La seconde technique a consisté à placer le filtre dans un bécher avec de l'eau ultra-pure afin de permettre l'extraction et la récupération des particules. Afin d'assurer une récupération la plus complète possible, le bécher est placé pendant quelques secondes dans un bac à ultra-sons. Le filtre est ensuite rincé plusieurs fois afin de récupérer les particules susceptibles de se trouver à sa surface puis retiré du bécher.

Les deux méthodes envisagées pour récupérer les particules collectées sur le filtre présentées précédemment ont été comparées afin de déterminer s'il y avait un effet de la méthode de récupération sur la granulométrie mesurée. Les résultats obtenus n'ont pas montré de différences notables entre les deux façons de procéder. Néanmoins, la technique de récupération par voie liquide a été retenue, car celle-ci est plus pratique lorsque les masses collectées sont faibles.

2.3.2.6. Mesure de la granulométrie des particules collectées

Les distributions granulométriques des particules collectées sont mesurées à l'aide du granulomètre Coulter Multi-Sizer II dont nous avons présenté le principe de fonctionnement précédemment. Les analyses granulométriques des échantillons sont réalisées à l'aide du même orifice de mesure que celui utilisé pour les poudres afin de pouvoir par la suite comparer les granulométries. De plus, un agitateur en verre est utilisé au cours des mesures afin d'assurer l'homogénéisation des échantillons.

Les échantillons nécessitent d'être dilués de manière à avoir d'une part, une statistique de comptage satisfaisante, et d'autre part, une valeur de coïncidence peu élevée que nous avons fixée entre 3 et 5 %. Des essais à différentes dilutions sont réalisés afin de déterminer celle permettant d'obtenir les critères d'analyses que nous nous sommes fixés. Une fois la dilution adéquate déterminée, plusieurs analyses successives sont réalisées afin de s'assurer qu'il n'y a pas de biais dus à une évolution de l'échantillon au cours de la mesure, notamment du fait de la sédimentation des particules.

Un traitement a posteriori des analyses est nécessaire afin de prendre en compte les particules parasites provenant du liquide électrolyte utilisé et d'éliminer les artéfacts de mesure tels que bulles se produisant au cours des mesures. Pour cela, des analyses sont effectuées sur l'électrolyte seul afin de déterminer les particules contenues dans celui-ci et de pouvoir par la suite les retrancher des mesures réalisées sur nos échantillons.

2.3.3. Estimation des incertitudes sur les résultats de mesure et le calcul des fractions mises en suspension

Pour chacun de nos résultats expérimentaux, nous avons déterminé l'incertitude de mesure expérimentale correspondante. Expérimentalement, la fraction mise en suspension « brute » que nous déterminons est décrite par l'équation II-6 :

$$K_{brut} = \frac{m_c}{m_0}, \quad (II-6)$$

où K_{brut} est la fraction mise en suspension « brute » calculée à partir du rapport entre la masse de particules mises en suspension prélevées sur le filtre (m_c) et la masse initiale de poudre (m_0). En appliquant la loi de propagation des incertitudes à la relation II-6, nous obtenons :

$$u_c^2(K_{brut}) = \left(\frac{1}{m_0}\right)^2 \times u^2(m_c) + \left(-\frac{m_c}{m_0^2}\right)^2 \times u^2(m_0), \quad (II-7)$$

où $u_c(K_{brut})$ est l'incertitude composée pour la fraction mise en suspension « brute » déterminée à l'aide des incertitudes types des divers éléments pris en compte et $u(X)$ représente l'incertitude type sur le paramètre X considéré.

De la même manière, nous définissons l'incertitude correspondant à la mesure de la masse de particules prélevée (m_c) qui est déterminée à partir de la pesée différentielle du filtre utilisé. La masse de particules qui a été prélevée, notée m_c , est donnée par l'expression suivante :

$$m_c = (m_f)_f - (m_f)_i, \quad (II-8)$$

où $(m_f)_f$ est la masse finale du filtre de collecte après l'expérience (g) et $(m_f)_i$ la masse initiale du filtre de collecte (avant l'expérience) (g).

En appliquant la loi de propagation des incertitudes à cette expression , nous obtenons :

$$u_c^2(m_c) = u^2(m_f)_f + u^2(m_f)_i . \quad (II-9)$$

Nous appliquons la même procédure afin de déterminer l'incertitude liée à la masse de poudre initiale (m_0) utilisée lors des expériences qui est donnée par de l'équation II-10 :

$$m_0 = (m_0)_i - (m_0)_f , \quad (II-10)$$

où $(m_0)_i$ est la masse de poudre pesée initialement dans le système de déversement et $(m_0)_f$ est la masse de poudre qui est restée dans le système de déversement après la chute.

Nous obtenons ainsi la relation II-11 donnant l'incertitude sur cette valeur :

$$u_c^2(m_0) = u^2(m_0)_i + u^2(m_0)_f \quad (II-11)$$

La détermination de la masse de poudre non tombée, $(m_0)_f$, est réalisée à partir de la pesée du système de déversement avant (sans poudre) et après l'expérience (avec la poudre non tombée) :

$$(m_0)_f = m_{D+P} - m_D , \quad (II-12)$$

où m_{D+P} est la masse du système de déversement contenant la poudre non tombée au cours de la chute (g) et m_D est la masse du système de déversement seul (g).

L'incertitude sur cette valeur est donnée par l'équation II-13 :

$$u_c^2((m_0)_f) = u^2(m_{D+P}) + u^2(m_D) \quad (II-13)$$

Par combinaison de l'ensemble des relations permettant de déterminer les différentes incertitudes (équations II-7 à II-13), nous obtenons alors l'expression II-14 donnant l'incertitude composée associée à la valeur de la fraction mise en suspension « brute » :

$$u_c^2(K_{brut}) = \left(\frac{1}{m_o}\right)^2 \times \left(u^2(m_f)_f + u^2(m_f)_i\right) + \left(-\frac{m_c}{m_o^2}\right)^2 \times \left(u^2(m_0)_i + u^2(m_{D+P}) + u^2(m_D)\right) \quad (II-14)$$

L'incertitude de chaque masse est déterminée expérimentalement à partir de trois pesées successives, car les incertitudes théoriques estimées à partir des données de précision et de justesse des balances ne sont pas représentatives de nos incertitudes.

2.4. Matrices expérimentales

Comme nous avons pu le constater dans notre étude bibliographique concernant la mise en suspension et plus particulièrement lorsque nous avons présenté les différentes études portant sur l'évaluation des émissions de poussières, les paramètres pouvant influencer les quantités de particules dispersées sont nombreux et leurs effets pas toujours mis en évidence de façon certaine.

Le but de notre étude expérimentale est d'apprécier l'influence des paramètres mis en jeu dans la mise en suspension de particules lors de la chute d'une poudre. Compte tenu de la complexité et de la variabilité attendue du phénomène physique que nous étudions, ainsi que du nombre important de paramètres qui peuvent entrer en jeu, nous avons choisi une démarche expérimentale basée sur les « plans d'expériences ».

Le choix des paramètres retenus pour notre étude a été effectué sur la base de l'état de l'art réalisé. Pour cela, nous avons tenu compte :

- de l'importance accordée aux différents paramètres dans les travaux antérieurs et des effets de ceux-ci sur les émissions potentielles de particules lors de manipulations de matériaux pulvérulents,
- des paramètres pris en compte dans les corrélations existantes et de leurs domaines de validité, afin de pouvoir utiliser ces différentes corrélations par la suite,
- des contraintes expérimentales (paramètres non contrôlables tels que la température et l'hygrométrie relative dans l'installation, etc.).

A partir de ces considérations, les paramètres retenus pour notre étude, c'est-à-dire ceux que nous maîtrisons et que nous avons fait varier sur 2 niveaux , sont :

- le type de poudre : billes de verre et alumine,
- le mode de déversement de la poudre : fuite ou paquet,

- le diamètre du verseur utilisé : orifice d'écoulement de 10 et 15 mm pour les déversements en fuite et diamètres égaux à 40 et 60 mm pour les chutes en paquet,
- la masse initiale de poudre : 100 et 200 g,
- la surface sur laquelle se produit l'impaction : surface solide ou liquide.

Deux paramètres sont « non maîtrisables » dans nos conditions expérimentales : la température ambiante et l'hygrométrie relative du milieu, mais ils sont mesurés durant les expériences.

La réalisation des expériences a été faite selon un plan factoriel complet avec répétitions afin de tenter d'estimer au mieux l'influence de chacun des paramètres et de pouvoir estimer la variabilité du phénomène de mise en suspension pour chaque mode de déversement envisagé. Les conditions expérimentales sont présentées dans le tableau II-15 pour le mode de déversement de type « fuite » et dans le tableau II-16 pour le déversement de type « paquet ».

Lors des expériences réalisées à l'aide du verseur de diamètre 15 mm (déversement de type fuite - Tableau II-15), nous avons voulu déterminer l'effet d'un temps d'attente avant le prélèvement sur les données obtenues en termes de masse et de granulométrie des particules.

De plus, nous avons voulu voir s'il y avait un quelconque effet sur la mise en suspension de la nature du liquide dans lequel vient s'impacter la poudre. Pour cela, nous avons réalisé des expériences dans lesquelles le liquide utilisé était soit de l'eau soit de l'éthanol afin de déterminer si la tension de surface du liquide avait un rôle sur la mise en suspension.

Tableau II-15. Matrice expérimentale pour le mode de déversement de type « fuite ».

Expérience	Diamètre du verseur (mm)	Poudre	Surface d'impaction	Masse (g)	Déclenchement du prélèvement
1	10	Billes de verre	solide	100	Fin de chute
2	10	Billes de verre	solide	200	Fin de chute
3	10	Billes de verre	liquide	100	Fin de chute
4	10	Billes de verre	liquide	200	Fin de chute
5	10	Alumine	solide	100	Fin de chute
6	10	Alumine	solide	200	Fin de chute
7	10	Alumine	liquide	100	Fin de chute
8	10	Alumine	liquide	200	Fin de chute
9	15	Billes de verre	solide	100	Fin de chute
10	15	Billes de verre	solide	200	Fin de chute
11	15	Billes de verre	liquide	100	Fin de chute
12	15	Billes de verre	liquide	200	Fin de chute
13	15	Alumine	solide	100	Fin de chute
14	15	Alumine	solide	200	Fin de chute
15	15	Alumine	liquide	100	Fin de chute
16	15	Alumine	liquide	200	Fin de chute
17	15	Billes de verre	solide	100	Attente
18	15	Billes de verre	solide	200	Attente
19	15	Billes de verre	liquide	100	Attente
20	15	Billes de verre	liquide	200	Attente
21	15	Alumine	solide	100	Attente
22	15	Alumine	solide	200	Attente
23	15	Alumine	liquide	100	Attente
24	15	Alumine	liquide	200	Attente

Fin de chute : le déclenchement du prélèvement a lieu juste après la fin de la chute.

Attente : le déclenchement du prélèvement a lieu après un temps défini tel que la somme entre le temps de chute et le temps d'attente soit égale à 30 secondes.

Tableau II-16. Matrice expérimentale pour le mode de déversement de type « paquet ».

Expérience	Diamètre du verseur (mm)	Poudre	Surface d'impaction	Masse (g)
1	40	Billes de verre	solide	100
2	40	Billes de verre	solide	200
3	40	Billes de verre	liquide	100
4	40	Billes de verre	liquide	200
5	40	Alumine	solide	100
6	40	Alumine	solide	200
7	40	Alumine	liquide	100
8	40	Alumine	liquide	200
9	60	Billes de verre	solide	100
10	60	Billes de verre	solide	200
11	60	Billes de verre	liquide	100
12	60	Billes de verre	liquide	200
13	60	Alumine	solide	100
14	60	Alumine	solide	200
15	60	Alumine	liquide	100
16	60	Alumine	liquide	200

2.5. Méthode de traitements des données

L'objectif de la méthode de traitement de données est de pouvoir prendre en compte les pertes de particules par effet de sédimentation lors d'un prélèvement et ceci afin de déterminer la masse des particules mises en suspension à la fin de la chute (m_{mes}) à partir des mesures de masse et de granulométrie effectuées. En effet, les données expérimentales obtenues par l'intermédiaire des prélèvements sur filtre sont des valeurs qui nécessitent d'être traitées afin d'être utilisées pour le calcul des coefficients de mise en suspension et d'obtenir ainsi des valeurs plus réalistes de ces coefficients.

Une fois mises en suspension, les particules se retrouvent sous la forme d'un aérosol dans une enceinte ventilée. Différents mécanismes peuvent avoir une action sur ces particules et contribuer ainsi à l'évolution de l'aérosol. L'action de ces mécanismes va être dépendante des propriétés physiques d'une part, des particules elles-mêmes, et d'autre part, de celles du fluide dans lequel elles évoluent. Dans notre cas de figure, l'évolution de l'aérosol est principalement due aux effets de la sédimentation et de la ventilation. En effet, pour un aérosol peu concentré de diamètre supérieur à 3 μm évoluant dans un environnement ayant des conditions de température et de pression standard, les mécanismes tels que la diffusion brownienne, la coagulation et la condensation, peuvent être considérés comme négligeables (Hinds, 1999). En revanche, le mécanisme de sédimentation ne peut pas être négligé et est le mécanisme prépondérant.

Le mécanisme de sédimentation agit à différents niveaux par rapport à l'évolution d'un aérosol. En effet, la sédimentation va avoir une influence sur l'évolution de la concentration et de la distribution granulométrique de l'aérosol et ceci en fonction des caractéristiques des particules et de l'enceinte dans laquelle l'aérosol évolue. De plus, dans le cas d'un aérosol dans une enceinte ventilée, il va y avoir une évolution de la concentration par l'action de la ventilation.

Afin de pouvoir utiliser les différents coefficients permettant d'estimer la mise en suspension, il est nécessaire, comme nous l'avons vu, de déterminer les caractéristiques des particules mises en suspension lors de la chute (masse et granulométrie des particules). Dans un premier temps, il faut donc pouvoir collecter rapidement les particules et ensuite déterminer leur granulométrie. Par la suite, il est nécessaire d'appliquer un traitement aux valeurs expérimentales obtenues afin de prendre en compte les pertes de particules dues notamment à la sédimentation au cours du prélèvement.

Pour cela, nous prenons en compte l'évolution de l'aérosol après son émission à l'aide d'un modèle exposé dans la suite, et établi à partir de différentes hypothèses. Cette méthode de traitement tient compte des paramètres de l'enceinte expérimentale, du prélèvement et de l'aérosol collecté.

Afin de décrire l'évolution de la concentration d'un aérosol due à un système d'épuration et au mécanisme de sédimentation, nous considérons les hypothèses suivantes :

- la concentration de l'aérosol est homogène dans l'enceinte à chaque instant,
- il y a absence de terme source de mise en suspension après la fin de la chute,
- le système d'épuration a une efficacité d'échantillonnage indépendante du diamètre des particules et qui est égale à 1,
- la surface de dépôt correspond à la somme des projections horizontales des surfaces en contact avec l'aérosol,
- les mécanismes autres que la sédimentation ont des effets négligeables.

Sur la figure II-34 nous représentons un schéma d'une enceinte ventilée avec ses différentes caractéristiques ainsi que les différents mécanismes contribuant à l'évolution d'un polluant après son émission.

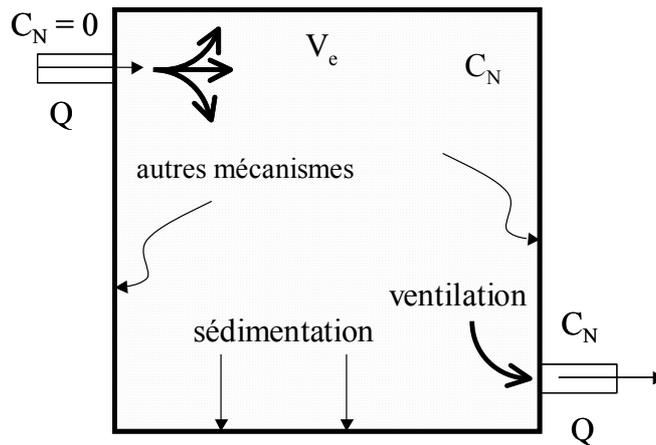


Figure II-34. Représentation schématique des différents paramètres et mécanismes mis en jeu lors de l'évolution d'un polluant dans une enceinte ventilée.

Deux cas de figure sont décrits dans la suite pour permettre de corriger les données « brutes » de masse et de granulométrie que nous obtenons au cours des expériences de mise en suspension réalisées :

- Cas 1 : le prélèvement est déclenché juste après la fin de la chute.
- Cas 2 : le prélèvement est déclenché après un temps d'attente.

Le déroulement général des différentes expériences peut être représenté par le diagramme de la figure II-35 :



Figure II-35. Déroulement des expériences de mise en suspension pour les deux cas de figure.

t_i est le temps initial de l'expérience correspondant à l'ouverture du système de déversement, t_0 le temps auquel se termine la chute, t_0' le temps auquel se termine la phase d'attente, t_1 le temps de fin du prélèvement. $\Delta t_a (= t_0' - t_0)$ est la durée de la phase d'attente c'est-à-dire le temps s'écoulant entre la fin de la chute et le déclenchement du prélèvement (si le prélèvement est déclenché juste après la chute, on a alors $t_0' = t_0$ et $\Delta t_a = 0$), $\Delta t_p (= t_1 - t_0')$ est le temps pendant lequel le prélèvement est effectué. m_{mes} représente la masse de particules mises en suspension à la fin de la chute et m_c la masse de particules collectées au cours du temps de prélèvement.

2.5.1. 1^{er} cas : déclenchement du prélèvement à la fin de la chute.

Dans ce cas, l'évolution de la concentration d'un polluant particulaire dans une enceinte ventilée après son émission, s'écrit pour chaque classe granulométrique selon l'équation II-15 suivante :

$$\frac{dC_N(d_{ev},t)}{dt} = - \left(\frac{V_{TS}(d_{ev}).S_e}{V_e} \right) C_N(d_{ev},t) - \left(\frac{Q_p}{V_e} \right) C_N(d_{ev},t), \quad (II-15)$$

où $C_N(d_{ev},t)$ est la concentration numérique de particules de diamètre d_{ev} au temps t (m^{-3}), $V_{TS}(d_{ev})$ la vitesse de sédimentation des particules de diamètre d_{ev} (m/s) donnée par l'équation I-18, S_e la surface de dépôt par sédimentation (m^2), V_e le volume de l'enceinte (m^3) et Q_p le débit du système d'épuration (m^3/s).

Dans l'équation II-15, le premier terme de droite correspond aux pertes de particules par effet de la sédimentation et le second est le terme correspondant aux pertes dues à la ventilation.

La solution de l'équation II-15 pour chaque classe granulométrique est donnée par l'équation II-16 :

$$C_N(d_{ev},t) = C_N(d_{ev},t_0) \times \exp \left[- \frac{t-t_0}{T_p(d_{ev})} \right], \quad (II-16)$$

où $C_N(d_{ev},t)$ et $C_N(d_{ev},t_0)$ sont respectivement les concentrations numériques de particules de diamètre d_{ev} aux temps t et t_0 (m^{-3}), $T_p(d_{ev})$ est le temps caractéristique d'épuration des particules de diamètre d_{ev} (s) s'exprimant par l'équation II-17 :

$$T_p(d_{ev}) = \frac{V_e}{Q_p + V_{TS}(d_{ev}).S_e}. \quad (II-17)$$

La valeur moyenne de la concentration de particules pendant un intervalle de temps, Δt_p , s'exprime selon la relation II-18 :

$$\overline{C_N}(d_{ev})_{\Delta t_p} = \frac{1}{\Delta t_p} \int_{t_0}^{t_1} C_N(d_{ev}, t) dt. \quad (II-18)$$

Nous pouvons également exprimer le nombre de particules prélevées par la relation II-19 suivante :

$$N(d_{ev})_{\Delta t_p} = \int_{t_0}^{t_1} Q_p \times C_N(d_{ev}, t) dt. \quad (II-19)$$

Par intégration sur le temps de l'équation II-19, avec $t_1 = t_0 + \Delta t_p$ et $t_0 = 0$, nous obtenons alors :

$$N(d_{ev})_{\Delta t_p} = Q_p \times C_N(d_{ev}, t_0) \times T_p(d_{ev}) \times \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta t_p}{T_p(d_{ev})}\right) \right]. \quad (II-20)$$

Ce qui nous donne par réarrangement de l'équation II-20 :

$$C_N(d_{ev}, t_0) = \frac{N(d_{ev})_{\Delta t_p}}{Q_p \times T_p(d_{ev}) \times \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta t_p}{T_p(d_{ev})}\right) \right]}. \quad (II-21)$$

Le nombre de particules prélevées pendant l'intervalle de temps Δt_p est obtenu à partir des mesures de masse et de granulométrie de l'aérosol collecté sur le filtre au cours du prélèvement et est donné par la relation II-22 :

$$N(d_{ev})_{\Delta t_p} = m_C \times \left(\frac{6}{\pi \times d_{ev}^3 \times \rho_p} \right) \times f_{V,p}(d_{ev}), \quad (II-22)$$

où $N(d_{ev})_{\Delta t_p}$ est le nombre de particules diamètre d_{ev} collectées, m_C la masse de particules collectées sur le filtre au cours du prélèvement, ρ_p la masse volumique des particules (kg/m^3) et $f_{V,p}(d_{ev})$ la fraction volumique des particules de diamètre d_{ev} collectées (-).

Par intégration de l'équation II-21 sur l'ensemble de la distribution granulométrique, nous pouvons donc écrire :

$$m(t_0) = m_{mes} = \int_0^{\infty} C_N(d_{ev}, t_0) \times \frac{\pi \times d_{ev}^3}{6} \times \rho_p \times V_e \times d \ln d_{ev}, \quad (II-23)$$

où $m(t_0)$ représente la masse totale de particules présentes dans l'enceinte au temps t_0 (kg), $C_N(d_{ev}, t_0)$ la concentration numérique de particules de diamètre d_{ev} au temps t_0 (m^{-3}), ρ_p la masse volumique des particules (kg/m^3) et V_e le volume de l'enceinte (m^3).

2.5.2. 2^{ème} cas : déclenchement du prélèvement après un temps d'attente.

Dans ce cas de figure, nous avons une phase d'attente en plus de la phase de prélèvement. Pour déterminer la masse de particules présentes dans l'enceinte à la fin de la chute, au temps t_0 , nous devons effectuer le traitement des données tout d'abord pendant la phase de prélèvement puis pendant la phase d'attente.

Au cours du prélèvement, de la même manière que précédemment, pour chaque classe granulométrique, la résolution de l'équation II-13 et l'intégration sur le temps de prélèvement de l'équation II-16, avec $t_1 = t'_0 + \Delta t_p$, nous donnent l'équation II-24 qui nous permet d'exprimer la concentration de particules présentes dans l'enceinte au début du prélèvement :

$$C_N(d_{ev}, t'_0) = \frac{N(d_{ev})_{\Delta t_p}}{Q_p \times T_p(d_{ev}) \times \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta t_p}{T_p(d_{ev})}\right) \right]}. \quad (II-24)$$

Au cours de la phase d'attente, entre t_0 et t'_0 , l'évolution de la concentration numérique des particules dans l'enceinte est seulement due à l'effet de la sédimentation, et on suppose qu'elle peut s'écrire pour chaque classe granulométrique selon la relation II-25 :

$$\frac{dC_N(d_{ev}, t)}{dt} = - \left(\frac{V_{TS}(d_{ev}) \cdot S_e}{V_e} \right) C_N(d_{ev}, t). \quad (II-25)$$

De la même manière que précédemment, pour chaque classe granulométrique, avec $t'_0 = t_0 + \Delta t_a$, la résolution de l'équation II-25 nous donne :

$$C_N(d_{ev}, t'_0) = C_N(d_{ev}, t_0) \times \exp\left(-\frac{\Delta t_a}{T_a(d_{ev})}\right), \quad (II-26)$$

où $T_a(d_{ev})$ est la constante caractéristique d'épuration des particules de diamètre d_{ev} (s) pendant la phase d'attente s'exprimant par l'équation II-27 :

$$T_a(d_{ev}) = \frac{V_e}{V_{TS}(d_{ev}) \cdot S_e}. \quad (II-27)$$

Ce qui nous donne par réarrangement de l'équation II-26 l'expression suivante de la concentration numérique à l'instant t_0 :

$$C_N(d_{ev}, t_0) = \frac{C_N(d_{ev}, t'_0)}{\exp\left(-\frac{\Delta t_a}{T_a(d_{ev})}\right)}. \quad (II-28)$$

En combinant les équations II-24 et II-28 obtenues pour chacune des phases, nous aboutissons à la relation II-29 donnant la concentration numérique à l'instant t_0 :

$$C_N(d_{ev}, t_0) = \frac{N(d_{ev})_{\Delta p}}{Q_p \times T_p(d_{ev}) \times \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta t_p}{T_p(d_{ev})}\right) \right] \times \exp\left(-\frac{\Delta t_a}{T_a(d_{ev})}\right)}, \quad (II-29)$$

où $N(d_{ev})_{\Delta p}$ est le nombre de particules prélevées obtenu à partir des mesures de masse et de granulométrie de l'aérosol collecté sur le filtre au cours du prélèvement et défini par la relation II-22.

Par la suite, la masse totale de particules présentes dans l'enceinte à la fin de la chute est déterminée à partir de l'équation II-23.

2.5.3. Détermination de la granulométrie des particules mises en suspension

A partir des données de nombre et de diamètre équivalent en volume des particules, il nous est possible de déterminer les différentes distributions granulométriques, en nombre et en volume (ou en masse), de l'aérosol produit à la fin de la chute (t_0), à l'aide respectivement des équations II-30 et II-31 suivantes :

$$f_{N,t_0}(d_{ev}) = \frac{N(d_{ev})_{t_0}}{\int_0^{\infty} N(d_{ev})_{t_0} \times d \ln d_{ev}} \quad (II-30)$$

$$f_{V,t_0}(d_{ev}) = \frac{N(d_{ev})_{t_0} \times V_p(d_{ev})}{\int_0^{\infty} N(d_{ev})_{t_0} \times V_p(d_{ev}) \times d \ln d_{ev}} \quad (II-31)$$

où $N(d_{ev})$ et $V_p(d_{ev})$ sont respectivement le nombre et le volume des particules de diamètre d_{ev} .

En exprimant ces distributions sous la forme de distributions cumulées (équation II-32), il est possible de déterminer les paramètres caractéristiques de la distribution granulométrique que sont le diamètre médian (équation II-33) et l'écart-type géométrique (équation I-34).

$$F(d_{ev}) = \int_0^{d_{ev}} f(d_{ev}) \times d \ln d_{ev} \quad (II-32)$$

$$F(d_{50}) = \int_0^{d_{50}} f(d_{ev}) \times d \ln d_{ev} = 0,5 \quad (II-33)$$

$$\ln \sigma_g = \ln \left(\frac{\text{diamètre pour lequel } F(d_{ev}) = 0,84}{\text{diamètre pour lequel } F(d_{ev}) = 0,16} \right)^{1/2} \quad (II-34)$$

2.5.4. Validation de la méthode de traitement des données

Afin de valider les hypothèses faites pour décrire l'évolution des particules dans notre enceinte après leur émission, nous utilisons les mesures de concentrations obtenues à l'aide du compteur optique Grimm au cours d'expériences de mise en suspension avec les billes de verre.

Ces mesures nous permettent de représenter l'évolution de la concentration particulaire au cours du temps et de déterminer les constantes d'épuration caractéristiques pour plusieurs classes granulométriques. A partir de ces données expérimentales, nous pouvons faire une comparaison avec les valeurs déterminées théoriquement à partir des paramètres du prélèvement, des dimensions de l'enceinte et du diamètre des particules.

Sur les figures II-36 et II-37, nous pouvons observer que les évolutions des concentrations suivent des lois de type exponentiel. Ceci nous permet donc de valider l'hypothèse de mélange homogène faite afin d'établir le modèle d'évolution des particules mises en suspension dans l'enceinte au cours du prélèvement.

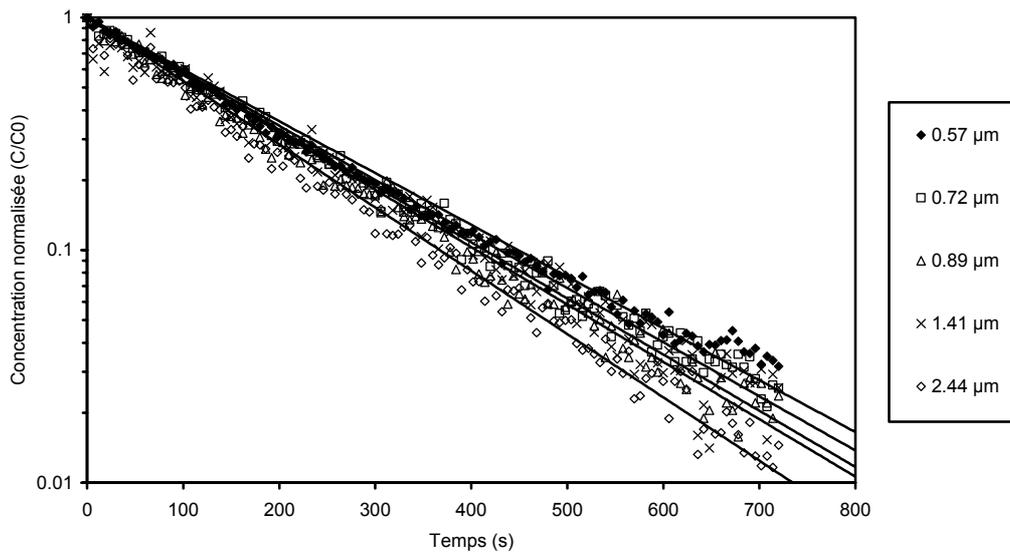


Figure II-36. Evolution au cours du temps de la concentration de particules dans l'enceinte au cours d'une expérience pour des diamètres de particules compris entre 0,57 et 2,44 μm .

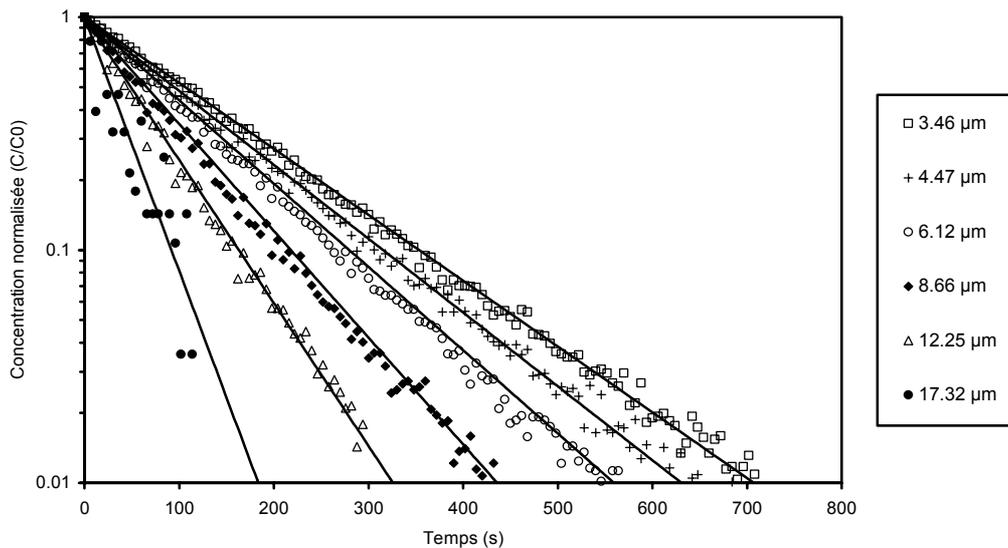


Figure II-37. Evolution au cours du temps de la concentration de particules dans l'enceinte au cours d'une expérience pour des diamètres de particules compris entre 3,46 et 17,32 μm .

A partir de ces évolutions, nous pouvons déterminer la constante d'épuration caractéristique pour chaque canal de mesure et ainsi comparer les valeurs expérimentales à celles calculées théoriquement à partir de l'équation II-17.

Le tableau II-17 regroupe les résultats obtenus expérimentalement et ceux issus de la relation théorique calculés pour des valeurs de diamètres (d_i) obtenus en effectuant la

moyenne géométrique à partir des bornes de chaque canal. La vitesse de sédimentation est calculée à partir de d_i , en prenant une masse volumique des particules égale à $2,5 \text{ g/cm}^3$ et un facteur de forme dynamique, qui est défini dans la partie I-2, égal à 1.

Tableau II-17. Récapitulatif des constantes d'épuration calculées théoriquement et déterminées expérimentalement à partir des mesures de concentration au cours d'une expérience de chute ($h = 1,42 \text{ m}$ et $Q_p = 15,6 \text{ m}^3/\text{h}$).

Bornes du canal de mesure	d_i (μm) (moyenne géométrique)	Vitesse de sédimentation (m/s)	$T_p(d)$ théorique (s) ($\pm 1\sigma$)	$T_p(d)$ expérimental (s) ($\pm 1\sigma$)	Ecart Théorie-Expérience (%)
0,5-0,65	0,57	$3,16 \times 10^{-5}$	211 (14)	196 (4)	7
0,65-0,8	0,72	$4,82 \times 10^{-5}$	211 (14)	185 (4)	12
0,8-1	0,89	$7,15 \times 10^{-5}$	210 (14)	175 (3)	16
1-2	1,41	$1,68 \times 10^{-4}$	207 (13)	179 (3)	14
2-3	2,45	$4,83 \times 10^{-4}$	198 (12)	159 (3)	20
3-4	3,46	$9,48 \times 10^{-4}$	186 (11)	154 (3)	17
4-5	4,47	$1,56 \times 10^{-3}$	172 (10)	137 (2)	20
5-7,5	6,12	$2,90 \times 10^{-3}$	148 (7)	122 (2)	18
7,5-10	8,66	$5,76 \times 10^{-3}$	114 (5)	94 (1)	17
10-15	12,25	$1,15 \times 10^{-2}$	78 (3)	71 (2)	9
15-20	17,32	$2,28 \times 10^{-2}$	48 (1)	40 (3)	17

A partir des résultats expérimentaux obtenus dans chaque canal, nous obtenons un écart relatif de l'ordre de 15 % sur l'ensemble de la gamme de mesure. Afin de mieux illustrer les différences, nous représentons sur la figure II-38 une comparaison des valeurs théoriques et expérimentales des constantes d'épuration.

Sur la figure II-38, nous constatons que les constantes d'épuration théoriques et expérimentales sont en bon accord pour les diamètres de particules les plus faibles et les plus élevés et cette figure montre un léger écart pour les particules dont les diamètres se trouvent dans la partie intermédiaire de la gamme de mesure. Toutefois, nous pouvons tout de même observer que les évolutions en fonction du diamètre sont similaires et ceci nous permet de dire que l'évolution des particules est bien décrite par le modèle que nous utilisons

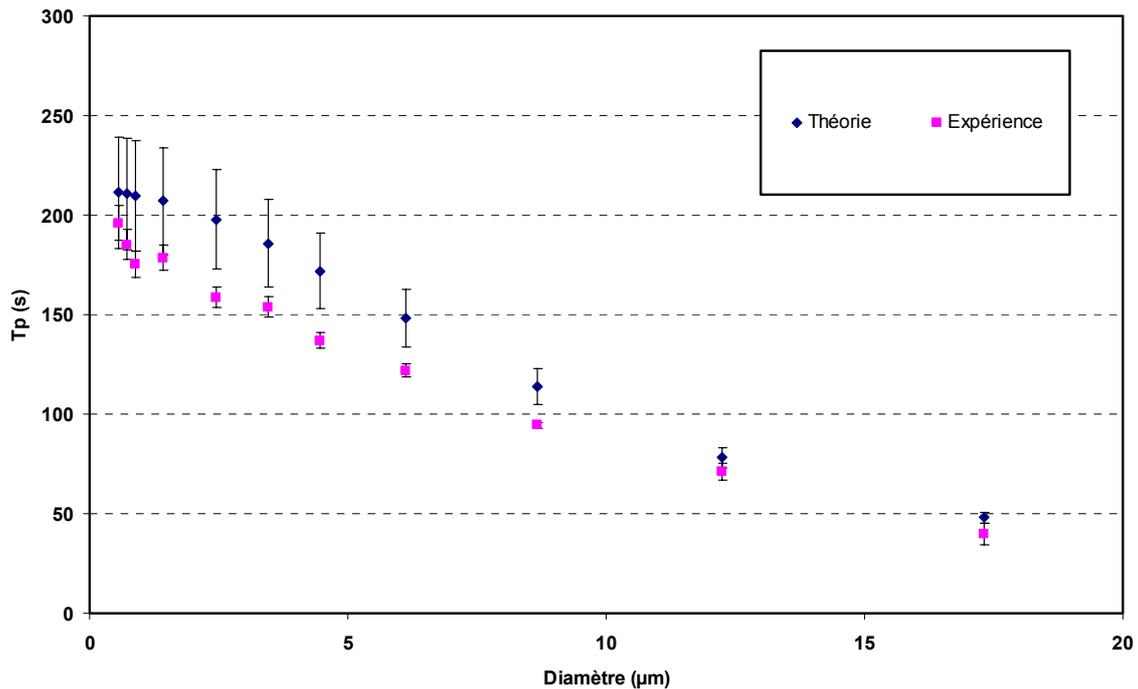


Figure II-38. Comparaison des temps caractéristiques d'épuration expérimentales et théoriques.

Les écarts constatés entre les résultats théoriques et ceux obtenus expérimentalement peuvent avoir diverses origines qui sont difficilement appréciables et quantifiables. Ainsi, plusieurs effets peuvent expliquer cette légère différence observée entre les valeurs théoriques et expérimentales :

- Effets d'autres mécanismes de dépôt non pris en compte dans notre modèle tels que la diffusion turbulente ou les effets électrostatiques.
- Effet d'un biais sur le débit de prélèvement non pris en compte dans notre modèle.
- Effet de l'air mis en mouvement lors de l'écoulement de la poudre et entraîné dans le sillage de la chute pouvant entraîner les particules vers le bas de l'enceinte et ainsi induire un dépôt plus rapide.
- Effet du nombre de particules comptées lors des mesures. Ainsi, un nombre peu élevé de particules détectées par l'instrument de mesure peut conduire à des incertitudes plus ou moins importantes sur la détermination des constantes d'épuration.
- Effet d'un écart au niveau du diamètre utilisé pour les calculs théoriques et celui des particules du fait de la technique de détection employée. Le compteur optique détermine un

diamètre optique équivalent à des particules de référence (latex et dolomites) avec lesquelles est réalisée la calibration. Nous avons assimilé dans notre cas ce diamètre à un diamètre équivalent en volume, néanmoins un léger biais peut intervenir du fait de la différence d'indice de réfraction entre nos particules et celles de référence.

Néanmoins, malgré l'écart qu'il existe entre les valeurs théoriques et nos valeurs expérimentales, nous pouvons dire que le modèle utilisé permet de décrire l'évolution de la concentration de manière correcte. Ainsi, la méthode présentée est valide et elle permet de prendre en compte l'évolution des particules au cours du temps afin de pouvoir analyser les valeurs obtenues à partir de prélèvement sur filtres.

2.6. Conclusions du chapitre II

Au cours de ce chapitre, nous avons présenté le dispositif dans lequel ont été réalisées les expériences de chute ainsi que la méthodologie mise en œuvre pour accéder aux informations nécessaires pour la détermination la plus complète de la mise en suspension. Pour cela, nous avons choisi de réaliser des expériences de chute à l'aide d'un dispositif à moyenne échelle et de caractériser les particules mises en suspension en termes de quantité émise et de granulométrie à l'aide des méthodes de mesures et d'analyse que nous avons décrites.

Par la suite, nous avons présenté la caractérisation des matériaux retenus pour notre étude aussi bien au niveau microscopique qu'au niveau macroscopique et nous avons constaté que certaines des propriétés étaient similaires pour nos deux poudres comme le montre le tableau II-18.

Pour terminer, nous avons exposé les différentes configurations expérimentales envisagées à partir des paramètres retenus ainsi que la méthode de traitement des données développée, sous forme d'un outil informatique, et utilisée par la suite afin de prendre en compte l'évolution des aérosols au cours des prélèvements et d'acquérir des résultats de mise en suspension plus réalistes.

Tableau II-18. Caractéristiques et comparaison des poudres utilisées dans la présente étude.

Propriétés	Billes de verre	Alumine	Comparaison des poudres
Diamètre équivalent en volume médian massique (μm)	30,5	33,5	Similaires
Ecart-type géométrique (σ)	1,5	1,4	Similaires
Facteur de forme dynamique (χ)	1,0	1,5	Différentes
Teneur en eau du matériau (%)	0,05	0,08	Similaires
Cohésion moyenne (Pa)	353	779	Différentes
Angle de repos ($^\circ$)	40,0	41,1	Similaires
Masse volumique du matériau (kg/m^3)	$2,5 \times 10^3$	$3,9 \times 10^3$	Différentes
Masse volumique en vrac de la poudre (kg/m^3)	$1,39 \times 10^3$	$1,56 \times 10^3$	Différentes
Masse volumique tassée de la poudre (kg/m^3)	$1,55 \times 10^3$	$1,88 \times 10^3$	Différentes
Indice de Carr (%)	10,1	17,2	Différentes
Indice d’Hausner	1,11	1,25	Similaires
Classification de Geldart	A	A	Similaires
Porosité	0,44	0,60	Différentes
Angle de friction interne ($^\circ$)	23	33	Différentes

III. Résultats et discussion

Au cours des chapitres précédents, nous avons exposé l'état de l'art des recherches menées la mise en suspension par manipulation de poudre (chapitre I). Puis nous avons décrit le dispositif expérimental utilisé, les caractéristiques des poudres choisies ainsi que les méthodes de mesure et d'analyse employées pour réaliser les expériences de chute (chapitre II). Au cours de notre étude, nous avons donc pu quantifier et caractériser la mise en suspension des particules, lors de chutes de poudres effectuées dans diverses configurations, en termes de fraction massique, de concentration numérique et de granulométrie.

Dans ce troisième chapitre, nous présentons, dans une première partie, les résultats que nous avons obtenus au cours d'expériences préliminaires destinées à déterminer les conditions expérimentales adéquates à la réalisation de nos expériences.

Dans une seconde partie, nous exposons les résultats obtenus au cours de notre étude pour les différents modes de déversement que nous avons utilisés et les différents paramètres envisagés pour réaliser les chutes de poudres suivant les matrices expérimentales définies au cours du paragraphe II-4.

Puis, dans une troisième partie, nous comparons nos résultats avec les corrélations disponibles dans la littérature présentées au paragraphe I-3.

3.1. Expériences préliminaires

Nous présentons dans cette partie, les résultats de mise en suspension obtenus lors d'expériences préliminaires réalisées en vue de déterminer les conditions expérimentales adéquates à la réalisation de notre étude expérimentale. Pour cela, nous avons voulu déterminer quelle était l'influence sur la mesure de la mise en suspension de nos poudres, de paramètres tels que le temps d'attente avant le déclenchement du prélèvement et le type de liquide sur lequel se produit l'impaction de la poudre.

3.1.1. Effet du temps d'attente avant le déclenchement du prélèvement.

Pour déterminer l'influence que pouvait avoir un temps d'attente entre la fin de la chute et le début du prélèvement, nous avons réalisé deux types d'expériences en faisant varier le temps à partir duquel le prélèvement est déclenché. Des expériences ont été faites en déclenchant le prélèvement juste après la fin de l'écoulement de la poudre et d'autres au cours desquelles le prélèvement a été déclenché après un temps d'attente de manière à ce que le temps total entre l'ouverture du verseur et le déclenchement du prélèvement soit égal à 30 secondes. Ces expériences ont été réalisées pour les deux poudres et les deux surfaces d'impaction en utilisant l'entonnoir de diamètre d'orifice égal à 15 mm.

Les tableaux III-1 et III-2 présentent, pour chaque type d'expériences, les masses moyennes de poudres utilisées lors des expériences, les masses moyennes de particules collectées et mises en suspension déterminées respectivement à partir des pesées des filtres de collecte et par l'intermédiaire de la méthode de traitement des données présentée précédemment au paragraphe II-5 qui nous a permis de prendre en compte les pertes de particules dues à la sédimentation. Nous avons aussi reporté dans les tableaux les temps d'écoulement (tableau III-1) ou d'attente (tableau III-2), selon le cas envisagé, pour chacune des expériences réalisées. Nous rappelons que le temps d'attente est déterminé à partir du temps d'écoulement afin que la somme de ceux-ci soit égale à trente secondes.

Les résultats que nous présentons correspondent aux valeurs moyennes, calculées à partir des répétitions des expériences, et l'écart-type représente la variabilité expérimentale du résultat et non l'incertitude liée à la détermination des masses. Chaque valeur moyenne est déterminée sur 3 expériences identiques.

Tableau III-1. Masses collectées et mises en suspension obtenues pour un déclenchement du prélèvement effectué immédiatement après la phase d'écoulement. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$]

Poudre	Surface	Masse de poudre (g)	Masse collectée (g)	Masse mise en suspension (g)	Temps d'écoulement (s)
Billes de verre	Solide	99,702 (0,026)	0,411 (0,065)	1,443 (0,227)	6,4 (1,0)
	Solide	199,171 (0,767)	0,783 (0,008)	2,864 (0,030)	13,7 (1,2)
Alumine	Solide	99,684 (0,014)	0,047 (0,012)	0,169 (0,044)	4,7 (0,7)
	Solide	199,765 (0,063)	0,055 (0,013)	0,189 (0,045)	7,4 (0,9)
Billes de verre	Liquide	99,675 (0,050)	0,243 (0,046)	1,115 (0,212)	6,4 (1,0)
	Liquide	199,297 (0,283)	0,465 (0,036)	1,874 (0,146)	13,7 (1,2)
Alumine	Liquide	99,684 (0,189)	0,080 (0,019)	0,509 (0,122)	4,7 (0,7)
	Liquide	199,469 (0,107)	0,082 (0,008)	0,413 (0,039)	7,4 (0,9)

Tableau III-2. Masses collectées et mises en suspension obtenues pour un déclenchement du prélèvement effectué après un temps d'attente (à t_i+30s). [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$]

Poudre	Surface	Masse de poudre (g)	Masse collectée (g)	Masse mise en suspension (g)	Temps d'attente (s)
Billes de verre	Solide	99,433 (0,509)	0,119 (0,003)	0,449 (0,011)	23,7 (1,0)
	Solide	199,058 (0,112)	0,423 (0,082)	1,803 (0,350)	16,3 (1,2)
Alumine	Solide	99,434 (0,045)	0,021 (0,009)	0,065 (0,027)	25,3 (0,7)
	Solide	199,531 (0,021)	0,031 (0,004)	0,093 (0,012)	22,6 (0,9)
Billes de verre	Liquide	99,320 (0,043)	0,047 (0,009)	1,037 (0,202)	23,7 (1,0)
	Liquide	199,191 (0,112)	0,129 (0,022)	1,062 (0,181)	16,3 (1,2)
Alumine	Liquide	99,661 (0,090)	0,035 (0,014)	0,090 (0,036)	25,3 (0,7)
	Liquide	198,942 (0,964)	0,048 (0,016)	0,153 (0,052)	22,6 (0,9)

Dans les tableaux III-1 et III-2, les résultats montrent, comme nous pouvions nous y attendre, que les valeurs de masses mises en suspension obtenues lors des expériences « fin de chute » sont supérieures à celles obtenues lorsque le prélèvement est déclenché après un temps d'attente (t_i+30s).

Cet écart est notamment dû à la sédimentation qui, au cours du temps d'attente, engendre une perte de particules qui va surtout être importante pour celles dont le diamètre est élevé, car elles ont une contribution majeure en termes de masse. Ainsi, du fait de cette perte de particules, ceci entraîne une perte d'information en termes de traitement des données, car

celui-ci ne peut pas être effectué sur les classes granulométriques pour lesquelles on ne mesure pas de particule.

A titre illustratif, les figures III-1 et III-2 présentent les distributions granulométriques des aérosols collectés et celles obtenues après traitement des données effectués sur ceux-ci respectivement. Nous rappelons que la granulométrie des particules collectées est mesurée à l'aide du granulomètre Coulter-Multisizer II, dont le principe est présenté dans la partie II, et que la granulométrie des aérosols mis en suspension est déterminée à partir de l'équation II-31.

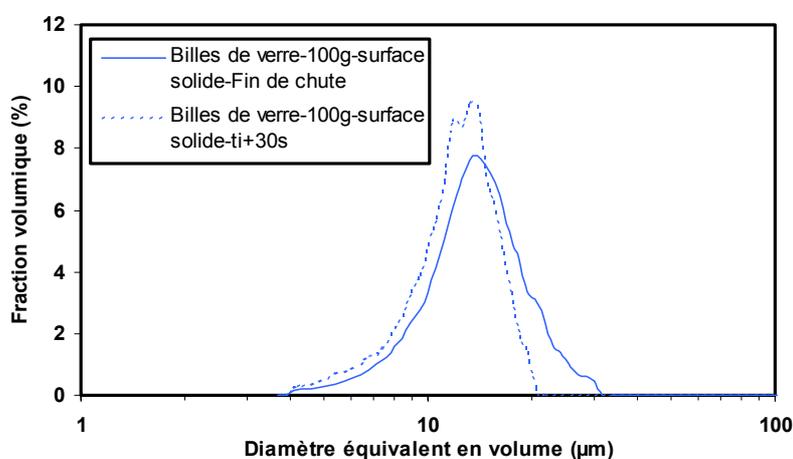


Figure III-1. Distributions granulométriques des aérosols collectés pour les différents moments de déclenchement du prélèvement pour la poudre de billes de verre.

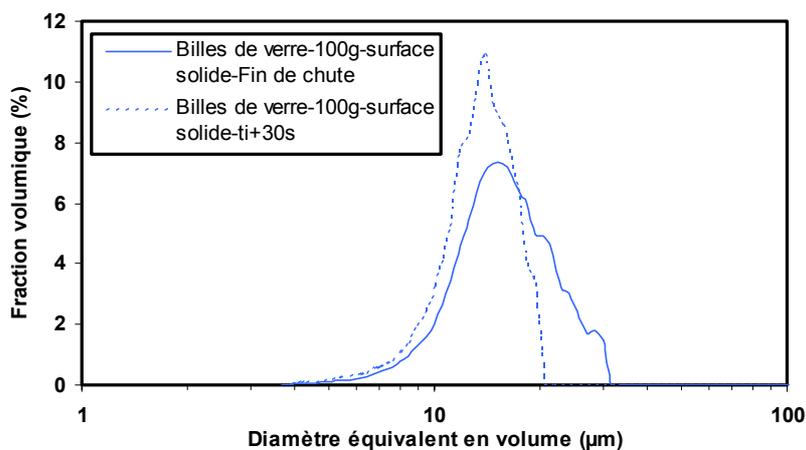


Figure III-2. Distributions granulométriques des aérosols déterminées après traitement des données pour les deux temps de déclenchement pour la poudre de billes de verre.

Ces expériences nous ont permis de déterminer le moment de déclenchement du prélèvement. Compte tenu des résultats obtenus pour les différents temps d'attente avant le déclenchement du prélèvement, nous choisissons de réaliser les expériences en déclenchant le prélèvement juste après la fin de la chute afin de limiter l'effet des pertes de particules dues à l'évolution de l'aérosol (dépôt par sédimentation).

Après avoir présenté l'effet du temps d'attente sur la détermination des caractéristiques des aérosols mis en suspension, nous allons maintenant présenter les résultats concernant l'influence du type de liquide utilisé en tant que surface d'impaction des poudres.

3.1.2. Effet de la nature du liquide

Nous avons réalisé des expériences avec des liquides dont les tensions de surface sont différentes pour pouvoir déterminer si ce paramètre avait une influence sur la mise en suspension. Ces expériences ont été réalisées avec les deux poudres, pour des masses initiales égales à 100 g et 200 g, à l'aide de l'entonnoir de diamètre d'orifice égal à 15 mm. Au cours de ces expériences, le prélèvement est déclenché juste à la fin de l'écoulement des poudres. Les conditions expérimentales, ainsi que les résultats des masses collectées et des masses mises en suspension calculées par traitement des données, sont présentés dans le tableau III-3. Chaque valeur moyenne est déterminée sur 3 expériences identiques.

Tableau III-3. Conditions expérimentales, masses collectées et mises en suspension obtenues pour des impactions dans différents liquides. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$]

Poudre	Liquide utilisé et tension de surface (mN/m)	Masse de poudre (g)	Masse collectée (g)	Masse mise en suspension (g)
Billes de verre	Eau (72)	99,675 (0,050)	0,243 (0,046)	1,115 (0,212)
Billes de verre	Eau (72)	199,297 (0,283)	0,465 (0,036)	1,874 (0,146)
Billes de verre	Ethanol (22)	199,295 (0,774)	0,401 (0,046)	1,600 (0,185)
Alumine	Eau (72)	99,684 (0,189)	0,080 (0,019)	0,509 (0,122)
Alumine	Eau (72)	199,469 (0,107)	0,082 (0,008)	0,413 (0,039)
Alumine	Ethanol (22)	101,153 (0,424)	0,033 (0,006)	0,219 (0,037)
Alumine	Ethanol (22)	200,005 (0,076)	0,056 (0,003)	0,343 (0,019)

A partir des données du tableau III-3, nous pouvons observer que la nature du liquide n'a que peu d'influence sur la masse mise en suspension pour la poudre de billes de verre. En revanche, pour la poudre d'alumine les résultats montrent une diminution de la masse mise en suspension lorsque la tension de surface du liquide diminue. Pour une masse de 100 g, on note une diminution d'un facteur 2,4 de la masse mise en suspension lorsque la tension de surface du liquide diminue, passant de 72 à 22 mN/m.

Pour vérifier que l'utilisation de divers liquides n'affectait pas les caractéristiques de l'aérosol de manière notable, ce qui dans le cas d'un décalage de la taille des particules pourrait expliquer l'effet observé sur la masse, nous avons comparé les distributions granulométriques des particules mises en suspension au cours de ces expériences. Les résultats obtenus lors des impactions sur les différentes surfaces liquides n'ont pas montré d'influence particulière du liquide utilisé sur les granulométries des particules émises lors des chutes comme l'illustrent les figures III-3 et III-4 où sont présentées les distributions granulométriques en volume et en nombre obtenues lors de chutes de poudre de billes de verre. Le même type d'effet a été observé pour les chutes de poudres d'alumine.

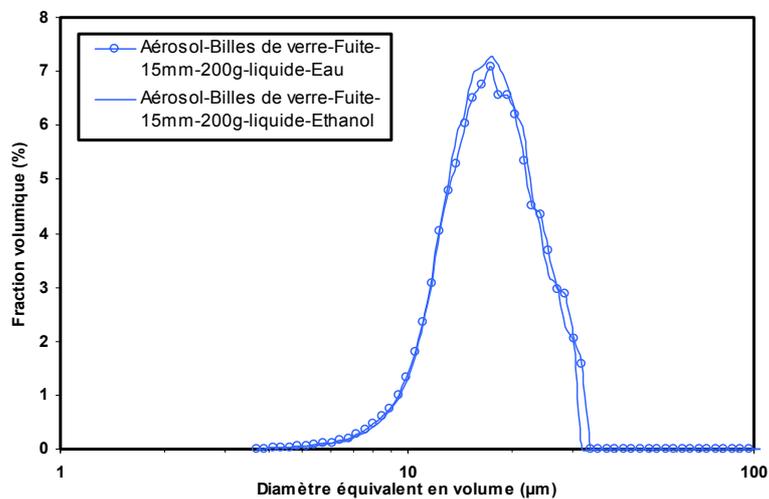


Figure III-3. Distributions granulométriques en volume des aérosols produits pour des chutes de poudre de billes de verre impactant sur différentes surfaces liquides.

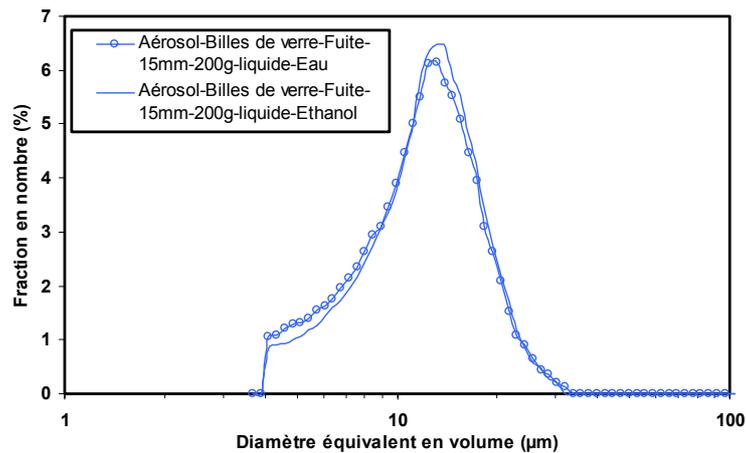


Figure III-4. Distributions granulométriques en nombre des aérosols produits pour des chutes de poudre de billes de verre impactant sur différentes surfaces liquides.

En parallèle, nous avons voulu connaître quelle pouvait être la contribution des aérosols liquides susceptibles de se former lors de l'impaction de la poudre. Pour cela, nous avons réalisé des expériences en incorporant un traceur fluorescent (de la fluorescéine sodée) dans le liquide utilisé à une concentration égale à 1 g/L. A la fin de l'expérience, le filtre de collecte est placé dans une solution ammoniaquée puis la concentration massique est déterminée par une mesure de fluorimétrie. Dans les expériences réalisées, les masses de traceur mesurées étaient comprises entre $1,20 \times 10^{-8}$ g et $3,44 \times 10^{-6}$ g ce qui est très inférieur aux valeurs de masses collectées déterminées lors des pesées des filtres (tableau III-3). Les résultats obtenus lors de ces expériences ne montrent pas de contribution particulière des aérosols liquides sur la masse collectée.

A partir des résultats obtenus lors des expériences que nous venons de décrire pour les différents liquides, nous avons choisi d'utiliser l'éthanol pur pour réaliser les expériences de chutes. En effet, nous avons pu voir que l'éthanol permettait de réduire la masse de particules mises en suspension par rapport à l'eau, comme le montre les valeurs reportées dans le tableau III-3, tout en ayant peu d'effet sur les distributions granulométriques des particules émises. De plus, les expériences réalisées avec le traceur fluorescent nous ont permis de voir que la contribution de l'aérosol liquide sur la masse collectée était négligeable aussi bien pour les impactions se produisant dans de l'éthanol pur ainsi que dans de l'eau.

3.1.3. Conclusions sur les expériences préliminaires

Pour conclure sur ces expériences préliminaires, nous rappelons brièvement les conditions expérimentales que nous avons retenues pour la réalisation de nos matrices expérimentales destinées à l'étude de l'influence de divers paramètres sur la mise en suspension. Ainsi, ces expériences nous ont permis de déterminer les conditions de déclenchement du prélèvement et le liquide utilisé pour les impactions de poudres qui sont les suivants :

- Le prélèvement est déclenché juste à la fin de la chute afin de limiter les pertes de particules par sédimentation.
- Utilisation d'éthanol pur comme surface d'impaction liquide, car celui-ci permet de réduire la mise en suspension par rapport à de l'eau et n'a pas d'influence sur la granulométrie des aérosols.

Après avoir présenté dans la première partie les conditions expérimentales retenues pour la réalisation des expériences de chutes, nous allons dans la seconde partie de ce chapitre présenter nos résultats expérimentaux obtenus lors de la réalisation des matrices expérimentales que nous avons mises en place pour chaque type de déversement envisagé et que nous avons présentées dans la partie II-4.

3.2. Etude de l'influence des paramètres

Nous avons réalisé des expériences de chute avec deux matériaux différents afin d'estimer l'influence de divers paramètres tels que le type et la masse de poudre utilisée, la surface d'impaction et le diamètre du verseur utilisé sur les coefficients permettant de quantifier et de caractériser la mise en suspension de particules lors de chutes de poudres. Les matrices expérimentales mises en place pour cette étude et les caractéristiques des matériaux utilisés ont été présentées en détail au cours du chapitre II.

Les expériences sont réalisées avec les deux types de déversements à l'aide de différents verseurs : des entonnoirs de diamètres d'orifice égaux à 10 et 15 mm pour les écoulements de poudre de type « continu » comme cela peut se produire au travers d'une fuite et des verseurs en forme de cylindres droits, de diamètres égaux à 40 et 60 mm, pour la réalisation des déversements de poudre sous la forme de « paquets ». Ces deux types de déversements de poudres ont été choisis car ils peuvent être rencontrés au niveau de procédés industriels soit de façon indépendante ou bien de manière concourante.

Dans cette partie, nous présentons les résultats expérimentaux de mise en suspension obtenus en fonction des différents paramètres étudiés pour chaque mode de déversement investigué.

3.2.1. Déversement de type fuite

Nous présentons, dans la suite, les résultats obtenus pour des chutes de poudres réalisées à l'aide des deux entonnoirs utilisés pour effectuer un déversement de type fuite. Le tableau III-4 regroupe les conditions expérimentales et les masses mesurées par l'intermédiaire des prélèvements sur filtres ainsi que celles déterminées après la prise en compte des pertes de particules dues à la sédimentation.

Les résultats présentés sont les valeurs moyennes calculées à partir des répétitions des expériences, l'écart-type correspond à la variabilité expérimentale et non à l'incertitude liée à la détermination des masses, comme cela est généralement le cas dans le domaine de l'évaluation des émissions de poussières pour lequel la variabilité expérimentale est plus importante que l'incertitude des mesures.

Tableau III-4. Conditions expérimentales et résultats de mise en suspension pour les déversements de poudres au travers de fuites. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$]

Poudre	Diamètre du verueur (mm)	Surface	Répétitions	Masse de poudre (g)	Masse collectée (g)	Masse mise en suspension (g)	Kmes	C _N (t ₀) (cm ⁻³)
Billes de verre	15	Solide	3	99,702 (0,026)	0,411 (0,065)	1,443 (0,227)	1,447×10 ⁻² (2,28×10 ⁻³)	559,4 (87,7)
	15	Solide	3	199,171 (0,767)	0,783 (0,008)	2,864 (0,030)	1,438×10 ⁻² (2,03×10 ⁻⁴)	994,1 (10,2)
	15	Liquide (Eau)	3	99,675 (0,050)	0,243 (0,046)	1,115 (0,212)	1,119×10 ⁻² (2,13×10 ⁻³)	259,4 (49,1)
	15	Liquide (Ethanol)	3	199,295 (0,774)	0,401 (0,046)	1,600 (0,185)	8,032×10 ⁻³ (9,58×10 ⁻⁴)	443,9 (51,3)
Alumine	15	Solide	3	99,684 (0,014)	0,047 (0,012)	0,169 (0,044)	1,698×10 ⁻³ (4,41×10 ⁻⁴)	66,1 (16,6)
	15	Solide	3	199,765 (0,063)	0,055 (0,013)	0,189 (0,045)	9,484×10 ⁻⁴ (2,23×10 ⁻⁴)	81,2 (19,5)
	15	Liquide (Ethanol)	3	101,153 (0,424)	0,033 (0,006)	0,219 (0,037)	2,168×10 ⁻³ (3,67×10 ⁻⁴)	30,6 (5,2)
	15	Liquide (Ethanol)	3	200,005 (0,076)	0,056 (0,003)	0,343 (0,018)	1,717×10 ⁻³ (9,26×10 ⁻⁵)	57,8 (3,0)
Billes de verre	10	Solide	3	99,805 (0,652)	0,445 (0,055)	1,666 (0,205)	1,669×10 ⁻² (2,11×10 ⁻³)	540,0 (66,1)
	10	Solide	3	199,246 (0,787)	0,824 (0,077)	3,061 (0,286)	1,537×10 ⁻² (1,48×10 ⁻³)	1045,4 (97,8)
	10	Liquide (Ethanol)	3	100,554 (0,630)	0,316 (0,036)	1,215 (0,137)	1,209×10 ⁻² (1,42×10 ⁻³)	374,0 (42,3)
	10	Liquide (Ethanol)	3	199,485 (0,720)	0,578 (0,111)	2,015 (0,389)	1,010×10 ⁻² (1,95×10 ⁻³)	751,3 (144,8)
Alumine	10	Solide	3	100,469 (0,410)	0,032 (0,010)	0,266 (0,080)	2,645×10 ⁻³ (7,91×10 ⁻⁴)	33,4 (10,0)
	10	Solide	3	200,268 (0,369)	0,052 (0,013)	0,359 (0,093)	1,792×10 ⁻³ (4,59×10 ⁻⁴)	66,2 (17,3)
	10	Liquide (Ethanol)	2	100,845 (0,592)	0,050 (0,006)	0,495 (0,055)	4,913×10 ⁻³ (5,79×10 ⁻⁴)	31,8 (3,6)
	10	Liquide (Ethanol)	2	201,354 (0,521)	0,054 ($< 0,001$)	0,355 ($< 0,001$)	1,765×10 ⁻³ (2,31×10 ⁻⁶)	67,8 (0,9)

A partir de ces données de masses, nous avons déterminé les fractions mises en suspension au cours des chutes réalisées ainsi que les valeurs de concentrations numériques totales présentes dans l'enceinte à la fin des chutes réalisées, à t_0 , qui ont été obtenues par intégration de l'équation II-21 sur l'ensemble de la distribution granulométrique tel que :

$$C_N(t_0) = \int_0^{\infty} C_N(d_{ev}, t_0) \times d \ln d_{ev} \quad (III-1)$$

Les valeurs de fractions massiques mises en suspension et de concentrations particulières ainsi déterminées sont présentées dans le tableau III-4.

Analyses statistiques des résultats

Les analyses statistiques des résultats expérimentaux ont été réalisées par la suite sur les résultats de fractions mises en suspension et de concentrations numériques à l'aide du logiciel d'analyse Lumière (société SIER) afin de mettre en évidence l'influence des différents paramètres étudiés ainsi que les interactions pouvant exister entre ces paramètres.

Afin de réaliser ces analyses statistiques, les variables telles que le matériau utilisé et la surface d'impaction ont été codées de façon à pouvoir les prendre en compte comme le montre le tableau III-5 qui présente le codage adopté pour ces variables.

Tableau III-5. Codage des variables pour l'analyse statistique

Paramètre et valeur attribuée	Poudre	Surface d'impaction
-1	Bille de verre	Solide
+1	Alumine	Liquide

Les résultats de ces analyses statistiques sont présentés dans les tableaux III-6 et III-7 qui donnent les contributions des paramètres étudiés et des interactions les plus significatives mises en évidence sur les fractions mises en suspension et les concentrations numériques respectivement.

Tableau III-6. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les fractions mises en suspension pour des déversements de type fuite.

Paramètre	Contribution sur K_{mes} (%)
Paramètres d'étude	
Poudre	84,7
Masse	1,3
Diamètre	1,0
Surface	4,8
Interactions	
Poudre-surface	7,2
Diamètre-surface	0,5
Résidus statistiques	0,6

Tableau III-7. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les concentrations numériques pour des déversements de type fuite.

Paramètre	Contribution sur $C_N(t_0)$ (%)
Paramètres d'étude	
Poudre	73,0
Masse	7,4
Diamètre	0,7
Surface	6,1
Interactions	
Poudre-surface	4,9
Poudre-Masse	4,6
Résidus statistiques	3,3

A partir des données statistiques présentées dans les tableaux III-6 et III-7, nous constatons que les contributions des paramètres d'étude et les interactions entre ceux-ci ne sont pas les mêmes selon le coefficient considéré pour l'estimation de la mise en suspension (fraction massique ou concentration numérique).

Après avoir présenté les données expérimentales ainsi que les analyses statistiques effectuées sur les diverses valeurs déterminées lors des expériences de chutes de poudres par déversement au travers d'une fuite, nous allons, dans ce qui suit, présenter en détail les résultats obtenus en fonction des différents paramètres étudiés, suivant leur contribution sur la base des analyses statistiques effectuées.

3.2.1.1. Influence du type de poudre

Nous présentons ci-après, les résultats expérimentaux obtenus en comparant les deux poudres utilisées dans notre étude. Nous allons voir l'effet de la nature de la poudre pour les différentes configurations étudiées à partir des résultats exprimés en termes de fractions massiques mises en suspension et de concentrations numériques, mais aussi en termes de granulométries des aérosols émis.

A partir des données présentées dans le tableau III-4, les résultats obtenus montrent que les fractions mises en suspension pour la poudre de billes de verre sont supérieures à celles de la poudre d'alumine avec des écarts plus ou moins importants selon la surface sur laquelle impacte la poudre comme l'illustre la figure III-5.

Ainsi, pour des impactions sur une surface solide, les résultats de la figure III-5 montrent une influence notable de la nature de la poudre. En effet, nous observons que les fractions mises en suspension obtenues pour la poudre de billes de verre sont supérieures à celle de la poudre d'alumine avec des facteurs variant entre 6 et 15 suivant le verseur et la masse initiale utilisés. Cette influence est aussi constatée pour des impactions de poudres réalisées sur la surface liquide, mais est, dans ce cas, moins importante que pour les impactions réalisées sur la surface solide avec des facteurs compris entre environ 2 et 6.

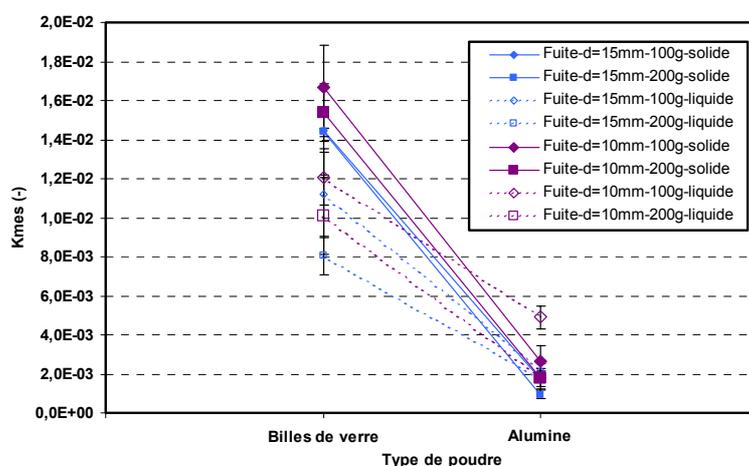


Figure III-5. Effet de la nature de la poudre sur les fractions mises en suspension (K_{mes}) obtenues à partir de déversements en fuite.

Afin de mieux caractériser l'influence du type de poudre, nous avons déterminé les concentrations numériques totales de particules présentes à la fin de la chute. Les valeurs moyennes ainsi obtenues sont regroupées dans le tableau III-4 et présentées graphiquement sur la figure III-6.

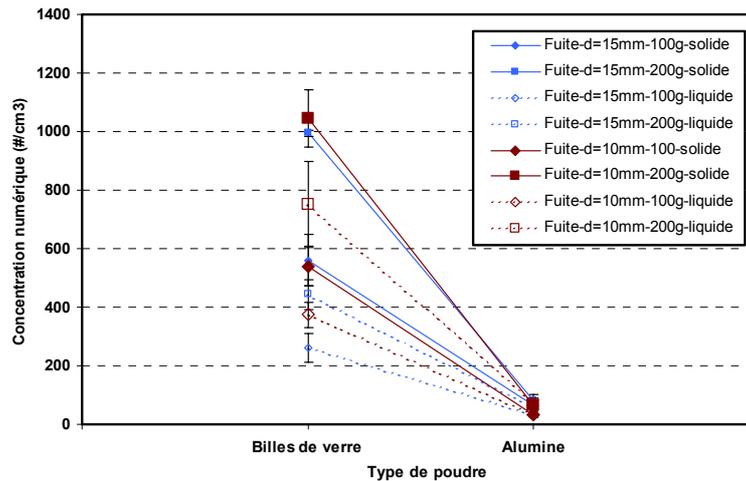


Figure III-6. Effet de la nature de la poudre sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues à partir de déversements en fuite.

La figure III-6 montre une influence du matériau et ce quelle que soit la configuration envisagée. En effet, les résultats montrent une différence significative entre les deux poudres en termes de nombre de particules émises. Comme nous l'avons déjà remarqué pour les fractions, les résultats montrent que les concentrations obtenues pour la poudre de billes de verre sont très supérieures à celles de la poudre d'alumine avec, dans le cas des impactions sur une surface solide, des facteurs variant d'environ 8 à 17 et des facteurs entre ces deux matériaux compris entre 6 et 12 pour les impactions sur surface liquide selon la masse initiale et le diamètre du verseur considérés.

Nous présentons, sur les figures III-7 et III-8, une comparaison des distributions granulométriques des aérosols produits par les deux poudres pour des chutes de 100 g de poudre effectuées à partir du verseur de diamètre égal à 10 mm, impactant sur surface solide et liquide respectivement. Nous pouvons observer sur ces figures que les distributions

granulométriques des aérosols produits par chacune des poudres sont différentes. Concernant les autres configurations, les mêmes observations ont aussi été faites.

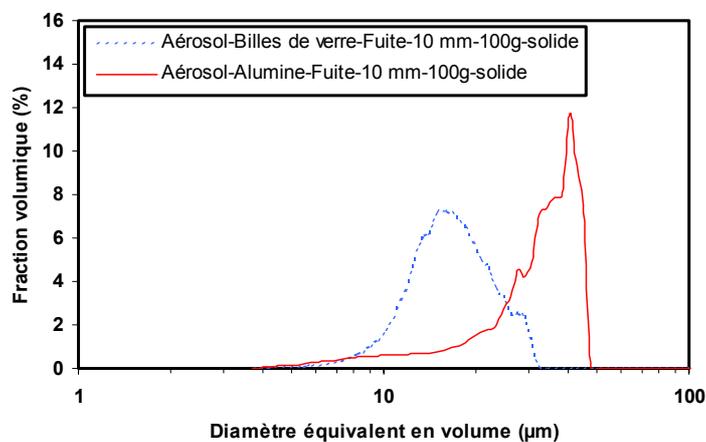


Figure III-7. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en fuite (diamètre de 10 mm) pour des impactions sur surface solide dans le cas de chutes de 100 g.

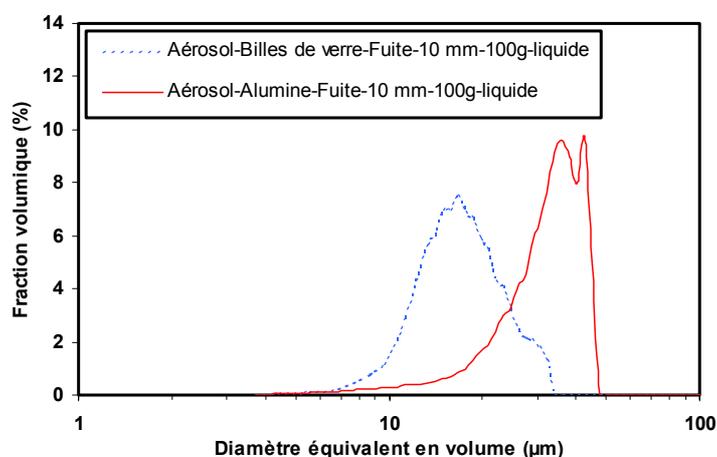


Figure III-8. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en fuite (diamètre de 10 mm) pour des impactions sur surface liquide dans le cas de chutes de 100 g.

D'après les figures III-7 et III-8, les courbes granulométriques montrent que la mise en suspension n'affecte pas une seule taille en particulier, mais peut concerner l'ensemble des particules composant initialement la poudre d'origine, dont la granulométrie s'étend de quelques microns à plusieurs dizaines de micromètres. Cet effet est observé pour les deux matériaux que nous avons étudiés.

Nous avons pu constater des différences relativement importantes entre les deux poudres que nous avons sélectionnées pour notre étude aussi bien en termes de coefficients de mise en suspension, avec des facteurs entre les deux matériaux compris entre 2 et 15 pour les fractions massiques et entre 6 et 17 pour les concentrations numériques, qu'en termes de granulométries des aérosols mis en suspension au cours de la chute.

Afin de tenter d'expliquer au mieux ces résultats, nous allons discuter dans la suite de ceux-ci vis-à-vis des propriétés de nos poudres, tant macroscopiques que microscopiques que nous avons déterminées et présentées au cours du chapitre II. Ceci en nous appuyant, autant que possible, sur les études antérieures présentes dans la littérature et en comparant les effets que nous avons constatés avec ceux qui ont été précédemment observés et que nous avons présenté dans le premier chapitre de ce mémoire (partie I-3). Nous avons vu, au cours du 1^{er} chapitre, qu'une multitude de paramètres étaient susceptibles d'influencer la mise en suspension des poudres au cours de leurs manipulations. Ces différents paramètres sont liés d'une part, aux propriétés des matériaux proprement dites, et d'autre part, aux paramètres de fonctionnement des dispositifs utilisés pour réaliser les tests. Les effets des paramètres physiques des poudres tels que la taille des particules et leur distribution granulométrique, le contenu en humidité, la masse volumique apparente et leurs propriétés d'écoulement sur la propension des matériaux à se disperser sous forme d'aérosols ont été rapportés au cours de diverses études. De plus, nous avons pu faire le constat que d'une part, pour une même propriété les effets observés pouvaient être contradictoires comme par exemple pour le contenu en eau, le diamètre médian du matériau, la forme des particules, et d'autre part, que la diversité des types de poudres, la multitude des paramètres étudiés et des dispositifs utilisés pour réaliser les essais et les mesures rendaient les comparaisons et les interprétations d'autant plus difficiles et complexes.

A cela, il convient d'ajouter le manque de certaines données en termes de caractérisation des propriétés des poudres et des particules qui sont des données très importantes voire primordiales pour la comparaison des études entre elles, mais aussi avec les résultats expérimentaux que nous avons obtenus. Ceci se retrouve notamment vis-à-vis des techniques employées qui ne sont pas toujours directement comparables comme par exemple

lors des mesures des distributions granulométriques ou la détermination des propriétés rhéologiques et cohésives des matériaux. En effet, comme nous en avons discuté dans la partie II-2, il existe diverses techniques permettant d'accéder à ces données en fonction d'un diamètre équivalent particulier (équivalent volume, aérodynamique, optique). Celles-ci peuvent être difficilement comparables ou nécessitent des données supplémentaires permettant de passer d'un diamètre équivalent à un autre telles que le facteur de forme dynamique, la masse volumique du matériau constitutif, l'indice de réfraction ou la porosité des particules.

Distributions granulométriques des échantillons – proportions de fines particules

Si nous nous intéressons aux caractéristiques granulométriques des poudres, il s'avère que, dans la littérature, la mise en suspension semble être corrélée avec les diamètres médians massiques des poudres. Certaines études ont montré une diminution de la mise en suspension lorsque le diamètre médian augmente (Schofield, 1981 ; Cowherd *et al.*, 1989a ; Plinke *et al.*, 1992). Néanmoins, des résultats contradictoires ont aussi été observés. En effet, certains auteurs ont constaté une augmentation de la mise en suspension lorsque le diamètre médian des distributions granulométriques augmente (Andreasen *et al.*, 1939) et d'autres n'ont pas mis en évidence de corrélation particulière (Authier-Martin, 1989 ; Chambers, 1992 ; Pujara, 1997). Par ailleurs, il a aussi été constaté que le diamètre médian pouvait avoir un effet non monotone avec une augmentation puis une diminution de la mise en suspension lorsque ce paramètre augmente (Upton *et al.*, 1990 ; Gensdarmes *et al.*, 2004).

Dans notre étude, les caractéristiques des distributions granulométriques de nos poudres sont très similaires avec des diamètres médians massiques et des écart-types géométriques relativement proches (figures II-5 et II-7 et tableau II-1). De même, les courbes granulométriques obtenues montrent que les fractions de particules fines sont très similaires pour nos deux poudres. Ainsi, ces caractéristiques ne permettent donc pas d'expliquer les écarts constatés entre les deux matériaux. Ceci n'est pas en accord avec les observations de certaines études notamment celles de Cowherd *et al.* (1989a) et Plinke *et al.* (1992). Néanmoins, les résultats que nous avons obtenus montrent que les caractéristiques granulométriques des matériaux ne sont pas des données suffisantes et que deux poudres de nature différente ayant même diamètre médian conduisent à des niveaux de mise en

suspension différents comme cela a pu être constaté antérieurement dans la littérature (Authier-Martin, 1989 ; Upton *et al.*, 1990 ; Chambers, 1992 ; Pujara, 1997).

Contenu en eau des échantillons

La plupart des études ont montré que le fait d'augmenter la teneur en eau d'une poudre conduisait à une diminution de sa mise en suspension. Ceci est un concept bien compris, car l'humidité augmente la cohésion des poudres. En conséquence de quoi, la mise en suspension d'une poudre diminuera généralement avec une augmentation de sa teneur en humidité comme cela a été rapporté dans la littérature avec toutefois des résultats parfois contradictoires selon les matériaux testés et les niveaux d'humidité initiaux de ceux-ci (Schofield, 1981 ; Cowherd *et al.*, 1989a ; Farrugia *et al.*, 1989 ; Wesborg et Cortsen, 1990 ; Plinke *et al.*, 1991, 1992 et 1995 ; Pujara, 1997 ; Swancutt et Mark, 2000).

Au cours de la caractérisation des poudres utilisées dans notre étude, nous avons déterminé expérimentalement le contenu en eau de nos deux matériaux (figures II-10) et les valeurs obtenues ont montré que ceux-ci contenaient des proportions relativement similaires d'eau avec des valeurs d'environ 0,05 et 0,08 % pour la poudre de billes de verre et la poudre d'alumine respectivement. Ainsi, à la vue de ces valeurs, cette propriété ne permet pas là encore d'expliquer, à elle seule, les écarts constatés entre nos deux matériaux. De plus, les mesures de forces d'adhésion interparticulaire effectuées par microscopie à force atomique ont montré que la contribution de l'humidité (effet capillaire) était similaire pour les deux matériaux (tableau II-12).

Forme des particules et rugosité de surface

En ce qui concerne l'influence de la forme des particules, les quelques informations trouvées dans la littérature relative à ce paramètre ont montré des résultats divergents (Janhunen *et al.*, 1988 ; Authier-Martin, 1989 ; Hjemsted et Schneider, 1996b).

Dans notre étude, nous avons constaté que la mise en suspension était plus importante pour la poudre de billes de verre dont les particules sont sphériques (figure II-20) que dans le cas de la poudre d'alumine qui est constituée de particules de forme irrégulière (figure II-21). De plus, les mesures de topographies de surface et de forces d'adhésion effectuées sur les deux échantillons ont montré que les paramètres de rugosités ainsi que les interactions interparticulaires de surface étaient plus élevés dans le cas des particules d'alumine

(tableaux II-8 à II-12). Ceci nous permet de comparer nos deux matériaux et nous amène à dire que plus la rugosité de surface est importante, plus la mise en suspension est faible. De plus, la forme des particules va avoir une incidence sur le nombre et la surface des contacts interparticulaires. Ainsi, des particules sphériques vont avoir des surfaces de contact plus faibles que des particules de forme irrégulière, diminuant par la même les interactions interparticulaires, ce qui va tendre à augmenter leur mise en suspension. Ceci est en accord avec les résultats d'Authier-Martin (1989) mais est en revanche contradictoire avec les constatations faites par Janhunen *et al.* (1988) et Hjemsted et Schneider (1996b). Les différences observées peuvent provenir des types de matériau utilisés et de leurs propriétés, mais aussi du dispositif utilisé pour réaliser les essais (dispositif de chute dans l'étude d'Authier-Martin (1989) et tambour rotatif dans les deux autres études).

Propriétés rhéologiques des poudres et cohésion

Les propriétés rhéologiques et cohésives des matériaux sont également des paramètres importants en termes de mise en suspension, mais celles-ci ont été assez peu étudiées et peuvent s'avérer relativement difficiles à mesurer. Dans la littérature, diverses méthodes ont été employées afin de pouvoir déterminer une mesure des propriétés d'écoulement, représentative de la cohésion, des matériaux. Ainsi, parmi ces méthodes nous trouvons les mesures angulaires (Authier-Martin, 1989 ; Cowherd *et al.*, 1989a), les mesures d'écoulement au travers d'orifices (Hjemsted et Schneider, 1996a ; Breum, 1999) et des mesures de cohésion à l'aide de cellule de cisaillement (Higman *et al.*, 1984 ; Higman, 1986 ; Plinke *et al.*, 1994a et 1995). Par ailleurs, l'augmentation des forces interparticulaires, et ainsi l'augmentation de la cohésion d'un matériau, peut être obtenue de façon indirecte par tassement ce qui conduit à une augmentation de la masse volumique apparente comme cela a été réalisé par Heitbrink (1990b)

Dans notre cas, pour les deux matériaux étudiés, l'angle de repos déterminé pour chacun d'eux ne permet pas d'expliquer les différences constatées, car les valeurs obtenues sont très proches (tableau II-3) ce qui est en accord avec ce qui a pu être constaté antérieurement par Authier-Martin (1989) et Cowherd *et al.* (1989a). Nous avons estimé les capacités d'écoulement de nos deux matériaux par l'intermédiaire de divers indices (tableaux II-2, II-4 et II-5). Les résultats obtenus ont montré que nos deux poudres ont une bonne capacité à s'écouler au travers d'un entonnoir. En ce qui concerne les mesures de la

cohésion, que nous avons réalisées à l'aide d'une cellule de cisaillement, les résultats ont montré des différences notables entre nos deux matériaux avec des valeurs plus élevées pour la poudre d'alumine que pour la poudre de billes de verre, et ce quelle que soit la valeur de la contrainte de pré-consolidation (tableau II-7). Nos résultats sont en accord avec ceux de la littérature car nous pouvons voir que la mise en suspension diminue lorsque la cohésion augmente comme cela a été constaté au cours d'études antérieures (Higman *et al.*, 1984 ; Higman, 1986 ; Plinke *et al.*, 1994a et 1995).

Granulométries des aérosols mis en suspension

En ce qui concerne la caractérisation des particules mises en suspension lors du phénomène de chute, les études de la littérature s'étant intéressées aux distributions granulométriques des aérosols générés au cours des tests et proposant des résultats de mesures caractéristiques granulométriques sont relativement peu nombreuses et celles-ci sont souvent limitées en termes de gamme granulométrique du fait des méthodes de mesure employées (Authier-Martin, 1989 ; Plinke *et al.*, 1992).

Au cours de notre étude, les expériences réalisées nous ont permis de mettre en évidence une influence du type de matériau sur les granulométries des particules mises en suspension qui sont très différentes pour les deux matériaux. Néanmoins, ces résultats ne sont pas en accord avec ce qui a été trouvé auparavant par Plinke *et al.* (1992). En effet, comme nous avons pu le constater, contrairement à cette étude nous n'avons pas obtenu de résultats similaires en termes de granulométrie des particules mises en suspension bien que nos deux poudres aient des diamètres médians massiques et des contenus en humidité similaires. En revanche, nous avons montré que les aérosols mis en suspension avaient des diamètres plus importants pour la poudre d'alumine par rapport à la poudre de billes de verre, ceci est en accord avec les constatations faites par Authier-Martin (1989) et peut donc expliquer les différences observées entre les deux matériaux en termes de niveaux de mise en suspension.

Aux vues des études de la littérature et des constatations parfois contradictoires de celles-ci vis-à-vis des propriétés pouvant être influentes sur la mise en suspension, il apparaît difficile de pouvoir se prononcer de façon certaine quant à la prédominance d'une propriété particulière. De plus, il semble que l'influence de certaines de ces propriétés soit dépendante

de valeurs seuil qui sont propres à chaque matériau. Ainsi, la détermination de l'influence de ces paramètres sur la mise en suspension peut se révéler plus ou moins aisée et appréciable.

Néanmoins, des propriétés telles que la cohésion et la porosité, qui ont été peu étudiées voire pas du tout, semblent pouvoir être utilisées pour expliciter les écarts observés entre nos matériaux. En effet, ces propriétés permettent de prendre en compte simultanément plusieurs caractéristiques telles que la granulométrie, la forme et la rugosité de surface des particules, le contenu en eau, la masse volumique apparente de la poudre et la masse volumique absolue du matériau constituant les particules.

Phénoménologie

Au cours des expériences, nous avons pu constater, sur les figures III-5 et III-6, des écarts relativement importants entre nos deux matériaux surtout dans le cas où l'impaction est réalisée sur une surface solide. Cet effet peut être expliqué par la phénoménologie au moment de l'impact, c'est-à-dire par le comportement des poudres au bas de l'écoulement sur la surface solide. En effet, nous avons pu constater visuellement des différences notables entre les deux matériaux comme l'illustre la figure III-9.

Ainsi, nous avons pu observer que la poudre d'alumine formait un tas sur la surface d'impact qui peut jouer un rôle d'amortissement pour la poudre impactant sur celui-ci. Ceci a donc pour conséquence de réduire les forces de séparation mises en jeu au moment de l'impact réduisant par là même la mise en suspension des particules. Cet effet limitant a été constaté auparavant dans la littérature par Plinke *et al.* (1991) qui ont observé que, pour des impactions réalisées sur des tas formés au préalable avec la poudre testée, la mise en suspension est réduite lorsque le jet de poudre pénètre peu le tas.

En revanche, pour la poudre de billes de verre, la formation d'un tas n'est pas observée, mais il apparaît plutôt dans ce cas la formation d'un « cratère » découvrant la surface solide. Ainsi, la poudre arrivant au niveau de la surface impacte continuellement la surface solide ce qui conduit à des forces de séparation plus élevées et donc, par conséquent, mène à une mise en suspension supérieure. Ces comportements peuvent être directement liés aux propriétés des poudres telles la cohésion ou la forme des particules.

De plus, nous avons observé que les poudres tendent à se « fragmenter » lors de leur écoulement. Ceci peut avoir pour origine les effets aérauliques qui vont pouvoir perturber les jets de poudre. Cet effet, qui a été observé par Liu (2003) pour des matériaux s'écoulant au travers d'orifices, va augmenter la surface de contact entre la poudre et l'air, et va pouvoir contribuer à l'augmentation de la mise en suspension. Ainsi, ceci peut aussi expliquer les écarts constatés entre les deux poudres en termes de mise en suspension, mais aussi en termes de taille des particules émises lors des chutes.

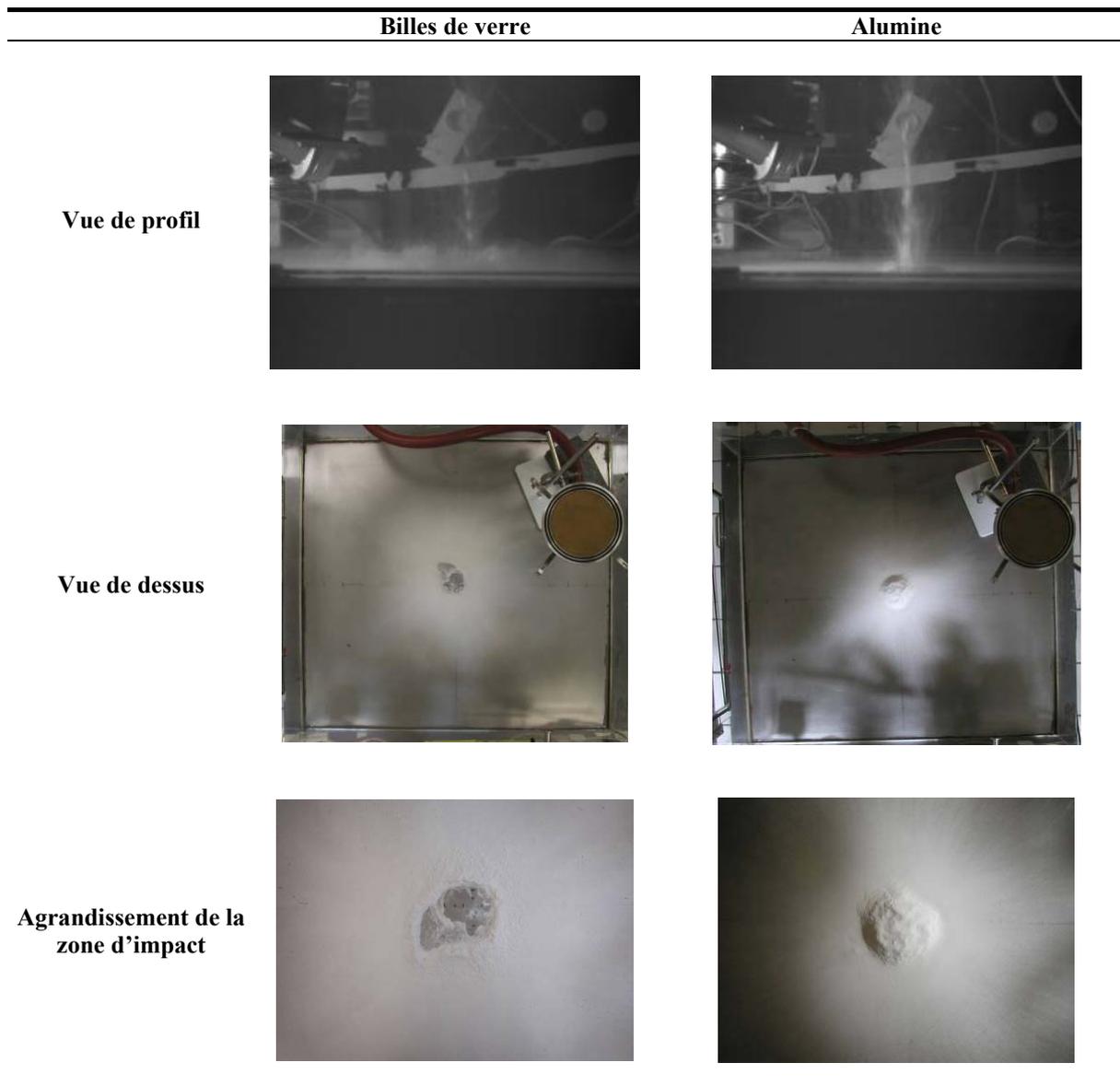


Figure III-9. Comportement des matériaux lors de l'impact au niveau de la surface solide.

Nous venons d'exposer les influences observées pour la nature de la poudre utilisée sur les différents coefficients permettant d'estimer la mise en suspension. Nous allons maintenant présenter les résultats concernant le deuxième paramètre choisi pour la réalisation des expériences qui est la nature de la surface d'impaction, solide ou liquide, sur laquelle viennent s'impacter les poudres à la fin de la chute.

3.2.1.2. Influence de la surface d'impaction

De la même manière, nous allons présenter successivement les effets de la surface d'impaction sur les coefficients permettant d'estimer la mise en suspension, que sont la fraction et la concentration numérique, et sur les distributions granulométriques des particules émises en comparant les résultats obtenus lors d'impactions de poudre sur surface solide et sur surface liquide.

Les résultats obtenus concernant les fractions mises en suspension montrent que la nature de la surface d'impaction a une influence différente selon la poudre considérée (figure III-10). En effet, les résultats obtenus avec la poudre de billes de verre montrent que le fait de remplacer la surface solide par une surface liquide tend à diminuer la mise en suspension avec des facteurs compris entre 1,3 et 1,8.

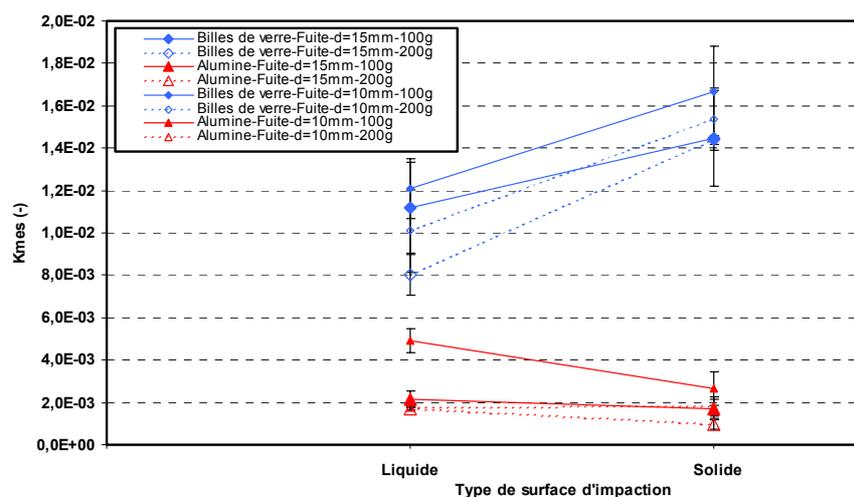


Figure III-10. Effet de la surface d'impaction sur les fractions mises en suspension (K_{mes}) obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en fuite.

Dans le cas de la poudre d'alumine, l'influence du changement de surface a un effet différent de celui observé pour les billes de verre. Les résultats de la figure III-10 montrent que le changement de surface a un effet sur les fractions mises en suspension dans le cas de chutes de masses initiales de 100 g réalisées avec le verseur de 10 mm de diamètre et avec le verseur de 15 mm pour des chutes de 200 g (facteur de 0,5 à 0,6 entre solide et liquide) mais ne montrent pas d'influence dans les autres cas.

De manière globale, l'analyse statistique a montré que les fractions massiques diminuent lorsque l'impaction est réalisée sur une surface liquide. Néanmoins, cette influence est dépendante du matériau du fait de l'interaction mise en évidence entre ces deux paramètres (tableau III-6).

En termes de concentrations numériques, comme cela est représenté sur la figure III-11, les résultats montrent également des effets différents de la surface d'impaction selon le matériau. Ainsi, les résultats pour la poudre de billes de verre montrent une influence notable de la surface d'impaction et ce quelle que soit la masse initiale et le verseur utilisé. En effet, nous constatons que la concentration de particules émises est moins importante lors d'impactions réalisées sur une surface liquide que lors d'impactions sur surface solide. Néanmoins, cette influence n'est pas tout à fait la même selon le diamètre du verseur utilisé (facteurs de l'ordre de 2,2 pour 15 mm et de 1,4 pour 10 mm).

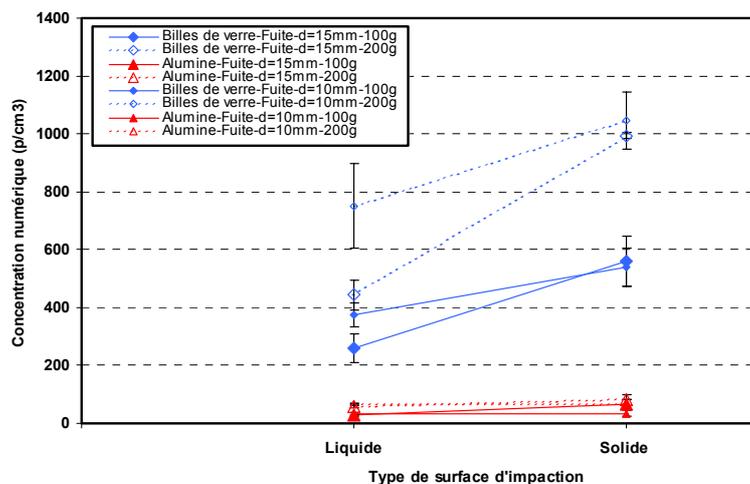


Figure III-11. Effet de la surface d'impaction sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en fuite.

Dans le cas de la poudre d'alumine, les résultats montrent une influence de la surface d'impaction uniquement dans le cas de chute de 100 g avec la fuite de 15 mm avec une diminution des concentrations lorsque l'impaction a lieu sur la surface liquide par rapport à la surface solide (facteur d'environ 2,2). En revanche dans les autres cas, les résultats ne montrent pas d'influence significative de la surface d'impaction.

Si nous supposons que lorsque l'impact se produit sur la surface solide, les particules collectées sont celles mises en suspension au cours de l'écoulement et au moment de l'impact, et que lorsque l'impaction se produit sur la surface liquide, les particules mises en suspension le sont seulement au cours de l'écoulement, nous pouvons estimer la part de chacun des mécanismes sur la mise en suspension en comparant les résultats obtenus sur chacune des surfaces. Ainsi pour la poudre de billes de verre, la mise en suspension lors du trajet dans l'air représente environ 45 à 70 % pour les verseurs de 15 et 10 mm respectivement. Pour la poudre d'alumine, les résultats montrent que la mise en suspension lors de l'écoulement représente entre 46 et 100 % suivant le verseur et la masse initiale de poudre considérés. Nous pouvons constater que les particules sont mises en suspension au cours des deux mécanismes avec toutefois une influence de l'impact plus importante pour la poudre de billes de verre.

Pour terminer, nous avons comparé les distributions granulométriques obtenues pour chacune des poudres utilisées, afin de déterminer l'influence de la surface d'impaction sur les granulométries des particules mises en suspension. Les figures III-12 et III-13 présentent les distributions granulométriques obtenues pour les chutes de poudre de billes de verre et de poudre d'alumine respectivement.

Sur la figure III-12, nous avons représenté les distributions granulométriques des aérosols de billes de verre obtenues pour les différentes surfaces d'impaction pour des écoulements à partir du verseur de diamètre égal à 15 mm et des masses initiales de 100 g

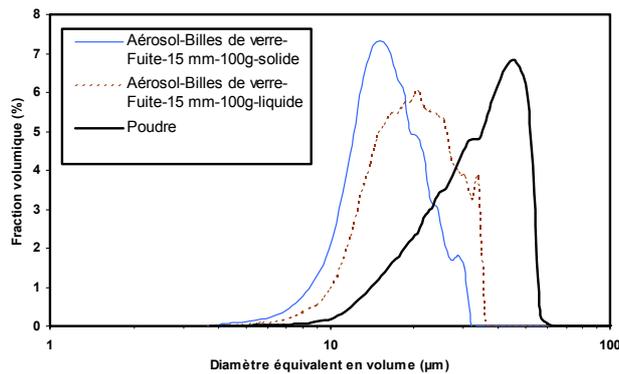


Figure III-12. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 100 g de poudre de billes de verre sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements en fuite de diamètre d'orifice égal à 15 mm.

Sur la figure III-12, les distributions granulométriques montrent un décalage vers des particules de diamètre plus important lorsque l'impaction se produit sur une surface liquide. Cet effet, bien que légèrement moins marqué, est aussi constaté dans le cas de chutes de 200 g. De même, l'effet de la surface d'impaction a été observé pour les déversements effectués à partir du verseur de diamètre de 10 mm avec une influence notable pour des masses de 200 g mais pas dans le cas de masses initiales égales à 100 g.

Dans le cas des aérosols émis lors des chutes de poudre d'alumine, les résultats granulométriques montrent là aussi un décalage vers des diamètres de particules plus élevés lorsque les impactions sont réalisées sur une surface liquide et ceci pour les deux masses initiales de poudre comme l'illustre la figure III-13 obtenue pour des chutes d'échantillons de 100 g à partir du verseur de 15 mm. Le même type d'effet a été constaté pour les masses initiales de 200 g et ceci également pour le verseur de diamètre d'orifice égal à 10 mm.

Cet effet de décalage des distributions granulométriques vers des particules de diamètres plus élevés, quand l'impaction est réalisée sur une surface liquide, permet d'expliquer les résultats particuliers constatés pour la poudre d'alumine. Ainsi, pour un même nombre de particules émises, celles-ci ayant des diamètres plus élevés, ceci conduit à une masse mise en suspension plus importante et donc à des fractions massiques supérieures. En revanche, pour la poudre de billes de verre, les écarts entre les concentrations numériques sont plus importants et ne sont pas compensés par le décalage des distributions granulométriques.

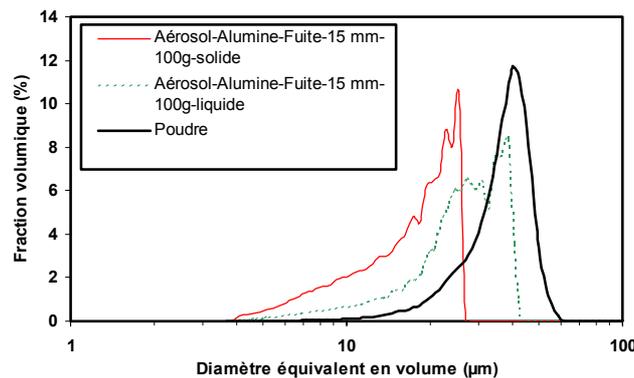


Figure III-13. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 100 g de poudre d'alumine sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements en fuite de diamètre d'orifice égal à 15 mm.

Si nous comparons les distributions des aérosols émis et celles des matériaux utilisés, nous pouvons ainsi constater, sur les figures III-12 et III-13, que les distributions des particules émises lors des chutes sont différentes de celles des poudres initiales.

Comme nous l'avons vu au cours de la partie sur l'état de l'art (partie I-3), il n'existe pas d'étude particulière sur l'influence d'un changement de surface sur la mise en suspension pour des déversements de type fuite. Les seuls travaux relevés dans la littérature ayant étudié l'effet de la surface sur laquelle vient s'impacter la poudre à la fin de l'écoulement sont ceux réalisés par Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) pour des déversements en paquet de poudre d'alumine. Nous rappelons que dans ces études, la mise en suspension a été estimée en termes de concentrations numériques.

Pour la poudre de billes de verre, nous avons pu constater que le fait de remplacer la surface solide par une surface liquide conduisait à une réduction de la concentration de particules et de la masse mise en suspension. Néanmoins, pour les expériences avec la poudre d'alumine, contrairement à ce qui a été observé dans ces études, nous n'avons constaté que relativement peu d'influence de la surface d'impaction sur le nombre de particules émises. Ceci peut être dû au fait que les poudres utilisées n'ont pas les mêmes caractéristiques granulométriques. En revanche, nous avons constaté un effet de la surface sur les distributions granulométriques des aérosols produits comme cela avait été observé pour une des poudres d'alumine testée, celle de diamètre aérodynamique médian massique de 20 μm mais pas pour celle de 40 μm. Le fait que les auteurs n'aient pas constaté d'effet pour la poudre dont le

diamètre était le plus élevé peut être dû à la méthode de mesure employée qui limite la gamme de diamètres des particules mesurables.

Bien que nos résultats ne soient pas quantitativement similaires à ceux constatés dans les études précédentes, nous pouvons tout de même comparer les tendances que nous avons observées au cours de notre étude à celles mises en évidence dans la littérature. Ainsi, il apparaît que l'utilisation d'une surface liquide pour réaliser l'impaction limite le nombre de particules émises lors du phénomène de chute. Dans le cas de l'alumine, cet effet n'est pas suffisant pour diminuer de façon significative la masse totale émise car, comme nous l'avons vu, la surface influence la distribution granulométrique des particules mises en suspension. Cet effet est proportionnellement plus important pour la poudre d'alumine que pour la poudre de billes de verre.

Les résultats obtenus peuvent être expliqués par plusieurs hypothèses qui sont :

- La modification des écoulements aérauliques induits à l'intérieur de l'enceinte lors de la chute de la poudre du fait de la présence du récipient. Ce changement peut produire une modification du transfert des particules et de la taille des particules transportées pouvant expliquer les effets observés en termes de distributions granulométriques.

- L'effet du tas sur la surface pour l'alumine qui peut avoir un effet limitant la mise en suspension et qui peut contribuer d'une part, à la rétention des particules de diamètre important et d'autre part, à l'entraînement de particules fines avec les jets d'air créés au moment de l'impaction du fait de la compression de la colonne de poudre.

- La pénétration du jet de poudre au niveau de la surface liquide n'est pas tout à fait identique pour les deux matériaux. En effet, la poudre de bille de verre s'épand lors de sa pénétration dans le liquide mais pénètre plus profondément à l'intérieur de celui-ci jusqu'au fond du récipient alors que la poudre d'alumine a tendance à s'épandre plus horizontalement et à rester plus en surface, ainsi les particules présentes dans le liquide peuvent représenter des obstacles sur lesquels celles arrivant par la suite peuvent rebondir.

Nous venons d'exposer les influences observées pour la surface sur laquelle se produit l'impaction de la poudre sur les différents coefficients permettant d'estimer la mise en suspension, nous allons maintenant présenter l'influence sur ceux-ci de la masse initiale de l'échantillon.

3.2.1.3. Influence de la masse initiale

Afin de déterminer l'effet de ce paramètre sur la mise en suspension, nous rappelons que les expériences ont été réalisées en faisant varier la masse de poudre sur 2 niveaux (100 et 200 g). Nous allons voir l'effet de ce paramètre pour les deux matériaux étudiés à partir des résultats exprimés en termes de fraction mise en suspension et de concentrations numériques, mais aussi en termes de granulométries des aérosols émis.

Les résultats de fractions mises en suspension, présentés dans le tableau III-4, montrent une influence de la masse initiale qui diffère légèrement selon la poudre considérée. De plus, les effets observés ne sont pas tout à fait identiques suivant la surface d'impaction ainsi que suivant le verseur utilisé pour réaliser les chutes.

Globalement, les résultats obtenus montrent que l'effet de la masse initiale va dans le sens d'une diminution de la fraction massique mise en suspension lorsque la masse initiale de poudre augmente.

Si nous considérons maintenant les données exprimées en termes de concentrations numériques, la figure III-14 présente les résultats obtenus et montre une influence différente de la masse initiale en fonction du matériau employé et de la surface d'impaction.

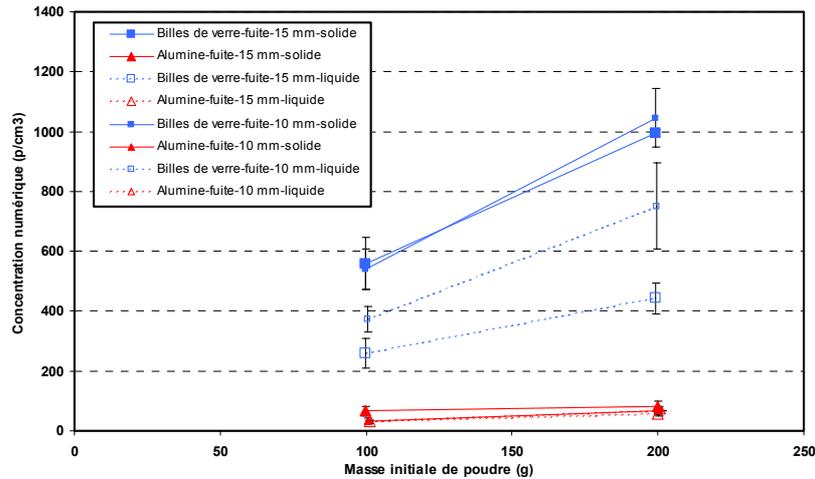


Figure III-14. Effet de la masse initiale de poudre sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en fuite.

Ainsi, pour des impactions sur surface solide, nous constatons que la masse initiale a un effet notable pour la poudre de billes de verre et ce quel que soit le diamètre du verseur utilisé avec une augmentation de la concentration numérique lorsque la masse initiale augmente (facteurs de 1,8 à 1,9). En revanche, pour la poudre d'alumine, les résultats montrent une influence pour le verseur de diamètre d'orifice égal à 10 mm, avec là aussi une augmentation de la concentration numérique (facteur d'environ 2), et pas d'effet notable pour le verseur de 15 mm.

Dans le cas des impactions réalisées sur une surface liquide, la figure III-14 montre une influence notable de la masse initiale de poudre qui lorsqu'elle augmente conduit à une augmentation des concentrations numériques pour les deux matériaux et ce quel que soit le verseur utilisé avec des facteurs compris entre 1,7 et 2,1.

Globalement, les résultats obtenus montrent que, lorsqu'il y a un effet de la masse initiale, celui-ci va dans le sens d'une augmentation de la concentration de particules mises en suspension lorsque la masse initiale de poudre augmente.

En termes de granulométrie des particules mises en suspension lors des expériences, l'influence de la masse initiale est différente selon la surface sur laquelle se produit l'impaction. En effet, lors d'impactions sur surface solide, les courbes granulométriques obtenues n'ont pas montré d'influence notable de la masse initiale et ce quelle que soit la

poudre. En revanche, dans le cas d'impactions sur surface liquide, la masse initiale de poudre a une influence sur les distributions granulométriques comme l'illustrent les figures III-15 et III-16 pour les déversements réalisés à partir du verseur de diamètre d'orifice égal à 15 mm avec la poudre de billes de verre et la poudre d'alumine respectivement. Le même type d'effet a été constaté pour les chutes effectuées à l'aide du verseur de 10 mm de diamètre.

Ainsi, sur les figures III-15 et III-16, les distributions granulométriques des particules émises lors de chutes de poudre ne montrent qu'une légère influence de la masse initiale qui lorsqu'elle augmente tend à décaler légèrement les granulométries vers des particules plus fines surtout pour la poudre d'alumine.

Ces figures montrent aussi que les distributions des aérosols sont plus ou moins différentes de la poudre initiale selon la nature de celle-ci.

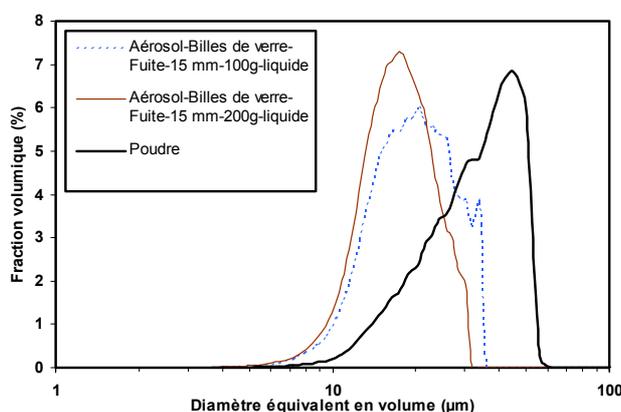


Figure III-15. Distributions granulométriques des particules émises par des chutes de 100 et 200 g de poudre de billes de verre à travers une fuite de 15 mm impactant sur une surface liquide.

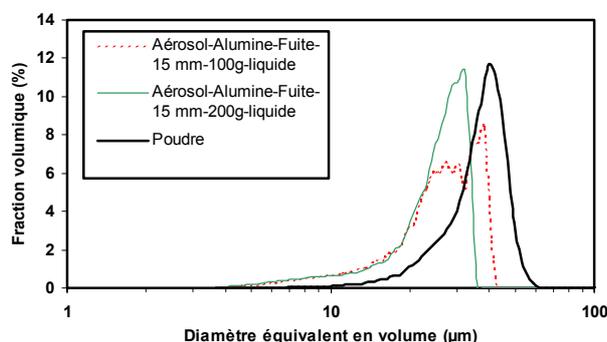


Figure III-16. Distributions granulométriques des particules émises par des chutes de poudre d'alumine de 100 g et 200 g à travers une fuite de 15 mm impactant sur une surface liquide.

Pour conclure, les résultats obtenus montrent que ce paramètre, bien que n'étant pas prépondérant, a tout de même une légère influence sur les fractions mises en suspension avec une diminution de celles-ci lorsque la masse de l'échantillon augmente. Ces résultats peuvent être expliqués par l'influence de la masse initiale de l'échantillon de poudre sur les distributions granulométriques des aérosols mis en suspension. En effet, nous avons pu voir que lorsque la masse initiale augmente, le nombre de particules augmente aussi, mais pas de manière proportionnelle à la masse. Ainsi, pour une même distribution granulométrique, la masse mise en suspension sera plus élevée pour la masse initiale la plus importante mais cela conduira à une diminution des fractions car la variation de masse mise en suspension n'est alors pas proportionnelle à la variation de masse de l'échantillon testé (facteur inférieur à 2).

Comme nous l'avons présenté dans notre revue bibliographique, l'effet de la masse initiale de poudre sur les fractions mises en suspension a fait apparaître des résultats divergents selon les études. Ainsi, il a été constaté dans certains travaux, un effet différent de la masse de l'échantillon lors de sa variation avec une augmentation initiale jusqu'à une valeur maximale suivi d'une diminution plus ou moins rapide selon le type de matériau et le dispositif utilisé (Davies *et al.*, 1988 ; Heitbrink, 1990b ; Hjemsted et Schneider, 1996a ; Pujara, 1997). D'autres études ont abouti soit à des conclusions contraires avec néanmoins des effets différents selon les matériaux, soit il a été montré que la masse n'avait que peu d'effet sur les fractions mises en suspension (Lyons et Mark, 1994 ; Breum, 1999 ; Gensdarmes *et al.*, 2003a et 2003b).

En termes de concentration numérique, Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) ont montré, pour des chutes de poudres d'alumine réalisées sous forme de paquet, que l'augmentation de la masse initiale de poudre conduisait à une augmentation du nombre de particules émises et par là même à une augmentation des concentrations particulières dans l'enceinte.

Nos résultats expérimentaux sont en accord avec ceux de certaines des études antérieures (Davies *et al.*, 1988 ; Heitbrink, 1990b ; Hjemsted et Schneider, 1996a ; Pujara, 1997) car nous avons pu constater que les fractions mises en suspension diminuent lorsque la masse initiale de poudre augmente. Nous avons aussi observé que la concentration de

particules mises en suspension augmente avec la masse de matériau comme l'ont constaté Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992). L'influence de la masse initiale pourrait probablement être due aux effets aérauliques (turbulences) qui peuvent être proportionnellement plus importants lorsque la masse de l'échantillon diminue. Ainsi, les forces tendant à lier les particules ensemble sont plus facilement surmontées par les forces de cisaillement créées par l'air lors de la chute comme cela a été suggéré par Davies *et al.* (1988).

En ce qui concerne les mesures de granulométrie des aérosols mis en suspension, les résultats n'ont montré que peu d'influence de la masse initiale pour les impactions réalisées sur une surface solide. En revanche, pour le cas d'impact sur une surface liquide, les résultats ont montré que la proportion de particules fines produites tend à augmenter légèrement lorsque la masse initiale de matériau est plus élevée. Dans la littérature, nous n'avons pas relevé d'études proposant des données de granulométries des aérosols mis en suspension pour ce paramètre.

3.2.1.4. Influence du diamètre du verseur

A la vue des études de la littérature, nous avons voulu déterminer l'influence que pouvait avoir une variation du diamètre de l'orifice de l'entonnoir par lequel s'effectue l'écoulement de la poudre. Pour cela, nous avons réalisé des expériences à l'aide de deux entonnoirs de diamètres d'orifice égaux à 10 et 15 mm. Nous rappelons que la variation du diamètre du verseur peut avoir plusieurs effets notamment en termes de débit massique d'écoulement de la poudre et de vitesse de sortie au niveau de l'orifice du verseur, mais aussi au niveau de la section du front de poudre et de la surface de poudre exposée aux effets de l'air.

Pour les fractions mises en suspension, les résultats du tableau III-4 ne montrent que peu d'effet de ce paramètre. Toutefois, il semble que cet effet soit différent selon la poudre considérée. En effet, les résultats ne montrent pas d'effet notable de la variation du diamètre du verseur pour la poudre de billes de verre et ce quelle que soit la masse initiale de poudre utilisée (facteur compris entre 1,1 et 1,3). En revanche, dans le cas de la poudre d'alumine,

nous avons constaté une influence réelle du diamètre du verseur lors de chutes sur surface solide pour une masse initiale de 200 g (facteur d'environ 1,9) et pour des chutes sur surface liquide pour une masse de 100 g (facteur d'environ 2,3) et pas d'effet dans les autres cas.

Nous avons pu remarquer que ce paramètre avait une influence relativement faible. Néanmoins, nous pouvons tout de même observer que les valeurs de fractions massiques obtenues pour des écoulements au travers une fuite de 10 mm ont globalement tendance à être légèrement supérieures à celles obtenues pour un diamètre de 15 mm.

Si nous considérons maintenant les données en termes de concentrations numériques, les valeurs obtenues montrent une influence différente du diamètre du verseur selon le matériau employé et la surface sur laquelle se produit l'impaction.

Pour la poudre de billes de verre, les résultats montrent que le diamètre du verseur a une influence notable pour les chutes sur surface liquide et ce quelle que soit la masse initiale (facteurs compris entre 1,44 et 1,69). En revanche, pour les impactions sur surface solide, il n'y a pas d'effet significatif.

Pour la poudre d'alumine, les résultats montrent un effet notable du diamètre de l'entonnoir dans le cas de chutes de masses initiales de poudre de 100 g sur surface solide avec des valeurs de concentrations supérieures pour des déversements effectués à l'aide du verseur de 15 mm de diamètre (facteur de l'ordre de 0,5).

En termes de distributions granulométriques des aérosols mis en suspension, les résultats obtenus montrent un effet important du diamètre du verseur sur la granulométrie de l'aérosol émis uniquement lors des chutes réalisées avec la poudre d'alumine impactant sur surface solide et ceci pour les deux masses initiales. En effet, comme l'illustre la figure III-17, les distributions montrent un décalage vers des particules de diamètres plus élevés lorsque l'écoulement est effectué au travers de l'entonnoir de 10 mm.

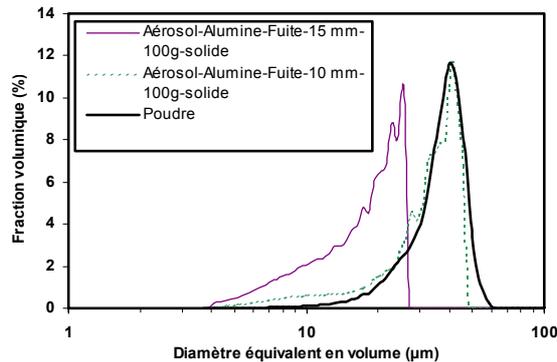


Figure III-17. Distributions granulométriques des aérosols pour des déversements en fuite (de diamètre d'orifice de 10 et 15 mm) de masses de 100 g de poudre d'alumine impactant sur une surface solide.

Les résultats que nous venons de présenter nous ont permis de constater un effet du diamètre différent selon la poudre étudiée mais aussi selon la surface d'impaction et la masse initiale. Bien que ce paramètre n'ait pas été vu comme ayant une influence très importante sur la mise en suspension, les tendances observées permettent tout de même d'entrevoir une influence de ce paramètre sur le comportement de la poudre au cours de l'écoulement et au moment de l'impaction au sol.

L'étude bibliographique réalisée n'a pas permis de mettre en évidence d'étude particulière sur l'influence de ce paramètre pour ce mode de déversement. Néanmoins, Plinke *et al.* (1991) ont étudié ce paramètre de façon indirecte, car ils ont déterminé l'influence du débit massique de poudre en faisant pour cela varier le diamètre de l'orifice utilisé pour réaliser le déversement. En effet, comme nous l'avons signalé plus tôt, la variation du diamètre de l'orifice d'écoulement va avoir une influence directe sur le débit massique avec une diminution de celui-ci lorsque le diamètre de l'ouverture diminue comme nous l'avons constaté expérimentalement avec nos matériaux (tableau II-13). Ainsi, les auteurs ont constaté que les fractions mises en suspension diminuent lorsque le diamètre du verseur augmente pour des matériaux tels que du ciment, la farine et du sable, mais ont observé l'effet inverse pour de la chaux.

Pour les résultats de concentrations numériques, les études de Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) réalisées avec de la poudre d'alumine déversée sous forme de paquets ont montré un effet du diamètre avec une légère augmentation des concentrations avec

l'augmentation du diamètre du verueur. Néanmoins, dans ces études, le diamètre du verueur n'a pas été considéré comme ayant une influence sur les distributions granulométriques.

Nos résultats expérimentaux de fractions mises en suspension et de concentrations numériques sont donc en accord avec ce qui a été constaté lors de ces études.

3.2.1.5. Prise en compte de plusieurs des paramètres

Afin de compléter l'interprétation de nos résultats et des influences que nous avons pu constater, nous avons tenté de combiner les différents paramètres entre eux afin de trouver la grandeur permettant d'expliquer les effets observés pour chacun des coefficients utilisés.

Ainsi, le débit massique, la vitesse de sortie au niveau de l'orifice de l'entonnoir, définie par $V_0 = 4Q_m / \rho_b \pi D^2$, et le débit d'air induit spécifique permettent de prendre en compte à la fois le type de matériau, le diamètre du verueur et la masse initiale de matériau. Pour cela, nous présentons les résultats de mise en suspension obtenus en fonction de ces différentes grandeurs sur les figures III-18 et III-19 pour les fractions et les concentrations numériques respectivement.

Ainsi, sur ces figures, les résultats montrent que les fractions massiques et les concentrations numériques mises en suspension diminuent lorsque le débit massique ou la vitesse de sortie du matériau diminuent. Par ailleurs, ces observations peuvent être mises en relation avec le débit d'air induit spécifique, déterminé à partir de la relation I-28 et des débits massiques présentés dans le tableau II-13, qui lui aussi diminue lorsque le débit massique augmente.

Pour les fractions massiques, nous pouvons constater sur la figure III-18 que les résultats peuvent être reliés avec le débit massique qui lorsqu'il augmente, du fait de l'augmentation du diamètre d'orifice de l'entonnoir entre 10 et 15 mm, conduit à des valeurs décroissantes ce qui correspond à une mise en suspension moins importante. Cet effet peut s'expliquer du fait d'une « protection » des particules se trouvant à l'intérieur de l'écoulement, vis-à-vis de l'air environnant, lorsque le diamètre augmente, comme suggéré par Plinke *et al.* (1991). De plus, le débit d'air induit spécifique est plus important pour un

diamètre d'orifice égal à 10 mm que pour celui de diamètre de 15 mm du fait de la variation du débit massique.

Cet effet du débit massique est en accord avec ce qui a été observé auparavant lors de des études de Plinke *et al.* (1991) et de Cheng (1973). De plus, Plinke *et al.* (1991) ont corrélé la mise en suspension avec le débit d'air induit spécifique qui lui aussi diminue lorsque le débit massique augmente.

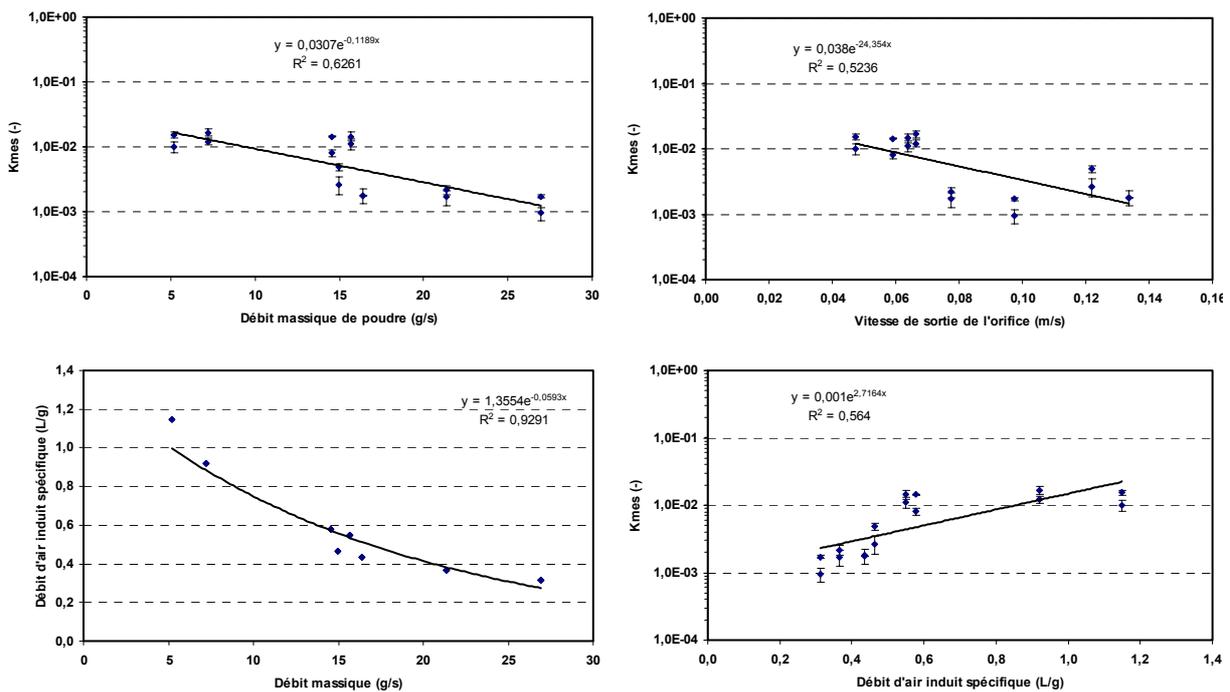


Figure III-18. Effet du débit massique, de la vitesse initiale et du débit d'air induit spécifique sur les résultats de fractions massiques mises en suspension lors des expériences de chute réalisées par écoulements de poudre à partir d'entonnoir (déversement de type fuite).

Pour les résultats exprimés en termes de concentrations numériques, nous pouvons observer sur la figure III-19 que l'effet des paramètres de l'écoulement et aérauliques est similaire à ceux mis en évidence pour les fractions massiques. Néanmoins, les résultats semblent, dans ce cas, être mieux corrélés avec la vitesse initiale en sortie d'entonnoir car celle-ci permet d'expliquer les résultats observés lors de l'étude de l'influence du diamètre du verseur.

Cette influence de la vitesse initiale en sortie du verseur a pour conséquence de modifier le temps de contact de la poudre avec l'air environnant et ainsi modifie l'effet de celui-ci en termes de dispersion du jet de particules et de développement de la couche limite.

Ainsi, le fait de diminuer la vitesse initiale va augmenter le temps de contact entre la poudre et l'air ce qui va permettre à celui-ci d'avoir une action plus notable sur la dispersion et la mise en suspension des poudres. Lorsque la vitesse de sortie augmente, l'expansion du jet va être plus importante, ce a pour effet d'augmenter la dispersion des particules et de favoriser leur passage du jet vers la couche limite environnante. Ainsi, pour un même verseur, nous avons pu constater que le débit massique est plus important pour la poudre d'alumine que pour la poudre de billes de verre, la dispersion du jet va donc être moins importante car la vitesse de sortie est supérieure, ce qui conduit à une moindre mise en suspension de particules.

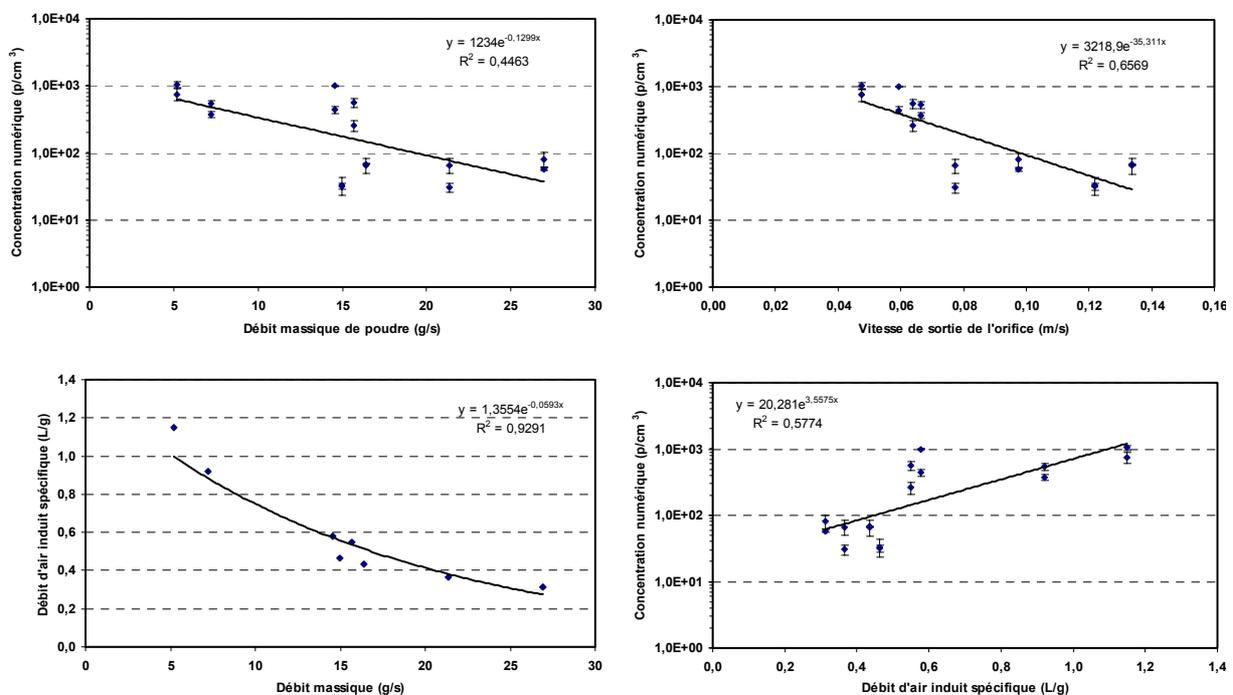


Figure III-19. Effet du débit massique, de la vitesse initiale et du débit d'air induit spécifique sur les résultats de concentrations numériques mises en suspension lors des expériences de chute réalisées par écoulements de poudre à partir d'entonnoir (déversement de type fuite).

Les écarts constatés entre les deux poudres peuvent aussi être expliqués par les effets aérauliques au cours de la chute. Ainsi, l'air se trouvant à l'intérieur de la poudre, dans les espaces interparticulaires, est mis en mouvement. Cet effet d'entraînement va être favorisé et d'autant plus important que la porosité de la poudre est faible. Ainsi, l'air, qui est mis en mouvement en moins grande quantité dans le cas de la poudre d'alumine du fait de sa porosité plus importante que celle de la poudre de billes de verre, va pouvoir circuler dans les espaces

interparticulaires sans provoquer de grandes variations de la porosité du matériau. En revanche, dans le cas de la poudre de billes de verre, dont la porosité est plus faible, l'air ne peut pas circuler entre les particules aussi librement que dans le cas de la poudre d'alumine. Ainsi, l'air a tendance à séparer les particules les unes des autres afin de pouvoir circuler ce qui conduit à une augmentation de la porosité interparticulaire. De ce fait, la force de traînée va agir de façon plus homogène à la surface des particules dont les interactions sont par là même réduites du fait de leur éloignement. Les particules passent alors de l'écoulement vers la couche limite environnante qui va ainsi se développer au fur et à mesure de la chute. De plus, la poudre d'alumine possède une cohésion plus importante que la poudre de billes de verre, ce qui entraîne une dispersion plus difficile, car les interactions interparticulaires à vaincre sont plus grandes. La force de traînée nécessaire doit donc être plus importante afin d'arracher les particules depuis le jet de poudre et les mettre en suspension dans l'enceinte. Ceci va donc également contribuer à la dispersion des particules en écoulement, c'est-à-dire à leur mise en suspension.

La prise en compte de plusieurs de nos paramètres d'étude, par l'intermédiaire de variables dépendantes à la fois du matériau et des caractéristiques du dispositif, permet d'explicitier les écarts observés entre les deux matériaux, mais aussi l'influence de la masse et du diamètre du verseau utilisés pour réaliser les expériences. Ainsi, plus le débit d'air induit spécifique est important, ou plus le débit massique et la vitesse est faible, plus la mise en suspension est importante, c'est-à-dire que la dispersion semble alors « efficace ».

3.2.1.6. Conclusions sur le mode de déversement en fuite

Pour ce mode de déversement, l'ensemble des résultats de mise en suspension obtenus varie, toutes configurations confondues, entre environ $9,5 \times 10^{-4}$ ($\pm 2,2 \times 10^{-4}$) et $1,7 \times 10^{-2}$ ($\pm 2,1 \times 10^{-3}$) pour les fractions massiques et entre les valeurs allant de 31 (± 5) à 1045 (± 98) particules/cm³ pour les concentrations numériques.

Afin de résumer les principaux résultats que nous avons obtenus lors de notre étude portant sur des chutes de poudres réalisées sous forme de déversements au travers de fuites,

nous présentons ci-après une liste de ceux-ci permettant de synthétiser les effets observés pour les divers paramètres étudiés. Ainsi, nous avons pu constater que :

- Pour les résultats de fractions mises en suspension, les paramètres prépondérants étudiés sont la nature de la poudre avec des fractions mises en suspension plus importantes pour la poudre de billes de verre que pour la poudre d'alumine, et la surface sur laquelle se produisent les impactions avec des fractions mises en suspension plus importantes pour des impactions sur surface solide que sur surface liquide. Les autres paramètres, que sont la masse initiale de poudre et le diamètre du verseur, n'ont pas été vus comme ayant des influences majeures.
- Pour les résultats de concentrations numériques, les paramètres d'étude prépondérants sont la nature de la poudre (liés aux propriétés des matériaux) avec des concentrations plus importantes pour la poudre de billes de verre que pour la poudre d'alumine, et la masse initiale de poudre avec laquelle sont réalisées les expériences avec des concentrations qui augmentent lorsque la masse initiale augmente.
- En termes de résultats granulométriques des aérosols mis en suspension, nous avons pu voir d'une part, que ceux-ci étaient différents entre les deux matériaux testés, et d'autre part, que le type de surface sur laquelle est réalisée l'impaction a une influence avec un décalage des distributions vers des diamètres plus importants lorsque l'impaction a lieu sur la surface liquide, surtout dans le cas de la poudre d'alumine. Par ailleurs, les résultats ont aussi montré une influence du diamètre du verseur pour la poudre d'alumine lors d'impactions sur la surface solide avec un décalage des particules mises en suspension vers des diamètres plus élevés lorsque l'écoulement est effectué au travers de l'entonnoir de 10 mm. De plus, nous avons pu noter que les distributions des aérosols étaient différentes de celles des poudres dont ils sont issus et ceci surtout dans le cas de la poudre de billes de verre.
- En ce qui concerne la phénoménologie des chutes, nous avons constaté que les écoulements devenaient discontinus à la fin de la chute (formation de petits paquets de poudre vers la fin de l'écoulement) et au bas de l'écoulement au niveau de la surface

d'impaction solide (formation d'un cratère ou d'un tas). Cette description est parfaitement en accord avec ce qui a été auparavant vu et décrit dans la littérature au cours des études de Plinke *et al.* (1991 et 1994a), Liu *et al.* (1999) et Liu (2003).

- La prise en compte de plusieurs des paramètres que nous avons investigués a montré que selon le coefficient qui est utilisé pour quantifier la mise en suspension, les effets observés sont expliqués par l'une ou l'autre des variables déterminées. Ainsi, les résultats exprimés par l'intermédiaire des fractions massiques peuvent être reliés aux variables que sont le débit massique et le débit d'air induit spécifique. Pour les résultats de concentrations numériques, la vitesse initiale des matériaux à la sortie des entonnoirs utilisés pour les déversements permet de mieux expliquer les résultats obtenus et les influences mises en évidence.

3.2.2. Déversement de type paquet

Nous allons présenter dans cette partie les résultats de mise en suspension que nous avons obtenus lors des expériences de chutes consistant à réaliser des déversements de poudres sous forme de « paquet ». Nous rappelons que ces expériences ont été réalisées à l'aide de tubes cylindriques de diamètres égaux à 40 et 60 mm. La méthodologie adoptée est celle que nous avons décrite précédemment dans la partie III-1 et que nous avons aussi utilisée pour les déversements de type « fuite » : le prélèvement est déclenché juste après la fin de la chute et la poudre impacte soit sur une surface solide soit sur une surface liquide.

Nous présentons tout d'abord, dans le tableau III-8, les conditions expérimentales et les masses obtenues par l'intermédiaire des prélèvements sur filtres ainsi que celles déterminées après prise en compte des pertes de particules dues à la sédimentation. A partir de ces données, nous avons déterminé les coefficients permettant d'estimer la mise en suspension. Les fractions mises en suspension ont été déterminées à partir des données de masses mises en suspension initiales et les valeurs de concentrations numériques initiales ont été obtenues à partir de l'équation III-1.

De la même manière que pour les déversements en fuite, les résultats présentés sont les valeurs moyennes calculées à partir des répétitions des expériences, l'écart-type correspond à la variabilité expérimentale et non à l'incertitude liée à la détermination des masses.

Tableau III-8. Conditions expérimentales et résultats de mise en suspension pour les déversements de poudres sous forme de paquets. [valeur moyenne $\pm 1 \sigma$]

Poudre	Diamètre du verseur (mm)	Surface	Répétitions	Masse de poudre (g)	Masse collectée (g)	Masse mise en suspension (g)	Kmes	C _N (t ₀) (cm ⁻³)
Billes de verre	60	Solide	3	97,997 (1,084)	0,123 (0,010)	0,686 (0,053)	7,001x10 ⁻³ (6,06 x10 ⁻⁴)	124,6 (9,4)
	60	Solide	3	198,031 (2,547)	0,229 (0,014)	1,005 (0,060)	5,073 x10 ⁻³ (2,39x10 ⁻⁴)	245,8 (14,5)
	60	Liquide (Ethanol)	3	100,041 (0,851)	0,064 (0,015)	0,623 (0,144)	6,229x10 ⁻³ (1,46x10 ⁻³)	44,2 (10,2)
	60	Liquide (Ethanol)	3	198,734 (1,909)	0,055 (0,014)	0,456 (0,114)	2,290x10 ⁻³ (5,55x10 ⁻⁴)	45,6 (11,6)
Alumine	60	Solide	3	100,138 (2,023)	0,051 (0,024)	0,750 (0,348)	7,446x10 ⁻³ (3,35x10 ⁻³)	17,6 (8,2)
	60	Solide	3	200,557 (1,359)	0,057 (0,011)	0,742 (0,143)	3,696x10 ⁻³ (6,91x10 ⁻⁴)	24,4 (4,8)
	60	Liquide (Ethanol)	2	102,272 (0,565)	0,053 (0,009)	0,748 (0,122)	7,318 x10 ⁻³ (1,24 x10 ⁻³)	20,2 (3,5)
	60	Liquide (Ethanol)	2	202,185 (0,347)	0,033 (0,018)	0,501 (0,277)	2,479 x10 ⁻³ (1,37 x10 ⁻³)	9,7 (5,5)
Billes de verre	40	Solide	3	99,719 (0,982)	0,196 (0,064)	0,912 (0,298)	9,125 x10 ⁻³ (2,88 x10 ⁻³)	211,9 (69,1)
	40	Solide	3	200,999 (1,488)	0,234 (0,074)	0,957 (0,301)	4,754 x10 ⁻³ (1,48 x10 ⁻³)	267,9 (84,3)
	40	Liquide (Ethanol)	3	101,983 (0,595)	0,041 (0,003)	0,346 (0,025)	3,397 x10 ⁻³ (2,23 x10 ⁻⁴)	35,1 (2,6)
	40	Liquide (Ethanol)	3	200,983 (1,655)	0,055 (0,004)	0,399 (0,029)	1,987 x10 ⁻³ (1,47 x10 ⁻⁴)	53,2 (3,6)
Alumine	40	Solide	3	102,018 (0,919)	0,031 (0,005)	0,332 (0,058)	3,252 x10 ⁻³ (5,64 x10 ⁻⁴)	19,2 (3,2)
	40	Solide	3	202,217 (0,921)	0,040 (0,017)	0,484 (0,201)	2,393 x10 ⁻³ (9,84 x10 ⁻⁴)	20,1 (8,6)
	40	Liquide (Ethanol)	2	103,473 (0,723)	0,046 (0,016)	0,676 (0,240)	6,538 x10 ⁻³ (2,37 x10 ⁻³)	14,6 (5,4)
	40	Liquide (Ethanol)	2	202,682 (0,334)	0,026 (0,006)	0,288 (0,067)	1,420 x10 ⁻³ (3,29 x10 ⁻⁴)	11,7 (2,9)

Analyses statistiques des résultats

Comme nous l'avons fait pour les déversements de type « fuite », les analyses statistiques des résultats expérimentaux ont été réalisées sur les valeurs de fractions mises en suspension et de concentrations numériques à l'aide du logiciel Lumière afin de mettre en

évidence les différents paramètres primaires influents ainsi que les interactions pouvant exister entre ces paramètres. De même, certaines variables (matériau utilisé et surface d'impaction) ont été au préalable codées de façon à pouvoir les prendre en compte comme le montre le tableau III-5 qui présente le codage adopté pour ces variables.

Les résultats de ces analyses statistiques sont présentés dans les tableaux III-9 et III-10, qui nous renseignent sur les contributions des paramètres d'étude et des interactions les plus significatives mises en évidence.

Tableau III-9. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les fractions mises en suspension pour des déversements de type paquet.

Paramètre	Contribution sur Kmes (%)
Paramètres d'étude	
Masse	37,3
Surface	8,4
Diamètre	4,4
Poudre	1,9
Interactions	
Poudre-surface	10,1
Diamètre-poudre	2,7
Résidus statistiques	35,2

Tableau III-10. Résultats de l'analyse statistique effectuée sur les concentrations numériques pour des déversements de type paquet.

Paramètre	Contribution sur C_N (t₀) (%)
Paramètres d'étude	
Masse	1,4
Surface	25,6
Diamètre	0,5
Poudre	40,8
Interactions	
Poudre-surface	20,5
Masse-poudre	1,5
Masse-surface	0,9
Résidus statistiques	8,8

A partir des données statistiques présentées dans les tableaux III-9 et III-10, nous constatons que les paramètres d'étude dont les contributions sont prépondérantes ne sont pas les mêmes selon que l'on s'intéresse aux fractions ou aux concentrations.

Nous allons présenter dans la suite les résultats obtenus en fonction des différents paramètres étudiés suivant leur contribution.

3.2.2.1. Influence de la masse initiale

Afin de déterminer l'effet de ce paramètre sur la mise en suspension, les expériences de chute ont été réalisées en faisant varier la masse de poudre sur 2 niveaux (100 et 200 g).

Les résultats de fractions mises en suspension, présentés dans le tableau III-8, montrent que l'influence de la masse initiale n'est pas tout à fait la même selon la surface d'impaction et le matériau considéré comme l'illustre la figure III-20.

Ainsi, pour des impactions sur surface liquide, les résultats montrent une influence de la masse initiale pour les deux matériaux utilisés avec une diminution des fractions mises en suspension lorsque la masse initiale de poudre augmente avec des facteurs compris entre 0,2 et 0,6 pour des masses de poudres passant de 100 g à 200 g selon le matériau et le diamètre du verseur.

En revanche, pour les impactions sur surface solide, l'effet de la masse initiale n'est pas le même selon le matériau. En effet, les résultats obtenus pour la poudre de billes de verre montrent une influence notable de la masse initiale de poudre sur les fractions mises en suspension avec une diminution de celles-ci lorsque la masse initiale augmente avec des facteurs compris entre environ 0,5 et 0,7 selon le diamètre du verseur. Dans le cas des expériences avec la poudre d'alumine, les résultats ne montrent pas d'influence notable de la masse initiale sur les fractions mises en suspension notamment du fait de la dispersion expérimentale importante observée pour les chutes de 100 g.

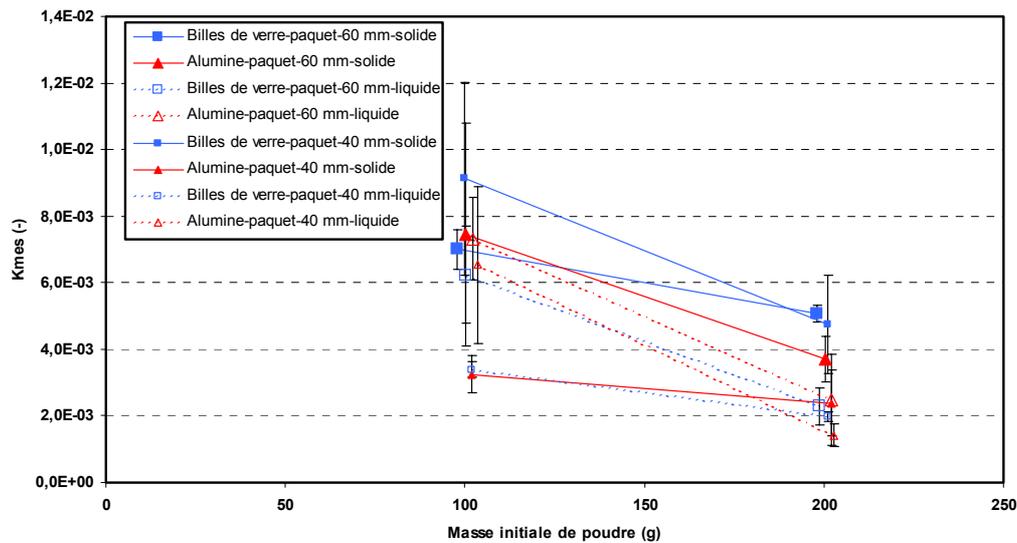


Figure III-20. Effet de la masse initiale de poudre sur les fractions mises en suspension (K_{mes}) obtenues à partir de déversements en paquet.

Les résultats montrent globalement que les fractions mises en suspension tendent à diminuer lorsque la masse initiale de poudre augmente. De plus, cet effet semble être un peu plus marqué dans le cas d'impactions sur surface liquide.

Afin de compléter l'étude de l'influence de ce paramètre, nous allons examiner l'influence de ce paramètre sur les concentrations numériques déterminées à partir des données expérimentales (tableau III-8). Les résultats montrent que l'effet de la masse initiale n'est pas identique selon la surface d'impaction, le matériau considéré et le diamètre de verseur utilisé.

Après avoir présenté l'effet de la masse initiale de poudre sur les fractions mises en suspension (figure III-20) et sur les concentrations numériques, nous allons maintenant nous intéresser à l'influence de ce paramètre en termes de distributions granulométriques des particules émises pour les deux surfaces d'impaction. Pour cela, les figures III-21 et III-22 présentent la comparaison des distributions granulométriques obtenues lors des expériences réalisées sur surface solide avec les deux masses initiales étudiées pour la poudre de billes de verre et la poudre d'alumine respectivement.

Sur la figure III-21, nous pouvons constater que la masse initiale a une influence sur la granulométrie des particules mises en suspension lors de chutes de poudre de billes de verre.

En effet, cette figure montre que la distribution granulométrique des particules tend à être décalée vers des diamètres plus faibles lorsque la masse initiale de poudre augmente. Cet effet, bien qu'un peu moins important, a aussi été constaté pour les expériences réalisées avec le verseur de 40 mm de diamètre.

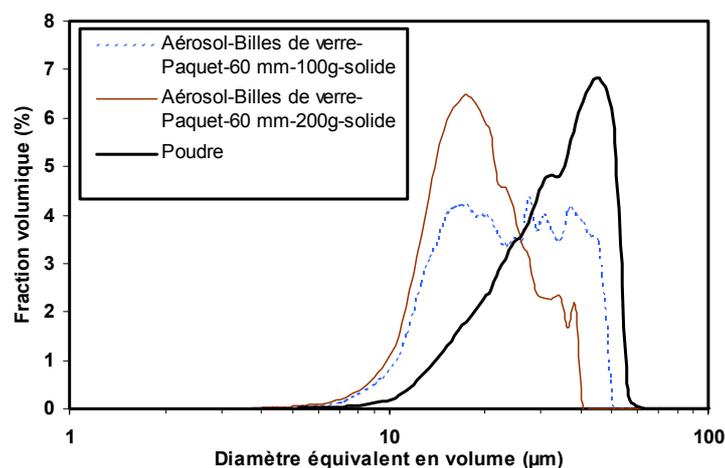


Figure III-21. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 60 mm de 100 g et 200 g de poudre de billes de verre sur une surface solide.

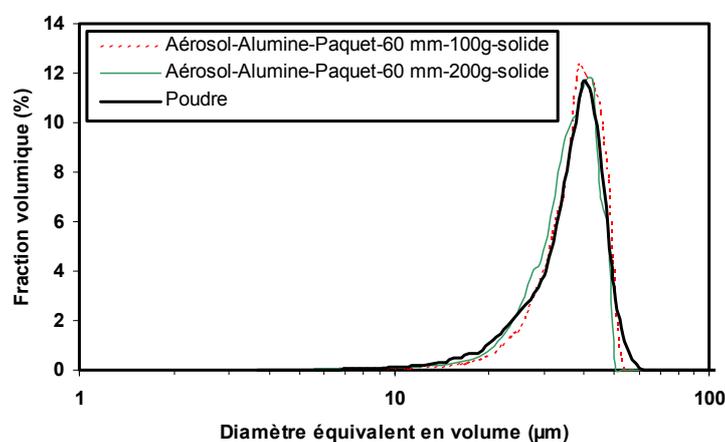


Figure III-22. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 60 mm de 100 g et 200 g de poudre d'alumine sur une surface solide.

Pour la poudre d'alumine, les distributions granulométriques ne montrent pas d'effet de la masse initiale sur la granulométrie des particules mises en suspension comme l'illustre

la figure III-22 qui présente les courbes granulométriques obtenues pour le verseur de 60 mm. Des résultats similaires ont été observés pour le verseur de diamètre égal à 40 mm.

Pour les impactions sur surface liquide, les figures III-23 et III-24 présentent la comparaison des distributions granulométriques obtenues lors des expériences réalisées avec la poudre de billes de verre et la poudre d'alumine respectivement. Les résultats granulométriques ont montré une influence de la masse initiale surtout dans le cas du verseur de 40 mm de diamètre.

Ainsi, sur les figures III-23 et III-24, les distributions granulométriques obtenues montrent une influence très légère de la masse initiale sur les fractions pour des diamètres compris entre 10 et 30 μm avec dans cette gamme des fractions plus élevées dans le cas de chutes de 200 g. Pour le verseur de 60 mm, les résultats n'ont pas montré d'influence notable de la masse initiale de poudre sur les distributions granulométriques des particules mises en suspension.

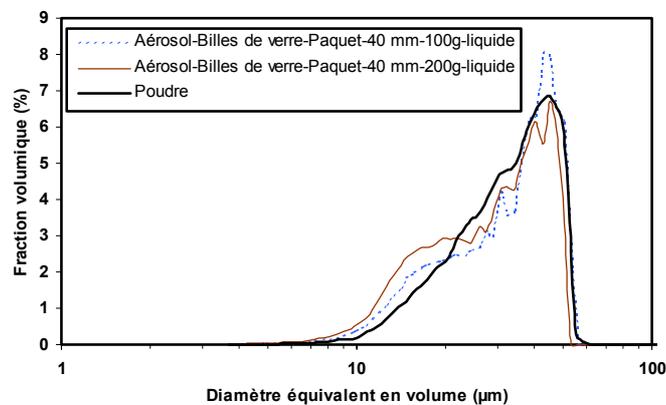


Figure III-23. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 40 mm de 100 g et 200 g de poudre de billes de verre sur une surface liquide.

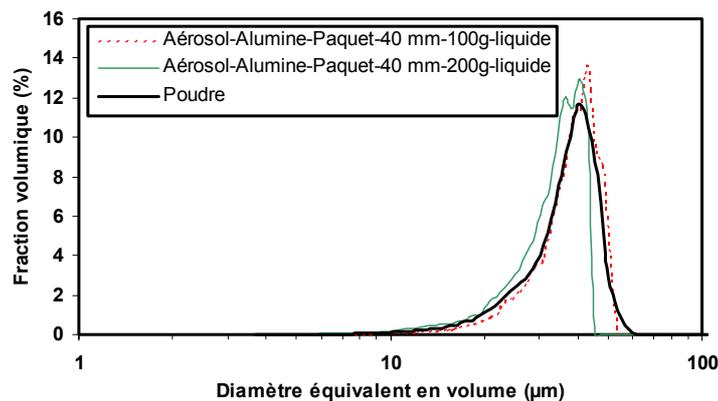


Figure III-24. Distributions granulométriques des aérosols produits lors de déversements de type « paquet » de diamètre 40 mm de 100 g et 200 g de poudre d'alumine sur une surface liquide.

De plus, les figures III-21 à III-24 montrent que les aérosols mis en suspension ont des distributions plus ou moins différentes de celles des poudres dont ils sont issus selon la surface d'impaction considérée.

Au cours des paragraphes précédents, nous avons présenté l'influence de la masse initiale de poudre sur la mise en suspension. Les résultats ont montré que la masse avait un effet plus ou moins important sur les coefficients de mise en suspension selon la surface d'impaction et le matériau considéré. Ainsi, nous avons pu constater que les fractions diminuent avec l'augmentation de la masse et que les concentrations tendent à augmenter.

Les résultats que nous avons obtenus en termes de fractions sont en accord avec certains de ceux trouvés dans la littérature pour ce type de déversement (Davies *et al.*, 1988 ; Gensdarmes *et al.*, 2004) même si quantitativement les valeurs ne sont pas identiques. En effet, comme nous l'avons présenté au paragraphe I-3, il a été constaté dans des études antérieures le même effet de l'augmentation de la masse de poudre.

En termes de concentrations numériques, Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) ont montré, pour des chutes de poudres d'alumine, que l'augmentation de la masse initiale de poudre conduisait à une augmentation des concentrations particulières dans l'enceinte.

Dans la littérature, nous n'avons relevé que peu d'études proposant des données de granulométries des aérosols mis en suspension pour ce paramètre. Ainsi, Sutter *et al.* (1981 et 1982) ont observé une augmentation du diamètre médian de l'aérosol mis en suspension lorsque la masse initiale augmente. Néanmoins, leurs résultats montrent que les particules mises en suspension se trouvent sous forme d'agglomérats car celles-ci ont des granulométries très supérieures à celles des poudres d'origine. Ceci met en évidence que, dans le cas de poudres très fines, les particules ne se dispersent pas sous forme individualisée du fait des interactions interparticulaires élevées. De plus, cet effet peut aussi être dû à la technique de marquage de la poudre à l'aide d'un traceur fluorescent, ajouté préalablement à la poudre sous forme liquide. L'échantillon étant ensuite séché, cela peut modifier les interactions interparticulaires.

3.2.2.2. Influence de la surface d'impaction

Les résultats de fractions mises en suspension, regroupés dans le tableau III-8, montrent un effet de la surface d'impaction qui est différent selon la poudre et le diamètre du verseur considérés comme l'illustre la figure III-25.

Dans le cas des expériences réalisées avec la poudre de billes de verre, les résultats montrent que, pour le verseur de diamètre égal à 60 mm, il y a une influence de la surface d'impaction uniquement dans le cas de chutes de masse initiale égale à 200 g (facteur de l'ordre de 2,2) avec une augmentation de la fraction mise en suspension lorsque l'impaction est réalisée sur une surface solide. Aucun changement de comportement n'est observé pour les chutes de 100 g. Dans le cas des déversements réalisés à l'aide du verseur de 40 mm de diamètre, les résultats montrent une influence notable de la surface d'impaction avec une diminution des fractions mises en suspension lorsque l'impact se produit sur une surface liquide et ce quelle que soit la masse initiale de poudre employée (facteurs compris entre 2,4 et 2,7).

Pour les expériences réalisées avec la poudre d'alumine, les résultats ne montrent pas d'influence notable de la surface d'impaction.

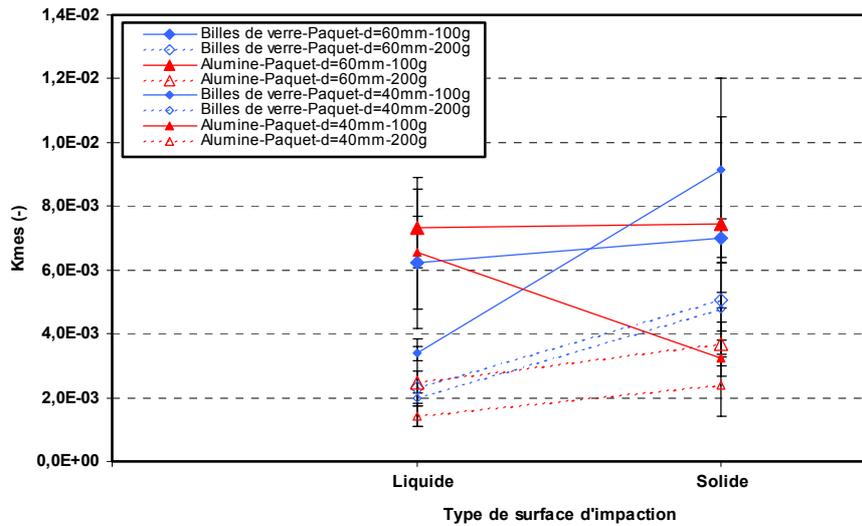


Figure III-25. Effet de la surface d'impaction sur les fractions mises en suspension (K_{mes}) obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en paquet.

Sur la figure III-26, nous représentons les résultats de mise en suspension exprimés en termes de concentrations numériques. Les résultats montrent que l'effet de la surface d'impaction n'est pas le même selon le matériau considéré.

Les résultats obtenus pour la poudre de billes de verre montrent une influence notable de la surface d'impaction quels que soient la masse initiale de poudre et le diamètre du verseur considéré avec des concentrations supérieures lorsque la poudre impacte une surface solide. Néanmoins, l'effet de ce paramètre est un peu plus important dans le cas du verseur de diamètre égal à 40 mm, avec des facteurs de l'ordre de 5,04 à 6,04 selon la masse initiale, que pour le verseur de 60 mm avec dans ce cas des facteurs compris entre 2,82 et 5,39 pour des masses initiales de 100 et de 200 g respectivement.

Pour la poudre d'alumine, les résultats ne montrent pas d'influence notable de la surface d'impaction.

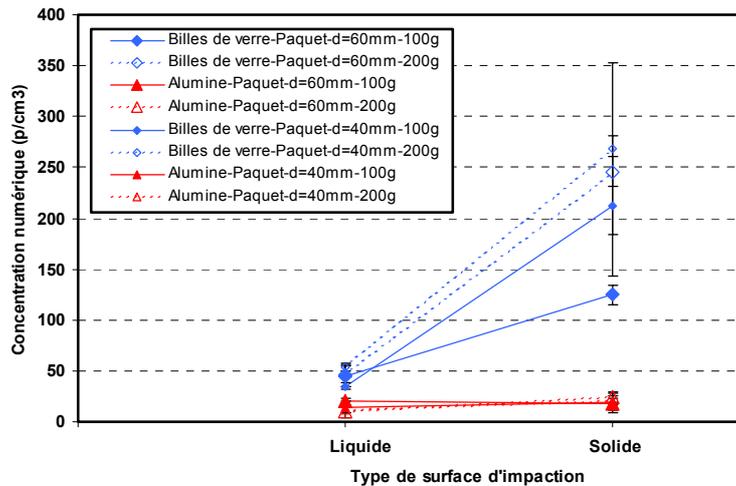


Figure III-26. Effet de la surface d'impaction sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues pour les deux poudres étudiées à partir de déversements en paquet.

Ainsi, lorsqu'il y a un effet de la surface, les résultats de la figure III-26 montrent que le changement de surface d'impaction conduit à une diminution de la concentration numérique lorsque l'impaction se produit sur la surface liquide.

Comme nous l'avons fait pour les déversements de type fuite, la comparaison des résultats obtenus sur les deux types de surface d'impaction permet de déterminer la part de chacun des mécanismes, écoulement et impact, sur la mise en suspension. Ainsi, pour la poudre de billes de verre, la mise en suspension lors du trajet dans l'air représente environ 16 à 35 % de la mise en suspension totale pour les verseurs de 40 et 60 mm respectivement. Pour la poudre d'alumine, les résultats montrent que la mise en suspension lors de l'écoulement représente entre 39 et 100 % suivant le verseur et la masse initiale de poudre considérés avec, dans ce cas, un effet de l'impact plus important lorsque la masse initiale augmente. Les résultats montrent que, comme nous l'avons supposé, les deux phénomènes sont générateurs de particules avec une influence de la phase d'impaction plus importante pour la poudre de billes de verre.

Nous allons maintenant exposer l'influence de la surface d'impaction en termes de distributions granulométriques pour chaque matériau. Nous présentons ci-après les résultats granulométriques obtenus dans le cas où les déversements ont été réalisés avec le verseur de

diamètre égal à 60 mm ; des influences similaires ont été observées pour le diamètre de 40 mm.

Pour la poudre de billes de verre, les distributions granulométriques, présentées sur les figures III-27 et III-28, montrent une influence notable de la surface d'impaction avec un décalage de la distribution vers des diamètres plus élevés lorsque l'impact se produit sur une surface liquide et aussi une modification de la forme de la granulométrie.

Pour la poudre d'alumine, les distributions granulométriques n'ont pas montré d'influence particulière de la surface d'impaction sur l'aérosol mis en suspension et ce quelle que soit la masse initiale de poudre utilisée comme l'illustre la figure III-29 qui présente les courbes granulométriques obtenues pour les masses initiales de 100 g.

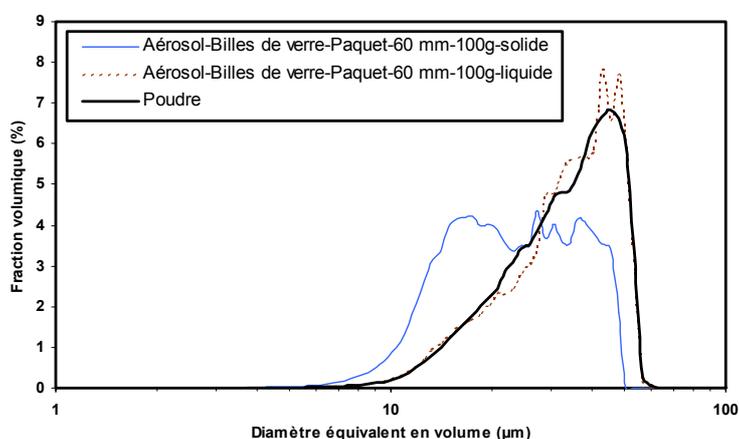


Figure III-27. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 100 g de poudre de billes de verre sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements de paquets de 60 mm de diamètre.

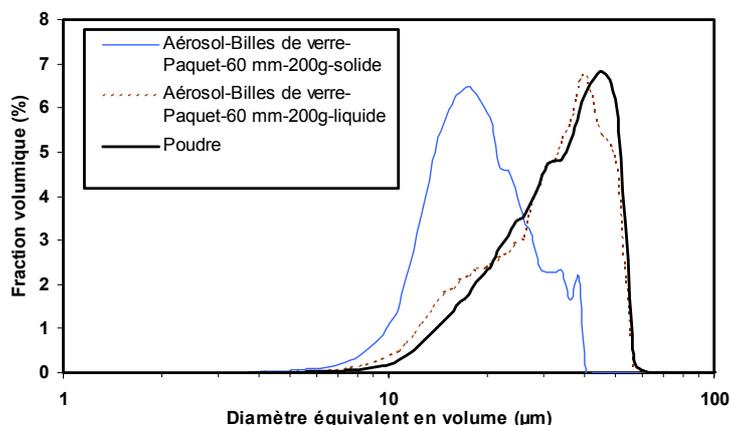


Figure III-28. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 200 g de poudre de billes de verre sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements de paquets de 60 mm de diamètre.

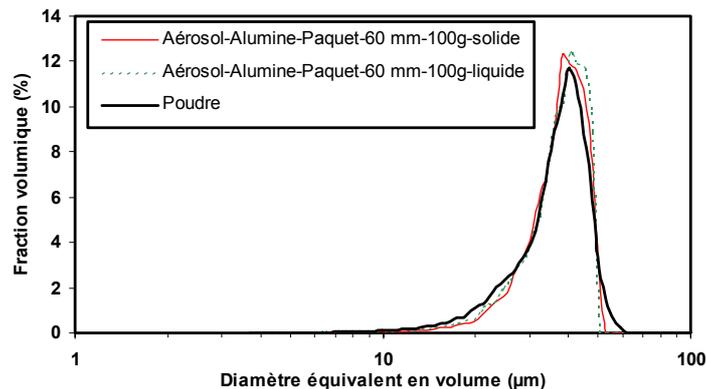


Figure III-29. Distributions granulométriques des aérosols émis lors de chutes de 100 g de poudre d'alumine sur les deux surfaces d'impaction pour des déversements de paquets de 60 mm de diamètre.

Sur les figures III-27 à III-29, où nous avons reporté les distributions des matériaux d'origine, les courbes montrent d'une part, que les aérosols de billes de verre mis en suspension sont différents en taille de la poudre lors d'impaction sur surface solide mais les distributions tendent à être similaires lorsque l'impaction a lieu sur une surface liquide, et d'autre part, que dans le cas de la poudre d'alumine les particules mises en suspension sont relativement proches de la granulométrie de la poudre dont elles sont issues, quelle que soit la nature de la surface d'impact.

Comme nous l'avons vu au cours de la partie sur l'état de l'art, les seuls travaux relevés dans la littérature ayant étudié l'effet de la surface sur laquelle vient s'impacter la poudre à la fin de l'écoulement, sont ceux réalisés par Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) pour des poudres d'alumine. Nous rappelons que dans ces études la mise en suspension a été estimée en termes de concentrations numériques.

Bien que nos résultats ne soient pas quantitativement similaires à ceux constatés dans les études précédentes, nous pouvons tout de même comparer les tendances que nous avons observées au cours de notre étude à celles mises en évidence dans la littérature. Ainsi, il apparaît que l'utilisation d'une surface liquide pour réaliser l'impaction réduit la concentration de particules émises lors du phénomène de chute pour la poudre de billes de verre. De plus, les particules sont mises en suspension au cours de la chute du paquet de poudre ainsi qu'au moment de son impact au sol.

3.2.2.3. Influence du diamètre du verseur

Nous rappelons que, pour ce type de déversement, la variation du diamètre du verseur conduit à une variation de la surface du front du paquet et ainsi à une variation des caractéristiques géométriques du paquet de poudre (section, hauteur) et, par là même, à une variation de la surface totale de poudre exposée à l'air et aux frottements.

Les résultats du tableau III-8 montrent que le diamètre du verseur influe peu sur les fractions mises en suspension.

Ainsi, pour la poudre de billes de verre, les résultats montrent que la variation du diamètre du verseur n'a d'effet que dans le cas de chutes sur surface liquide effectuées avec une masse initiale égale à 100 g avec des fractions mises en suspension supérieures dans le cas des paquets de 60 mm.

Dans le cas des expériences réalisées avec la poudre d'alumine, les résultats ne montrent pas d'influence du diamètre du verseur

Pour les concentrations numériques de particules produites lors des chutes, les résultats montrent que le diamètre du verseur a assez peu d'effet par rapport au nombre de particules émises. En effet, les résultats ne montrent qu'une très légère influence du diamètre du verseur dans le cas de chutes de 100 g de poudre de billes de verre avec une diminution de la concentration lorsque le diamètre diminue (facteur d'environ 1,7 entre les deux diamètres).

Les résultats granulométriques obtenus n'ont montré qu'une très faible influence du diamètre du verseur avec des distributions très similaires pour les deux diamètres de paquets.

Rappelons que, pour ce type de déversement, la revue bibliographique réalisée n'a pas permis d'identifier de travaux ayant déterminé l'influence d'une variation du diamètre du verseur sur les fractions mises en suspension. Les seules études recensées sont celles réalisées par Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) qui ont regardé l'influence de ce paramètre sur les concentrations numériques de particules mises en suspension dans le cas de chute de poudre d'alumine. Les auteurs ont observé que les concentrations tendent à augmenter légèrement lorsque le diamètre du verseur utilisé augmente. Ainsi, nos résultats sont en

accord avec ceux de ces études dans le cas des chutes de poudre d'alumine, mais pas pour la poudre de billes de verre pour laquelle un effet inverse de la variation du diamètre est observé. De plus, les résultats granulométriques présentés dans ces études n'ont pas montré d'effet particulier de ce paramètre sur les distributions des particules mises en suspension contrairement à ce que nous avons pu constater.

3.2.2.4. Influence du type de poudre

Nous allons maintenant présenter les résultats obtenus pour les deux matériaux utilisés dans notre étude pour réaliser les chutes de poudre sous forme de paquet.

Les fractions massiques mises en suspension obtenues montrent assez peu d'effet de la nature de la poudre. En effet, les résultats montrent que les fractions mises en suspension obtenues sont assez similaires pour les deux poudres étudiées avec des facteurs variant entre 0,9 et 2,8 pour les impactions sur la surface solide et des facteurs compris entre 0,5 et 1,4 dans le cas des chutes sur surface liquide.

Les résultats exprimés en termes de concentrations numériques, tels qu'ils sont présentés sur la figure III-30, montrent dans ce cas une influence notable du type de poudre avec néanmoins des écarts plus ou moins importants selon le type de surface sur laquelle se produit l'impaction. En effet, la figure III-30 montre que la poudre de billes de verre conduit à des concentrations particulières plus importantes que la poudre d'alumine pour des chutes dans les mêmes conditions. Néanmoins, les résultats montrent aussi que l'écart entre les deux poudres lors de chutes sur une surface liquide est beaucoup moins important que lors de l'impaction sur une surface solide. Nous pouvons dès lors dire que les différences existantes entre nos deux matériaux jouent un rôle plus important au moment de l'impact qu'au cours de l'écoulement dans l'air et qu'une part importante des particules est mise en suspension lors de l'impact au sol.

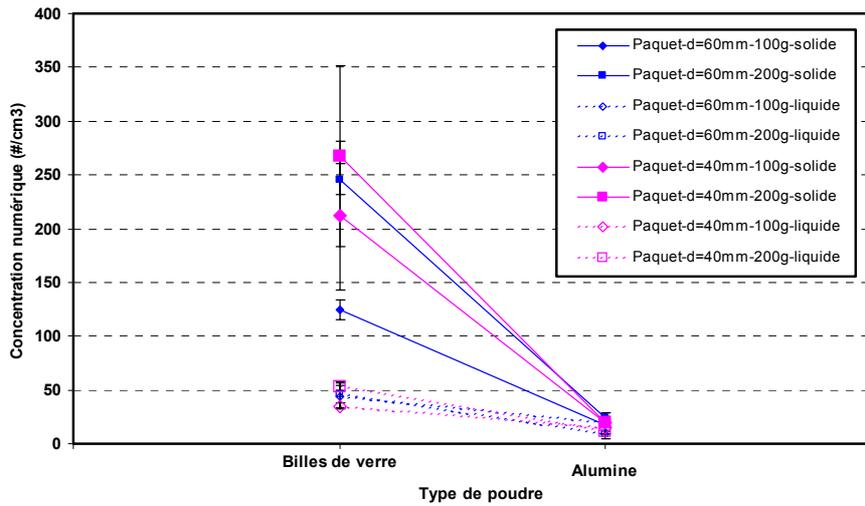


Figure III-30. Effet de la nature de la poudre sur les concentrations numériques totales de particules émises obtenues à partir de déversements en paquet.

Après avoir présenté les résultats obtenus pour les coefficients de mise en suspension et l'influence de la nature du matériau sur ceux-ci, nous allons maintenant examiner l'influence de ce paramètre sur les distributions granulométriques des aérosols mis en suspension lors des chutes. Ainsi, pour les impactions sur surface solide, les résultats granulométriques obtenus montrent un écart entre les deux poudres par rapport aux aérosols mis en suspension, comme l'illustre la figure III-31, avec des particules de diamètre plus important dans le cas de la poudre d'alumine que pour la poudre de billes de verre. Les mêmes observations ont été faites pour des masses initiales de poudre égales à 100 g ainsi que pour le verueur de 40 mm de diamètre.

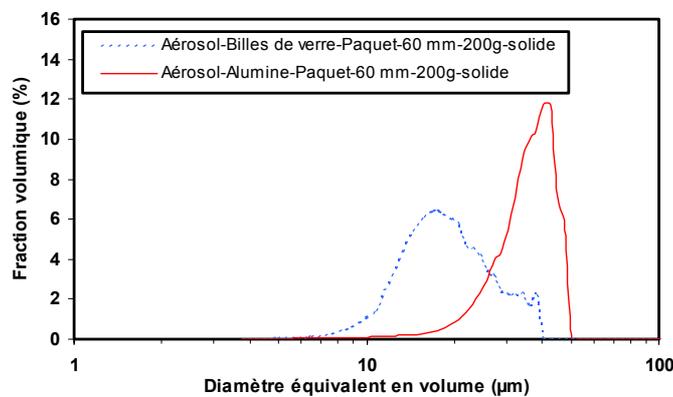


Figure III-31. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en paquet (diamètre de 60 mm) pour des impactions sur surface solide dans le cas de chutes de 200 g.

En revanche, lors des impactions réalisées sur surface liquide, la figure III-32 montre que les distributions des particules mises en suspension sont différentes entre les deux matériaux étudiés. Néanmoins, dans ce cas, celles-ci tendent à être un peu plus similaires, avec des diamètres modaux proches, que lorsque la poudre impacte une surface solide. De même que pour les impactions sur surface solide, des observations semblables ont été faites pour des masses initiales de poudre égales à 100 g ainsi que pour le verseur de 40 mm de diamètre.

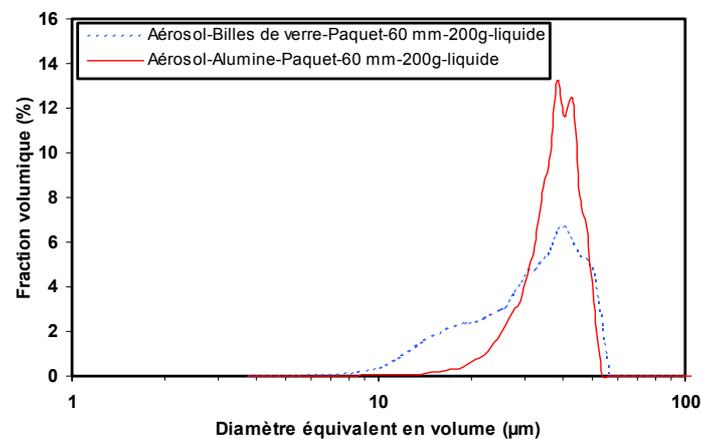


Figure III-32. Comparaison des distributions granulométriques des aérosols mis en suspension obtenues pour les deux poudres par déversement en paquet (diamètre de 60 mm) pour des impactions sur surface liquide dans le cas de chutes de 200 g.

Les résultats que nous avons obtenus montrent que le type de matériau a une influence sur la mise en suspension avec une dispersion supérieure pour la poudre de billes de verre. De plus, nous avons pu constater que les écarts en termes de concentrations numériques sont plus importants lorsque l'impaction a lieu sur une surface solide. Ces effets peuvent être explicités d'une part, par les diverses propriétés de nos matériaux et notamment par la cohésion de ceux-ci, et d'autre part, par les effets aérauliques dus à la chute des paquets de poudres.

Ainsi, comme nous l'avons vu pour les déversements de type « fuite », la cohésion de la poudre de billes de verre est inférieure à celle de la poudre d'alumine ce qui peut expliquer que celle-ci se mette moins en suspension, car les forces de liaison interparticulaire à vaincre sont plus importantes que dans le cas de la poudre de billes de verre. De plus, la masse

volumique apparente peut aussi dans ce cas avoir un effet, car celle-ci va modifier les propriétés géométriques des paquets. Ainsi, pour deux matériaux, Sutter *et al.* (1981 et 1982) ont mis en évidence une diminution de la mise en suspension lorsque la masse volumique apparente augmente.

Par ailleurs, la porosité peut avoir une influence sur le comportement du paquet lors de sa chute. Au cours de la chute, une surpression se crée au niveau du front de poudre du fait de la pénétration du paquet dans l'air. Cette surpression va induire la pénétration de l'air au sein de la poudre et la dilatation du front. Ce phénomène sera d'autant plus important que la porosité est élevée. Ceci a été constaté lors de nos expériences où nous avons observé que les paquets de poudre d'alumine étaient plus dilatés que ceux composés de billes de verre comme l'illustrent les photographies de la figure III-33.

Sur cette figure, nous observons que le comportement lors de l'impact est assez similaire pour les deux poudres avec un étalement du paquet sur la surface. Néanmoins, les clichés montrent que cet effet d'étalement est plus important dans le cas de la poudre de billes de verre. En effet, les clichés de la figure III-33 montrent que le tas restant à la fin de la chute est moins important et que le nuage formé après l'impact se développe plus dans le cas de la poudre de billes de verre. Ce comportement peut être dû à la fois à l'effet de la cohésion de la poudre, mais aussi à la forme des particules qui la constituent. Ceci peut expliquer que pour la poudre de billes de verre la mise en suspension soit légèrement plus élevée.

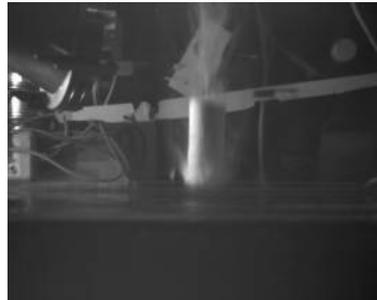
	Billes de verre	Alumine
Avant l'impact		
A la fin de l'impact		
Après l'impact – développement du nuage de particules		
Vue de dessus		
Agrandissement de la zone d'impact		

Figure III-33. Comportement des matériaux lors de l'impact au niveau de la surface solide.

3.2.2.5. Prise en compte de plusieurs des paramètres

Comme nous l'avons fait auparavant pour les déversements en « fuite », pour aller plus avant dans l'interprétation de nos données, nous avons tenté de relier nos résultats expérimentaux à des variables prenant en compte plusieurs de nos paramètres d'étude. Ainsi, des variables telles que le débit d'air induit et la surface de poudre exposée à l'air environnant, déterminée par $S_{poudre} = [V_{total}\pi D/Section] + 2Section$, permettent d'expliquer les effets observés en termes de fractions massiques et de concentrations numériques comme cela est respectivement illustré par les figures III-34 et III-35.

Ainsi, le débit d'air induit, déterminé à partir de la relation I-30 en assimilant les chutes sous forme de paquet à des chutes massives, est similaire pour les deux matériaux, car celui-ci est fonction de la section de l'écoulement et de la vitesse initiale. Ce qui implique que pour un même verseur, et en prenant une vitesse initiale nulle, les valeurs pour les deux matériaux sont identiques avec des valeurs de 6,6 et 14,9 L/s pour le verseur de diamètre égal à 40 mm et celui de 60 mm respectivement. Ceci permet d'expliquer le peu d'écart constaté, en termes de fractions massiques mises en suspension, entre les deux matériaux pour ce type de déversement. Les faibles écarts observés entre les deux matériaux testés peuvent être expliqués par la surface de poudre exposée qui est légèrement supérieure pour la poudre de billes de verre par rapport à la poudre d'alumine comme l'illustre la figure III-34.

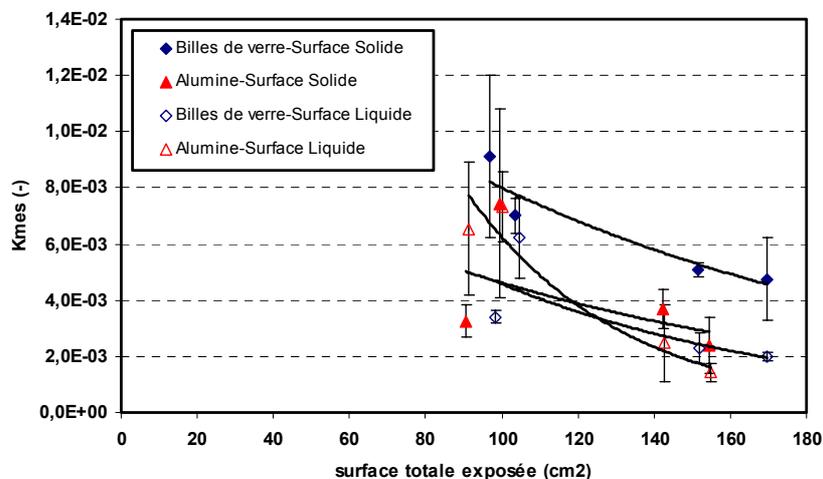


Figure III-34. Influence de la surface de poudre exposée sur les fractions massiques mises en suspension pour des déversements de poudres sous forme de paquet.

Pour les résultats obtenus en termes de concentrations numériques, le débit d'air induit ne permet pas d'expliciter les écarts constatés entre nos deux matériaux car nous avons vu que dans ce cas les concentrations sont supérieures pour la poudre de billes de verre, surtout pour les impactions sur surface solide.

En revanche, la surface de poudre exposée à l'air au cours de la chute des paquets permet d'expliquer l'écart entre les deux matériaux. Ainsi, pour une même masse initiale la poudre de billes de verre offre, du fait de sa masse volumique plus faible, une surface légèrement plus importante que la poudre d'alumine, comme le montre la figure III-35, ce qui se traduit par un nombre de particules mises en suspension légèrement supérieur dans le cas des chutes sur surface liquide. Par contre, l'écart plus important constaté pour les impactions sur surface solide ne peut être expliqué uniquement par la différence de surface exposée. En effet, dans ce cas-là, les propriétés des matériaux (cohésion, porosité) et des particules (forme et masse volumique absolue) ainsi que le débit d'air induit, peuvent avoir une influence sur la mise en suspension au moment ainsi que juste après l'impact du paquet de poudre.

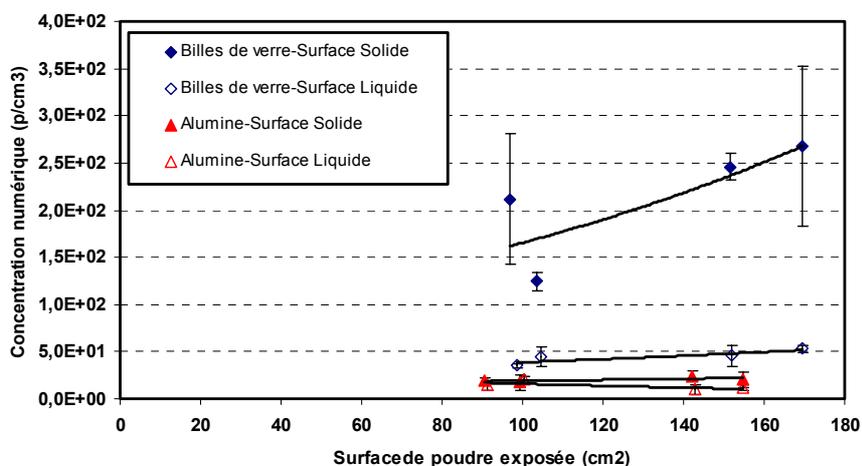


Figure III-35. Influence de la surface de poudre exposée sur les concentrations numériques mises en suspension pour des déversements de poudres sous forme de paquet.

3.2.2.6. Conclusions sur le mode de déversement en paquet

Pour les déversements de poudre réalisés sous forme de paquets, les résultats de mise en suspension obtenus au cours de notre étude varient, toutes configurations confondues, entre environ $1,4 \times 10^{-3}$ ($\pm 3,3 \times 10^{-4}$) et $9,1 \times 10^{-3}$ ($\pm 2,9 \times 10^{-3}$) pour les fractions massiques et entre 10 (± 6) et 268 (± 84) particules/cm³ pour les concentrations numériques.

Afin de résumer les principaux résultats que nous avons obtenus lors de notre étude portant sur des chutes de poudres réalisées sous forme de paquet, nous présentons ci-après une liste de ceux-ci permettant de synthétiser les effets observés pour les divers paramètres étudiés :

- Pour les fractions mises en suspension, les paramètres prépondérants dégagés au cours de notre étude expérimentale sont la masse initiale de poudre, avec des fractions mises en suspension plus faibles lorsque la masse initiale augmente, et la surface sur laquelle se produisent les impactions avec des fractions massiques plus élevées pour des impactions sur surface solide que sur surface liquide. Les autres paramètres, que sont le type de poudre et le diamètre du verseur, n'ont pas été vus comme ayant des influences très importantes.
- Pour les résultats de concentrations numériques les paramètres d'étude prépondérants, dans ce cas, sont la nature de la poudre, avec des valeurs de concentrations supérieures pour la poudre de billes de verre par rapport à celles de la poudre d'alumine, et la masse initiale de poudre avec des concentrations qui augmentent lorsque la masse initiale augmente. De plus, les résultats ont montré que l'influence de la surface d'impaction se traduisait par une diminution de la concentration numérique lorsque l'impaction se produit sur la surface liquide.
- En ce qui concerne les distributions granulométriques des aérosols mis en suspension, les résultats ont montré que celles-ci étaient différentes entre les deux matériaux testés avec des particules de diamètres moins élevés pour la poudre de billes de verre que pour la poudre d'alumine, et ce surtout pour des impacts sur surface solide. De plus, les résultats ont aussi montré que le type de surface d'impaction a une influence qui est dépendante du matériau avec un décalage des distributions vers des diamètres plus importants lorsque l'impaction a lieu sur la surface liquide dans le cas de la poudre de billes de verre mais pas pour la poudre d'alumine. Par ailleurs, l'influence de la masse initiale a été vue comme étant différente selon la surface d'impaction et le matériau considéré avec un effet de décalage vers des particules de diamètres plus faibles

lorsque la masse initiale augmente surtout dans le cas de poudre de billes de verre impactant sur une surface solide. De plus, nous avons pu constater que les distributions des aérosols différaient de celles des poudres dont ils sont issus et ceci surtout dans le cas de la poudre de billes de verre.

- Les visualisations effectuées au cours des expériences nous ont permis de constater que la phénoménologie des chutes de poudres sous forme de paquet est en bon accord avec celle décrite auparavant dans la littérature au cours des études réalisées par Heitbrink (1990) et Heitbrink *et al.* (1990) comme nous l'avons exposé au cours de la partie I-3. Néanmoins, quelques différences ont tout de même été observées entre les deux matériaux notamment au cours de l'écoulement (effet de l'air au niveau du front de poudre) mais aussi au moment de l'impaction (tas formé dans les deux cas mais de hauteur différente). En effet, pendant leur chute dans l'air, les paquets constitués de poudre d'alumine avaient tendance à être plus « disloqués » au niveau du front que ceux de poudre de billes de verre. Il a ainsi été observé une dilatation du front plus importante pour les paquets de poudre d'alumine que pour les paquets de poudre de billes de verre. Ceci peut être dû aux propriétés de la poudre car, lorsque celle-ci est poreuse, la surpression créée au niveau du front du paquet peut être plus facilement éliminée du fait de la pénétration de l'air à l'intérieur du paquet. Ceci peut entraîner alors une dilatation du front qui va être d'autant plus importante que la porosité est élevée.

3.2.3. Comparaison des deux modes de déversements

Pour terminer cette partie, nous proposons dans la suite une comparaison des deux modes de déversements investigués au cours de notre étude afin d'apprécier la prépondérance de chacun d'eux selon le matériau utilisé. Pour cela, nous présentons les résultats déterminés après regroupement des valeurs obtenues pour chaque diamètre car, comme nous l'avons vu, il s'agit du paramètre le moins prépondérant. Les figures III-36 et III-37 présentent les résultats ainsi déterminés pour les fractions massiques et les concentrations numériques mises en suspension respectivement.

Sur la figure III-36, les fractions mises en suspension obtenues montrent que d'une manière générale les valeurs diminuent lorsque la masse initiale de poudre augmente et ce quelle que soit la surface d'impaction.

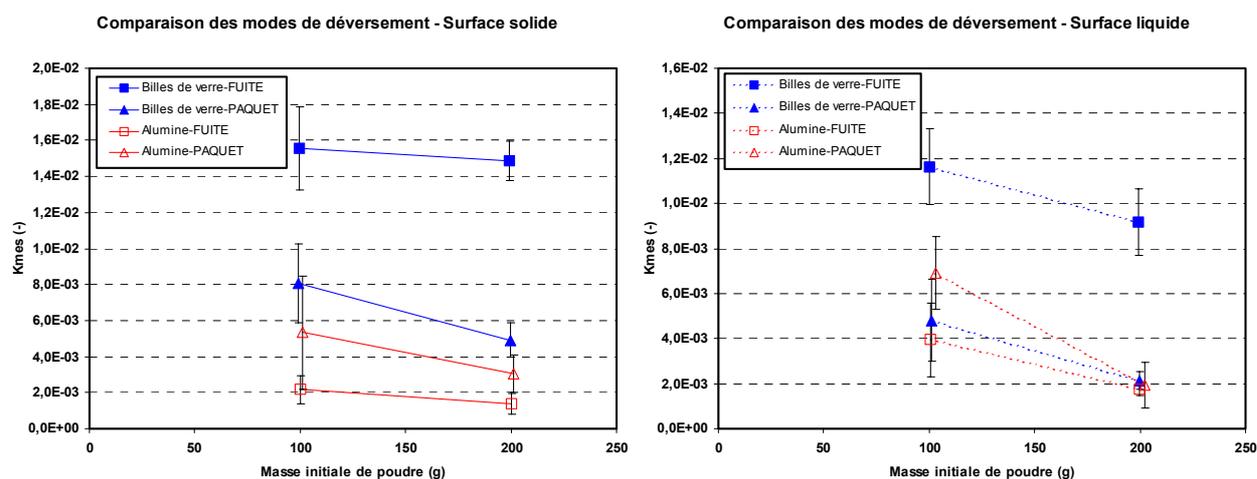


Figure III-36. Comparaison des modes de déversements et des types de poudres pour des impactions sur surface solide (à gauche) et sur surface liquide (à droite).

Par ailleurs, nous constatons sur cette figure que la prédominance d'un des modes de déversement n'est pas la même selon la poudre utilisée pour la réalisation des expériences. En effet, les résultats montrent que dans le cas de la poudre de billes de verre, les résultats obtenus pour des déversements en fuite sont supérieurs à ceux des déversements sous forme de paquet. En revanche, pour la poudre d'alumine les résultats sont inversés avec des valeurs supérieures dans le cas de déversements en paquet, mais les écarts sont dans ce cas moins importants. Cet effet inverse du mode de déversement est accord avec la littérature et a été observé auparavant par Davies *et al.* (1988) pour de la poudre de silice et de la poudre de craie respectivement. De même, des écarts plus ou moins importants entre les deux modes de versement ont été constatés.

En revanche, sur la figure III-37, les résultats de concentrations numériques ne montrent pas cette inversion avec dans ce cas des valeurs supérieures pour les déversements en fuite pour les deux matériaux et les deux surfaces d'impaction.

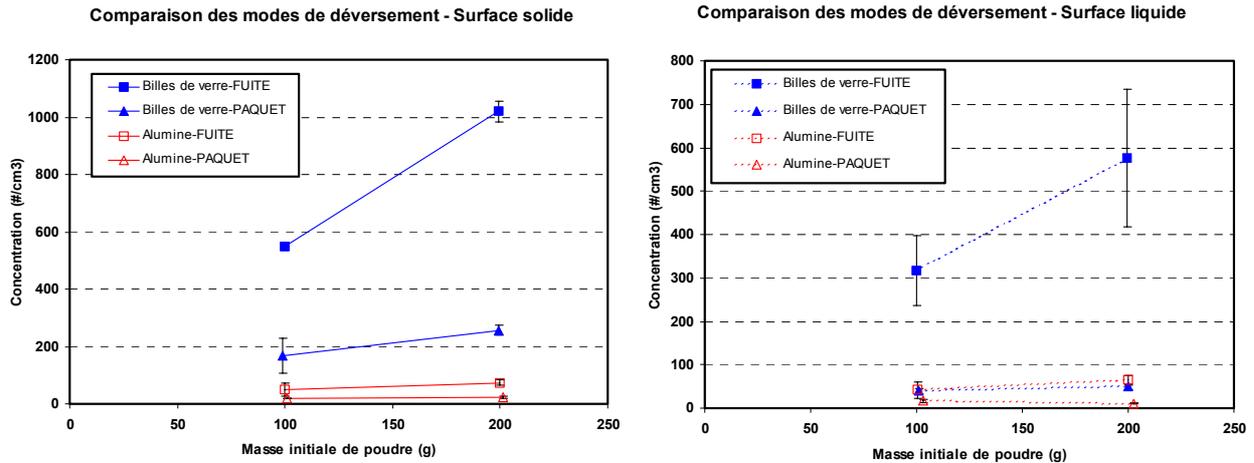


Figure III-37. Comparaison des modes de déversements et des types de poudres pour des impactions sur surface solide (à gauche) et sur surface liquide (à droite).

Comme nous l'avons vu auparavant, les résultats obtenus peuvent être expliqués par des effets d'entraînement de l'air environnant la chute ainsi que par les propriétés des poudres. Ainsi, dans le cas de déversement de type fuite, l'air est entraîné en moins grande quantité lors de chute de poudre d'alumine que dans le cas de la poudre de billes de verre (Cooper et Arnold, 1995). Cet air peut aussi pénétrer à l'intérieur de la colonne de poudre lors de son écoulement et être éjecté au moment de l'impact. Ceci va contribuer à la séparation des particules et ainsi à leur mise en suspension. Dans le cas de déversement en « paquet », l'entraînement d'air est lié à la vitesse et à la section du paquet de poudre ; ceci explique donc les résultats de mise en suspension similaires observés pour les deux poudres. De plus, ces résultats peuvent aussi être liés au fait que, dans le cas de déversement en « paquet », les deux poudres forment un tas au bas de l'écoulement. En revanche, pour des chutes de type « fuite », seule la poudre d'alumine forme un tas. La formation de ce tas peut être à l'origine d'une diminution de l'effet de l'impact et ainsi limiter la mise en suspension comme cela a été observé par Plinke *et al.* (1991) du fait de la diminution des forces de séparation mises en jeu.

Pour comparer les distributions granulométriques des aérosols mis en suspension, à titre illustratif, la figure III-38 présente quelques-unes des courbes obtenues les plus significatives. Les graphiques de cette figure nous permettent de mettre en évidence l'influence du mode de déversement et de la nature de la surface d'impaction sur la distribution granulométrique de l'aérosol mis en suspension au cours des chutes pour chacune

des poudres. Ainsi, nous constatons que, pour la poudre de billes de verre, les distributions granulométriques obtenues sont différentes selon les modes de déversement. Dans le cas du paquet, nous pouvons observer que lorsque l'impaction se produit sur une surface liquide, les particules émises ont une distribution granulométrique proche de celle de la poudre initiale.

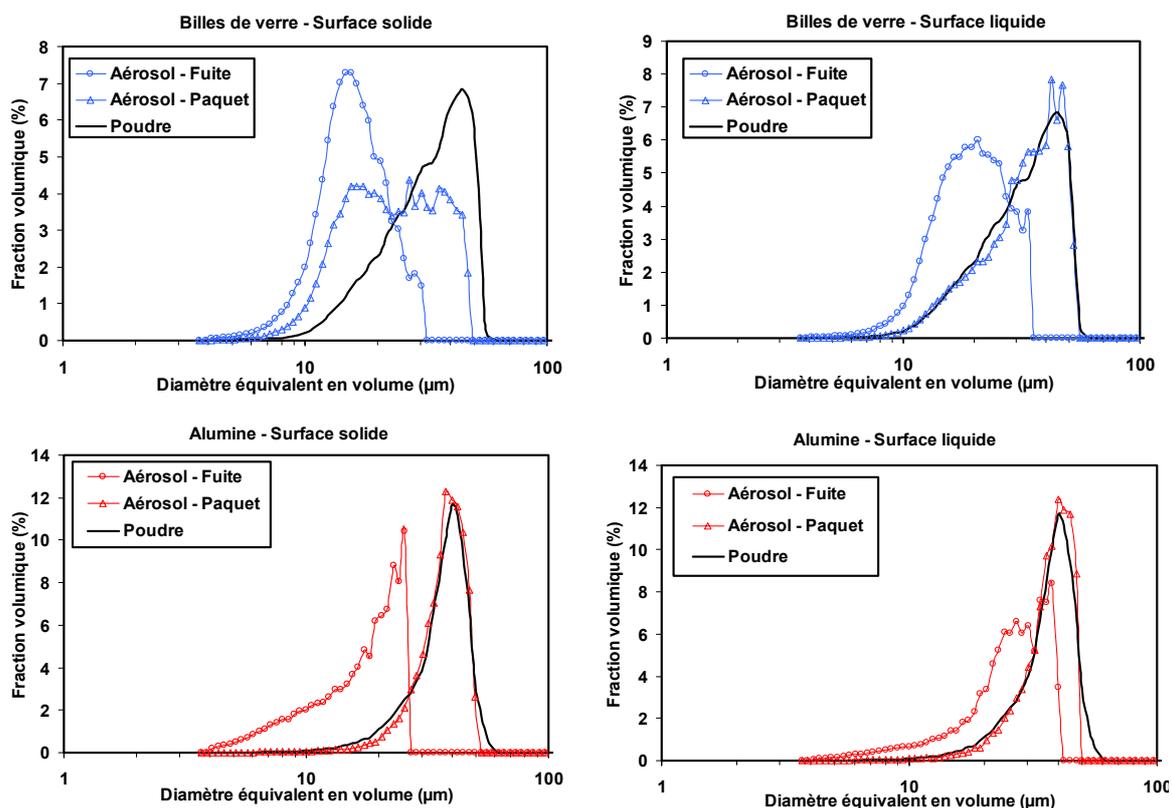


Figure III-38. Comparaison des distributions granulométriques obtenues pour les deux poudres selon le mode de déversement pour des impacts sur surface solide (à gauche) et sur surface liquide (à droite).

Pour la poudre d'alumine, les graphiques de la figure III-38 montrent également que les distributions granulométriques sont différentes selon le mode de déversement utilisé. Nous pouvons aussi voir que, pour cette poudre, les distributions granulométriques des aérosols tendent à être similaires à celle de la poudre initiale lors de chutes de type paquet et ceci pour les deux surfaces. Dans le cas des fuites, cette tendance est uniquement observée pour des impacts sur surface liquide.

3.2.4. Conclusions sur l'étude paramétrique

Nous avons vu, au cours de cette partie, l'influence des divers paramètres retenus pour notre étude, suivant le mode de déversement de la poudre, sur les coefficients permettant de quantifier la mise en suspension, fraction massique et concentration numérique, ainsi que sur les distributions granulométriques des aérosols émis au cours des expériences. Les analyses statistiques effectuées ont permis de mettre en évidence les paramètres prépondérants pour chaque type de déversement et ont aussi montré que ceux-ci pouvaient être différents selon le déversement investigué. Nous avons aussi pu voir que, suivant le coefficient auquel nous nous intéressons, les effets des paramètres pouvaient être inversés ce qui nous conduit à des conclusions divergentes pour un même paramètre d'étude. C'est aussi ce qui rend difficile la comparaison des différentes études recensées dans la littérature.

Ainsi, nos résultats expérimentaux ont montré que, dans le cas d'écoulements aux travers de fuites, les paramètres prépondérants étaient le type de matériau et la surface d'impaction pour les fractions massiques et le matériau et la masse initiale pour la mise en suspension exprimée en termes de concentrations numériques. Dans le cas des déversements de poudres sous forme de paquets, nous trouvons dans ce cas la prépondérance de la masse initiale de poudre et de la surface d'impaction pour les fractions massiques et du type de matériau et de la surface d'impact dans le cas des concentrations numériques. De plus, nous avons aussi pu mettre en évidence des interactions, plus ou moins importantes, entre les paramètres telles que celles entre le type de matériau et la surface sur laquelle est réalisée l'impaction des poudres. Du fait de ces interactions, il est parfois difficile de conclure de manière certaine.

Si nous nous intéressons maintenant aux effets de ces mêmes paramètres sur les granulométries des aérosols émis lors des expériences, nous avons pu voir que ceux-ci pouvaient être plus ou moins différents de la granulométrie initiale de la poudre dont ils sont issus selon le mode de déversement adopté, mais aussi selon la poudre étudiée. Ainsi, pour les déversements effectués à l'aide des entonnoirs, simulant des écoulements au travers de fuites, nous avons pu constater que les distributions des aérosols étaient différentes de celle de la poudre initiale surtout dans le cas de la poudre de billes de verre. Pour les chutes de poudre

réalisées sous forme de paquets, nous avons observé que les distributions granulométriques des aérosols tendent à être « similaires » à celle de la poudre.

De plus, nous avons aussi montré que, selon le mode de déversement, les distributions des aérosols mis en suspension étaient plus ou moins influencées par les paramètres étudiés et que ceux-ci avaient des granulométries plus ou moins semblables à celles des matériaux d'origine selon le cas de figure étudié. Par ailleurs, les résultats ont montré que la mise en suspension était un phénomène qui agissait sur l'ensemble de la gamme granulométrique, et non sur une seule taille de particules car, dans tous les cas, les aérosols mis en suspension présentent des granulométries polydispersées.

Pour conclure, au cours de nos travaux, une méthode de traitement des résultats expérimentaux bruts prenant en compte la masse ainsi que la granulométrie des particules collectées a tout d'abord été élaborée. Cette méthode peut être applicable à différents phénomènes et à différentes configurations, car elle prend en compte non seulement les caractéristiques des aérosols collectés au cours d'un prélèvement (masse et distribution granulométrique), mais également les caractéristiques du local (ventilation, surface de dépôt, volume, etc.) dans lequel peuvent se produire les émissions de particules.

La mise en œuvre de cette méthode a permis ensuite d'accéder à des coefficients de mise en suspension plus réalistes que ceux actuellement disponibles. Les résultats ainsi obtenus au cours des différentes expériences ont permis de mettre en évidence les paramètres prépondérants en fonction du type de déversement. Ainsi, pour le déversement de type « fuite », il s'agit de la nature de la poudre, alors que dans le cas du déversement de type « paquet », la masse est le paramètre le plus influent. De plus, des interactions entre les paramètres ont été mises en évidence, comme l'effet de la surface d'impaction avec le type de poudre. D'autre part, nous avons montré que le mode de déversement a une influence sur la distribution granulométrique des particules mises en suspension. A la suite de ces expériences, des corrélations empiriques, tenant compte des différents paramètres étudiés ainsi que de leurs interactions, ont été développées à partir des données expérimentales.

Actuellement et aux vues des études de la littérature et des résultats expérimentaux que nous avons obtenus, il n'est pas possible de dégager un modèle physique adéquat pour décrire la mise en suspension survenant lors d'une chute de poudre. Il n'y a pas possibilité de

généraliser les effets observés à l'ensemble des matériaux susceptibles d'être rencontrés dans les divers secteurs industriels étant donné que les produits intervenants dans les procédés industriels ont des caractéristiques physico-chimiques très variées. En effet, nous avons pu constater des disparités entre les deux matériaux étudiés. Au jour d'aujourd'hui, la façon adéquate d'estimer la mise en suspension d'un matériau est de réaliser des tests dans des conditions les plus proches possibles de celles dans lesquelles il est utilisé.

Par ailleurs, nous avons pu voir qu'il convenait d'être prudent lorsque la mise en suspension est exprimée de manière différente, c'est-à-dire à partir des fractions massiques ou des concentrations numériques. Ainsi, pour un même nombre de particules émises, il n'est pas possible de déterminer directement la masse mise en suspension si les informations sur la distribution granulométrique de ces particules ne sont pas disponibles. Il convient donc, pour pouvoir estimer la mise en suspension, de déterminer, d'une part, un coefficient qui permet d'évaluer le niveau de mise en suspension, et d'autre part, la granulométrie des particules émises.

Nous rappelons que ces données sont primordiales pour pouvoir caractériser de manière complète le terme source de mise en suspension, mais aussi pour pouvoir déterminer par la suite le transfert des particules au sein des locaux dans lesquels peuvent survenir des émissions d'aérosols sous forme de poussières à partir de manipulations de poudres aussi bien en fonctionnement normal de procédés (transfert de poudre, remplissage et vidange de contenant, opérations de mise en forme des produits pulvérulents) que lors de scénarios incidentels tels que la rupture d'une canalisation de transport ou l'ouverture inopinée d'un contenant lors de son transport. Les caractéristiques que nous avons déterminées peuvent aussi être utilisées afin de déterminer l'exposition potentielle des travailleurs aux aérosols émis par inhalation, ingestion ou contact cutané.

3.3. Corrélations

Ainsi, maintenant que nous avons obtenu une base de données expérimentales conséquente, nous pouvons envisager de comparer nos données aux corrélations de la littérature qui permettent d'évaluer la mise en suspension de poudre. Notre étude bibliographique a mis en évidence que différentes corrélations sont intéressantes pour une comparaison avec nos résultats expérimentaux.

Nous rappelons que la grande majorité des études recensées dans la littérature ont porté sur la réalisation d'écoulements de type fuite impactant sur des surfaces solides. C'est pourquoi nous allons donc regarder plus particulièrement la comparaison des corrélations avec les résultats obtenus pour cette configuration. De plus, nous n'avons recensé que quatre études portant sur l'évaluation de la mise en suspension dans le cas de chutes de poudres sous forme de paquet parmi lesquelles seules deux comparent ce mode de déversement avec celui consistant à faire s'écouler la poudre au travers d'une fuite (Davies *et al.*, 1988 ; Gensdarmes *et al.*, 2004).

Par ailleurs, nous n'avons pu recenser que deux études portant sur l'influence de la surface d'impaction, mais uniquement pour un seul des deux modes de déversement investigués dans notre étude qui est la chute de poudre réalisée sous forme de paquet. De plus, dans ces études, la mise en suspension est exprimée en termes de concentrations numériques. Nous n'avons pas trouvé d'étude équivalente pour des écoulements réalisés au travers de fuite.

3.3.1. Comparaison avec les corrélations empiriques de la littérature.

Avant de voir comment se situent nos résultats expérimentaux par rapport aux calculs effectués à l'aide des corrélations disponibles, le tableau III-11 propose une synthèse des études ayant abouti à ces corrélations, en séparant celles élaborées lors des études réalisées à partir de dispositifs de laboratoire de celles effectuées dans des dispositifs à plus grande échelle. Par ailleurs, le tableau III-12 regroupe les propriétés des poudres que nous avons utilisées au cours de notre étude et qui sont nécessaires pour l'utilisation de ces corrélations.

Tableau III-11. Synthèse des différentes études ayant conduit à l'élaboration de corrélations empiriques permettant d'estimer la mise en suspension.

Auteurs	Dispositif	Matériaux étudiés	Paramètres étudiés	Equations de corrélations
Dispositifs à grande échelle				
Ballinger <i>et al.</i> , 1988	Enceinte expérimentale RART	TiO ₂ et UO ₂ appauvri	Hauteur de chute, masse initiale de poudre et masse volumique apparente de la poudre.	I-36
Cowherd <i>et al.</i> , 1989b	Laboratoire expérimental ACE	4 poudres (NaCl, talc, ciment, pigment)	Taux de renouvellement du local, hauteur de transfert des matériaux.	I-44
Heitbrink, 1990a et Heitbrink <i>et al.</i> , 1992	Dispositif de chute	Al ₂ O ₃	Hauteur de chute, diamètre du verseur, surface d'impaction et masse initiale de poudre.	I-37 et I-38
Gensdarmes <i>et al.</i> , 2004	Enceinte expérimentale DISCO	Al ₂ O ₃	Hauteur de chute, diamètre médian équivalent en volume et masse initiale de poudre.	
Dispositifs de laboratoire				
Plinke <i>et al.</i> , 1992	Dispositif MRI et tambour rotatif	Al ₂ O ₃ et SiC	Dispositif de test, type de poudre, teneur en eau et distribution granulométrique des matériaux.	I-35
Cowherd <i>et al.</i> , 1989a	Dispositif MRI	14 produits pulvérulents	Teneur en eau, distribution granulométrique, masse volumique et angle de repos de la poudre.	I-34

Tableau III-12. Caractéristiques des poudres utilisées dans les corrélations.

Propriétés	Billes de verre	Alumine
Diamètre équivalent en volume médian massique (µm)	30,5	33,5
Ecart-type géométrique (σ)	1,5	1,4
Facteur de forme dynamique (χ)	1,0	1,5
Teneur en eau du matériau (%)	0,05	0,08
Masse volumique du matériau (kg/m ³)	2,5×10 ³	3,9×10 ³
Masse volumique en vrac de la poudre (kg/m ³)	1,39×10 ³	1,56×10 ³

A partir de ces données, nous avons déterminé les valeurs des coefficients de mise en suspension à l'aide des quelques corrélations disponibles dans la littérature. Nous allons donc présenter tout d'abord la comparaison de nos résultats expérimentaux avec les corrélations de la littérature permettant d'estimer des fractions mises en suspension (Ballinger *et al.*, 1988 ; Cowherd *et al.*, 1989a ; Cowherd *et al.*, 1989b ; Plinke *et al.*, 1992) puis avec celles permettant d'exprimer la mise en suspension sous la forme de concentrations numériques (Heitbrink, 1990 ; Heitbrink *et al.*, 1992).

3.3.1.1 Estimation des fractions mises en suspension

Comme nous l'avons fait dans le chapitre I, nous allons présenter de façon distincte les corrélations élaborées lors des études réalisées à partir de dispositifs de laboratoire de celles effectuées dans des dispositifs à plus grande échelle.

a. Dispositifs de laboratoire

Nous rappelons que seulement deux études, celles de Cowherd *et al.* (1989a) et de Plinke *et al.* (1992), ont conduit à des corrélations, que nous avons présentées dans la partie I-3, données par les équations I-34 et I-35.

Nous rappelons que la corrélation proposée par Cowherd *et al.* (1989a) a été établie sur la base des mesures effectuées dans un dispositif de laboratoire (MRI) sur 14 poudres « humides ». Dans leur étude, Plinke *et al.* (1992) proposent une corrélation développée à partir de résultats obtenus dans deux dispositifs de laboratoire (MRI et un tambour rotatif). Ces corrélations permettent de déterminer la fraction mise en suspension par un matériau pulvérulent.

Les résultats obtenus par l'intermédiaire de ces corrélations sont présentés sur la figure III-39 où ils sont comparés avec nos résultats expérimentaux obtenus pour des déversements de poudres au travers de fuites, de diamètres de 10 et 15 mm, impactant sur une

surface solide, qui sont les expériences réalisées dans la configuration la plus proche de celles des études de Cowherd *et al.* (1989a) et de Plinke *et al.* (1992).

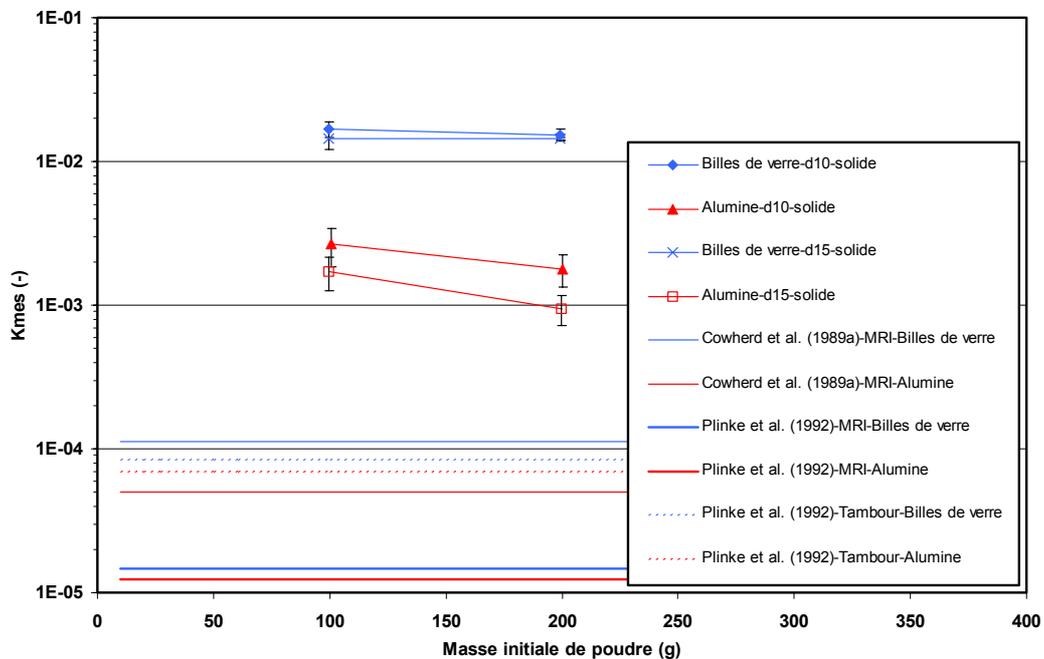


Figure III-39. Comparaison des résultats de fractions mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide des corrélations empiriques de Cowherd *et al.* (1989a) et de Plinke *et al.* (1992).

La figure III-39 montre que nos résultats expérimentaux sont sous-estimés par les corrélations et ce quelle que soit la poudre considérée. En effet, nous pouvons constater que, pour la poudre d'alumine, les valeurs estimées par les corrélations sont 1 à 2 ordres de grandeur en dessous de nos résultats expérimentaux. De même, pour les expériences réalisées avec la poudre de billes de verre, la sous-estimation est dans ce cas entre 2 à 3 ordres de grandeur.

b. Dispositifs à grande échelle

Après avoir vu dans le paragraphe précédent la comparaison de nos résultats avec les corrélations développées à partir d'études réalisées à l'aide de dispositifs de laboratoire, nous allons maintenant voir comment se situent nos résultats par rapport aux corrélations élaborées sur la base de résultats expérimentaux obtenus dans des dispositifs à plus grande échelle telles

que la corrélation de Ballinger *et al.* (1988) , celle proposée par Cowherd *et al.* (1989b) ainsi que celle développée par Gensdarmes *et al.* (2004) qui a été extrapolée.

Nous rappelons que la corrélation de Ballinger *et al.* (1988) a été établie sur la base des résultats expérimentaux obtenus à l'issue des études de Sutter *et al.* (1981 et 1982). Pour la corrélation proposée par Cowherd *et al.* (1989b), celle-ci a été développée à partir d'expériences réalisées dans un local expérimental et des résultats d'une étude précédente (Cowherd *et al.*, 1989a) réalisée à l'aide d'un dispositif de laboratoire. Par ailleurs, la corrélation proposée par Gensdarmes *et al.* (2004) ayant été établie à partir de résultats de chutes de poudres sous forme de paquet, nous présentons celle-ci à part.

Les résultats obtenus par l'intermédiaire de ces corrélations sont présentés sur la figure III-40 avec nos résultats expérimentaux obtenus pour des déversements de poudre au travers de fuite impactant sur une surface solide qui sont ceux réalisés dans la configuration la plus proche de celles des études de Ballinger *et al.* (1988) et de Cowherd *et al.* (1989b). La figure III-41 correspond à nos résultats de chute sous forme de paquet qui est le versement utilisé par Gensdarmes *et al.* (2004).

Nous présentons aussi, sur la figure III-40, les valeurs de fractions mises en suspension déterminées en tenant compte des recommandations préconisées par le DOE (1994) pour les valeurs déterminées à l'aide de la corrélation de Ballinger *et al.* (1988). Pour l'utilisation de la corrélation de Cowherd *et al.* (1989b), nous avons déterminé graphiquement, à partir de la figure I-27, le facteur permettant de tenir compte du taux de renouvellement horaire de l'enceinte. Ce facteur, déterminé à partir de nos conditions de ventilation pour un taux de renouvellement de 17 h^{-1} , a été trouvé égal à 1,75.

Sur les figures III-40 et III-41, les comparaisons de nos valeurs expérimentales avec les corrélations montrent là encore que nos résultats expérimentaux sont sous-estimés par les corrélations et ce quelle que soit la poudre que nous considérons. Cette sous-estimation peut aller d'un à deux ordres de grandeur. Comme le montrent ces figures, les corrélations de Cowherd *et al.* (1989b) et de Gensdarmes *et al.* (2004) sont celles qui sous-estiment le moins nos données expérimentales notamment celles obtenues avec la poudre d'alumine.

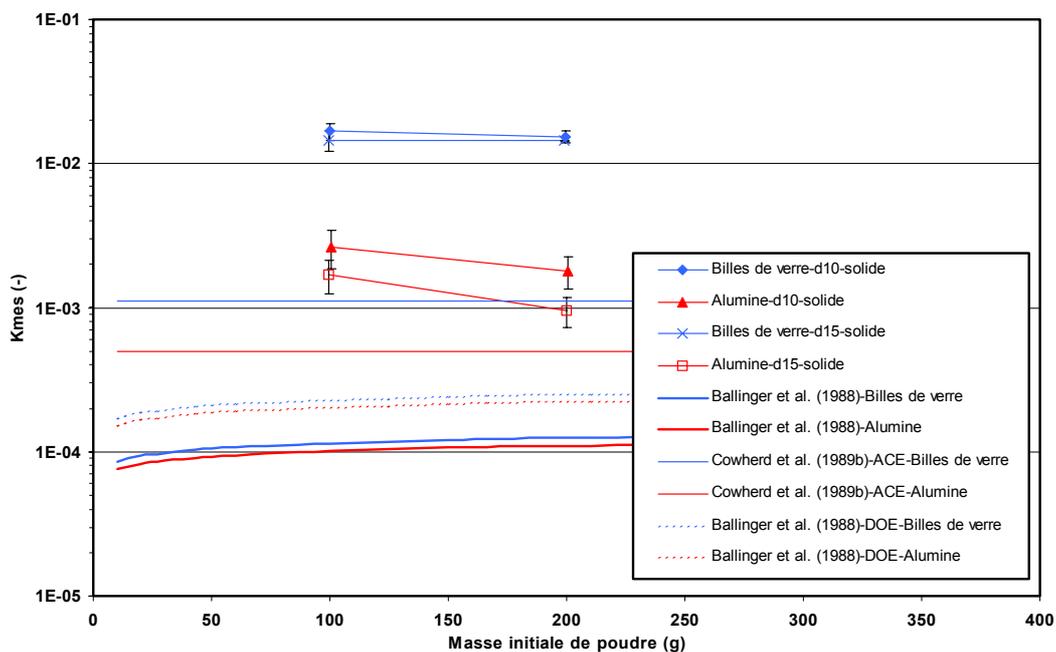


Figure III-40. Comparaison des résultats de fractions mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide des corrélations empiriques de Ballinger et al. (1988), avec et sans les recommandations du DOE (1994), et de Cowherd et al. (1989b).

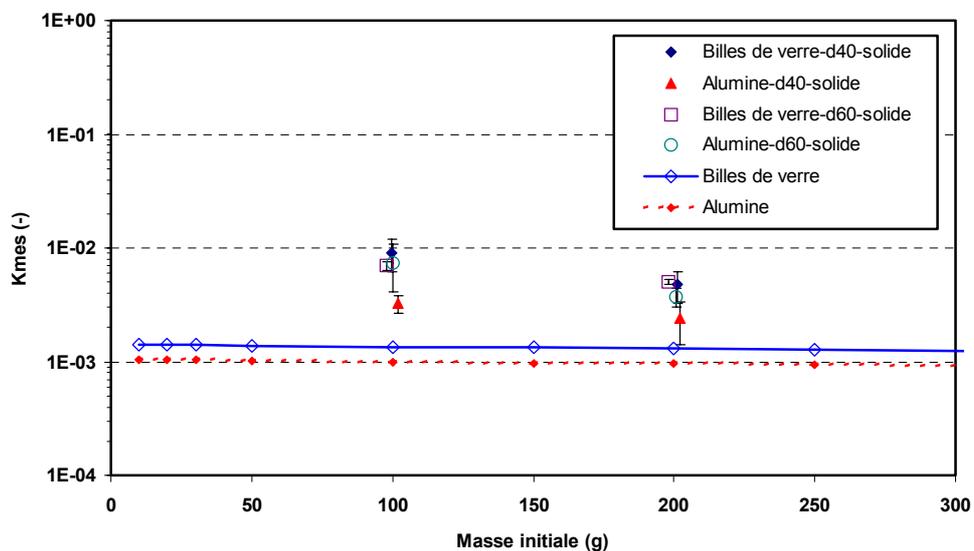


Figure III-41. Comparaison des résultats de fractions mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide de la corrélation empirique de Gensdarmes et al. (2004).

Nous constatons que les corrélations de la littérature établies en vue de pouvoir estimer les fractions mises en suspension par les matériaux pulvérulents ne reflètent pas nos résultats expérimentaux de manière satisfaisante. En effet, les figures III-39 à III-41 montrent que ces corrélations sous-estiment nos valeurs. Cette sous-estimation peut avoir diverses origines telles que :

- Les matériaux utilisés pour les tests. En effet, les propriétés des matériaux utilisés dans les études sont différentes de celles des poudres que nous avons sélectionnées. De plus, certaines de ces propriétés ne sont pas précisées dans les publications rendant ainsi difficile la comparaison par rapport aux matériaux utilisés pour notre étude. A cela s'ajoute aussi le fait que les poudres testées dans les dispositifs ne sont pas les mêmes d'une étude à l'autre ce qui rend encore plus difficiles les comparaisons.

- L'utilisation de valeurs de fractions mises en suspension déterminées directement à partir de la masse collectée par le prélèvement réalisé et la non prise en compte de l'évolution de l'aérosol mis en suspension au cours du prélèvement, c'est-à-dire la perte de particules, et donc de masse, résultant de l'évolution des particules au cours du prélèvement du fait de la sédimentation. Ainsi, les corrélations disponibles ont été établies à partir de résultats correspondant à nos valeurs « brutes » de fractions massiques.

- Les dispositifs utilisés pour réaliser les essais. En effet, les dispositifs sont différents notamment dans la manière dont est généré l'aérosol et le phénomène auquel est soumis l'échantillon de poudre. Ainsi, la contrainte imposée aux matériaux diffère d'un dispositif à l'autre comme par exemple dans le dispositif MRI dans lequel l'échantillon est soumis à des vibrations lors de son déversement réalisé au fur et à mesure, alors que dans le tambour rotatif la poudre est soumise à une succession de chutes ainsi qu'à un écoulement d'air. Un autre aspect, qui diffère d'un dispositif à l'autre, concerne les conditions de prélèvement (débit, emplacement des préleveurs et temps d'échantillonnage) ainsi que les systèmes de mesure employés pour la collecte des particules (filtre unique, impacteur en cascade) avec ou sans système de sélection en amont et les méthodes de détermination des masses mises en suspension (directe par pesées ou indirecte par technique de mesure de fluorimétrie). Ainsi, ces disparités peuvent mener, là encore, à des résultats différents et contribuent à rendre difficiles les comparaisons, d'une part, entre les diverses études, et d'autre part, des études antérieures avec nos résultats.

Après avoir vu la comparaison de nos résultats avec les quelques corrélations disponibles dans la littérature en termes de fractions mises en suspension, nous allons dans la suite présenter une comparaison en termes de concentrations numériques avec les corrélations proposées par Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992).

3.3.1.2 Estimation des concentrations numériques mises en suspension

Les corrélations proposées dans les études d'Heitbrink (1990a) et d'Heitbrink *et al.* (1992) (équations I-38 et I-39) permettent de réaliser une estimation de la mise en suspension en termes de concentrations numériques. Nous rappelons que ces corrélations ont été établies à partir de mesures de concentrations moyennes effectuées entre 200 et 300 secondes après la chute.

Ainsi, pour pouvoir comparer nos résultats expérimentaux avec ces corrélations, il nous faut tout d'abord exprimer les concentrations numériques moyennes dans cet intervalle de temps (entre 200 et 300 s) en prenant en compte une évolution uniquement due au mécanisme de dépôt par sédimentation. Pour cela, nous calculons l'évolution de l'aérosol mis en suspension sur chaque classe granulométrique puis nous déterminons la concentration moyenne entre 200 et 300 s.

Afin de calculer l'évolution d'un aérosol dans l'enceinte due au mécanisme de sédimentation, nous avons pris comme hypothèses que la concentration est homogène dans l'enceinte à tout instant, que l'épuration des particules se fait uniquement par le mécanisme de dépôt par sédimentation (les autres mécanismes étant considérés comme négligeables), que la surface de dépôt est égale à la somme des projections horizontales des surfaces en contact avec l'aérosol et qu'il n'y a pas de terme source de mise en suspension après la fin de la chute.

Ainsi, à partir de ces hypothèses, nous pouvons décrire l'évolution de la concentration numérique d'un polluant particulaire dans une enceinte après son émission sous l'effet du

mécanisme de dépôt par sédimentation à l'aide de l'équation III-2 pour chaque classe granulométrique :

$$\frac{dC_N(d_{ev})}{dt} = -\frac{V_{TS}(d_{ev}) \times S_e}{V_e} C_N(d_{ev}), \quad (III-2)$$

où $C_N(d_{ev})$ est la concentration numérique de particules de diamètre d_{ev} (m^{-3}), V_{TS} la vitesse de sédimentation des particules (m/s), S_e la surface de dépôt par sédimentation (m^2), V_e le volume de l'enceinte (m^3).

La résolution de l'équation III-2 pour chaque classe granulométrique est donnée par l'équation III-3 :

$$C_N(d_{ev}, t) = C_N(d_{ev}, t_0) \times \exp\left(-\frac{V_{TS}(d_{ev}) \times S_e}{V_e} t\right), \quad (III-3)$$

où $C_N(d_{ev}, t)$ et $C_N(d_{ev}, t_0)$ sont respectivement les concentrations numériques de particules de diamètre d_{ev} aux temps t et t_0 (m^{-3}).

Afin de déterminer la concentration de particules présentes dans l'enceinte il faut exprimer la valeur moyenne de la concentration de particules pendant un intervalle de temps, Δt , qui s'exprime selon la relation III-4 :

$$\overline{C_N}(d_{ev}, \Delta t) = \frac{1}{\Delta t} \int_t^{t+\Delta t} C_N(d_{ev}, t) dt. \quad (III-4)$$

Par intégration sur le temps de l'équation III-4 avec $t = t_0$, nous obtenons alors :

$$\overline{C_N}(d_{ev}, \Delta t) = \frac{1}{\Delta t} \times C_N(d_{ev}, t_0) \times \frac{V_e}{V_{TS}(d_{ev}) \times S_e} \times \left[\exp\left(-\frac{V_{TS}(d_{ev}) \times S_e}{V_e} t_0\right) - \exp\left(-\frac{V_{TS}(d_{ev}) \times S_e}{V_e} (t_0 + \Delta t)\right) \right] \quad (III-5)$$

La concentration moyenne par classe granulométrique est ensuite déterminée en posant $t_0 = 200$ s et $\Delta t = 100$ s.

Par la suite, la concentration moyenne totale dans l'intervalle de temps est déterminée par intégration de l'équation III-5 sur l'ensemble de la distribution granulométrique tel que :

$$C_N(\Delta t) = \int_0^\infty \overline{C_N}(d_{ev}, \Delta t) \times f_{N,\Delta t}(d_{ev}) \times d \ln d_{ev}, \quad (III-6)$$

où $\overline{C_N}(d_{ev}, \Delta t)$ est la concentration numérique moyenne de particules de diamètre d_{ev} dans l'intervalle de temps Δt (particules/m³) et $f_{N,\Delta t}(d_{ev})$ la fraction en nombre des particules de diamètre d_{ev} (μm^{-1}) définie par l'équation III-7 :

$$f_{N,\Delta t}(d_{ev}) = \frac{N(d_{ev})_{\Delta t}}{\int_0^{\infty} N(d_{ev})_{\Delta t} \times d \ln d_{ev}}, \quad (\text{III-7})$$

où $N(d_{ev})_{\Delta t}$ est le nombre moyen de particules de diamètre d_{ev} dans l'intervalle de temps Δt .

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III-42 où nous comparons les valeurs de concentrations déterminées à l'aide des corrélations à celles que nous avons obtenues expérimentalement lors de nos chutes de poudre effectuées sous forme de paquet, qui est le mode de déversement utilisé par les auteurs, et impactant sur les deux surfaces.

La figure III-42 montre un bon accord entre les données obtenues à l'aide de la corrélation développée pour la poudre LPA40 (diamètre aérodynamique médian massique égal à 40 μm) et les résultats expérimentaux dans le cas de chutes de poudre de billes de verre impactant sur une surface solide. Pour les autres cas, nous pouvons constater sur la figure III-42 que les corrélations conduisent à une surestimation de la concentration numérique totale notamment pour la poudre d'alumine. Cette surestimation est encore plus importante avec la relation établie à partir de la poudre de diamètre aérodynamique médian massique égale à 20 μm (LPA20).

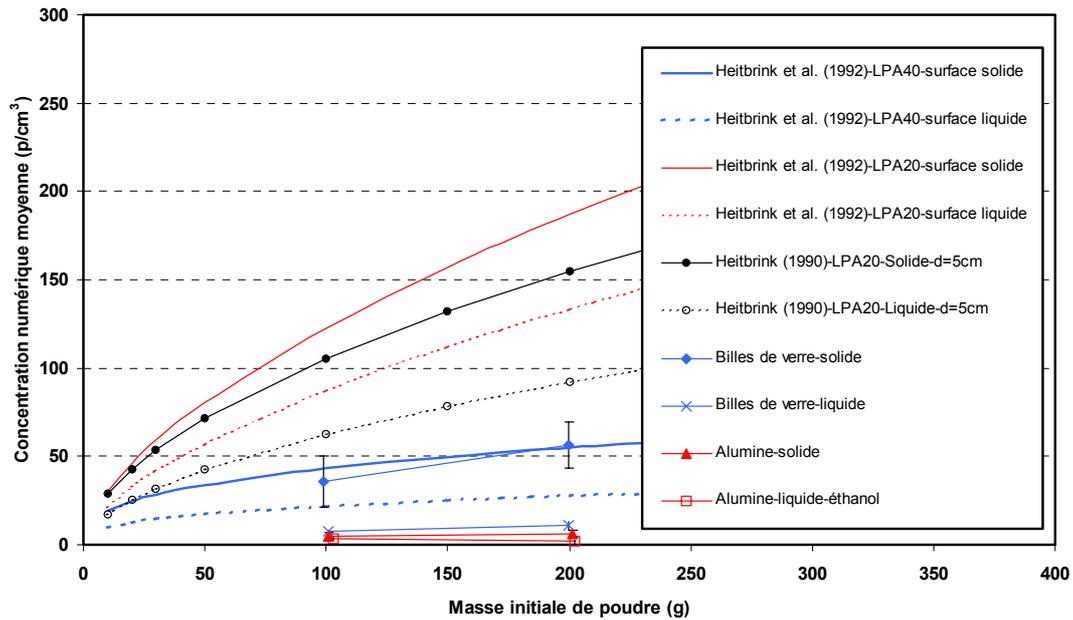


Figure III-42. Comparaison des résultats de concentrations numériques de particules mises en suspension obtenus expérimentalement avec ceux déterminés à l'aide des corrélations empiriques de Heitbrink (1990a) et de Heitbrink et al. (1992).

Les différences observées sur la figure III-42 peuvent s'expliquer car nos poudres ne sont pas tout à fait identiques à celles utilisées dans ces études notamment en termes de diamètres aérodynamiques médians massiques. En effet, les poudres utilisées dans ces études ont des diamètres aérodynamiques médians massiques égaux à 20 et 40 μm alors que nos poudres ont des diamètres aérodynamiques médians massiques de 49 et 55 μm pour la poudre de billes de verre et d'alumine respectivement. De plus, les écarts peuvent être dus aux techniques de mesure utilisées car celles-ci ont des gammes de mesure qui sont différentes en termes de taille des particules détectées.

Du fait de la différence en termes de diamètres, la mise en suspension de particules ne va pas être la même car les forces mises en jeu n'étant pas équivalentes, moins de particules vont potentiellement être émises dans le cas de nos poudres. De même, le comportement des particules après leur mise en suspension va s'en trouver affecté. Ainsi, la mise en suspension et l'estimation de la concentration dans l'intervalle de temps retenu par les auteurs, entre 200 et 300 s après la chute, vont être d'autant plus affectées que nos mesures granulométriques effectuées sur les aérosols mis en suspension ont montré la présence de particules de

diamètres importants pour lesquelles le mécanisme de sédimentation n'est pas négligeable entraînant par là même une perte importante. Néanmoins, la figure III-42 montre que, même si quantitativement nous n'avons pas les mêmes niveaux de concentrations numériques que ceux déterminés par les relations (niveaux de concentrations plus faibles), nous observons qualitativement un effet similaire de la masse initiale de poudre à celui observé par les auteurs à savoir une augmentation de la concentration numérique lorsque la masse initiale de poudre augmente.

3.3.1.3 Conclusion sur la comparaison avec les corrélations de la littérature

Nous avons pu voir que les valeurs de fraction mises en suspension obtenues à l'aide des corrélations sont inférieures à nos valeurs expérimentales (figures III-39 et III-40). Cette sous-estimation de la mise en suspension peut aller jusqu'à deux voire trois ordres de grandeur selon le matériau considéré et la relation utilisée.

En termes de concentration numérique, les relations proposées ont conduit, quant à elles, à des résultats supérieurs à ceux obtenus dans les mêmes conditions (intervalle de temps sur lequel est effectuée la mesure) comme le montre la figure III-42.

Ainsi, la confrontation de nos résultats avec les corrélations de la littérature fait ressortir, là encore, toute la complexité du phénomène de mise en suspension de poudre et les difficultés inhérentes à son évaluation. Les analyses effectuées montrent les limites d'utilisation de ces corrélations dans leur description actuelle.

Devant de tels résultats, il nous a donc semblé intéressant et nécessaire de développer des corrélations originales, permettant d'estimer la mise en suspension de poudre. Afin de disposer de corrélations nous permettant de mieux prendre en compte nos résultats expérimentaux de fractions mises en suspension, nous avons élaboré de nouvelles corrélations que nous présentons dans la suite.

3.3.2. Elaboration de corrélations

Notre objectif, pour compléter notre étude expérimentale, est donc d'élaborer des corrélations empiriques nous permettant de mieux représenter nos résultats expérimentaux en prenant en compte, d'une part, nos paramètres d'étude et, d'autre part, les interactions les plus significatives mises en évidence entre ceux-ci. Ces corrélations ont été développées pour répondre à un besoin d'utilisation pratique, afin de déterminer un niveau de mise en suspension en fonction des divers paramètres d'étude.

En effet, nous avons pu voir dans la partie précédente que les corrélations disponibles dans la littérature ne permettaient pas d'expliquer nos résultats expérimentaux et les sous-estimaient. En effet, les valeurs de fraction mise en suspension obtenues à l'aide des corrélations sont inférieures à nos valeurs expérimentales. Afin de mieux prendre en compte nos valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et de disposer de corrélations plus représentatives de celles-ci, nous avons développé des corrélations empiriques sur la base de nos paramètres expérimentaux pour chaque mode de déversement investigué. De plus, nous avons développé une corrélation permettant de prendre en compte le mode de déversement sous lequel s'effectue la chute de poudre.

Nous allons donc présenter dans la suite les corrélations élaborées pour chaque type de déversement réalisé ainsi que la corrélation élaborée prenant en considération le mode de déversement.

3.3.2.1. Mode de déversement en fuite

La corrélation empirique développée à l'aide des paramètres expérimentaux et des interactions mises en évidence, et dans laquelle les variables sont centrées par rapport à leurs valeurs moyennes, est donnée par l'équation III-8 :

$$K_{mes} = A_0 + A_1(D - \bar{D}) + A_2(P - \bar{P}) + A_3(M - \bar{M}) + A_4(S - \bar{S}) + A_5[(D - \bar{D}) \times (S - \bar{S})] + A_6[(P - \bar{P}) \times (S - \bar{S})], \quad (III-8)$$

où A_0 à A_6 sont des coefficients d'ajustement donnés dans le tableau III-13 et où D est le diamètre du verseur utilisé ($\bar{D} = 12,333$ mm), P le type de poudre (avec $P = -1$ pour la bille de verre, $P = 1$ pour l'alumine et $\bar{P} = 0,0677$), M la masse initiale de poudre manipulée ($\bar{M} = 153,3$ g) et S la nature de la surface d'impaction (avec $S = -1$ pour la surface solide, $S = 1$ pour la surface liquide et $\bar{S} = 0,0667$).

Tableau III-13. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-8.

Coefficients	Valeurs	Coefficients	Valeurs
A_0	0,00737	A_4	-0,001114
A_1	-0,000197	A_5	-0,000116
A_2	-0,0054	A_6	0,001581
A_3	-0,000014		

La corrélation empirique obtenue peut être considérée comme excellente (le résidu étant du même ordre de grandeur que l'erreur de mesure) et permet d'expliquer plus de 98 % des effets observés.

A titre illustratif, la figure III-43 présente une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles déterminées par cette corrélation. Nous pouvons constater sur cette figure la bonne qualité de la corrélation développée.

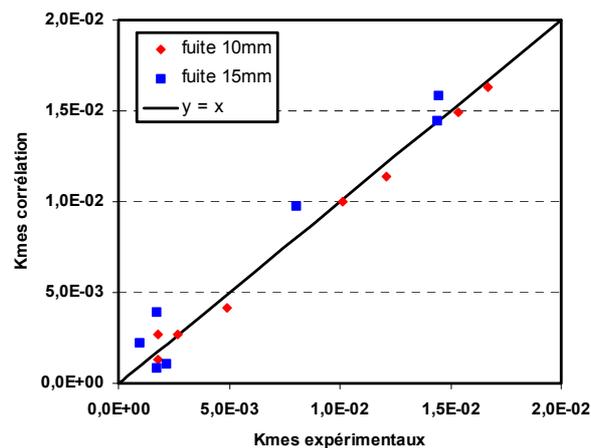


Figure III-43. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les déversements au travers d'une fuite.

3.3.2.2. Mode de déversement en paquet

De la même manière que précédemment, nous avons développé une corrélation empirique nous permettant d'exprimer les fractions mises en suspension pour les chutes de poudre réalisées sous forme de paquet. Dans ce cas, la corrélation, dans laquelle les variables sont centrées par rapport à leur valeur moyenne, est donnée par l'équation III-9 suivante :

$$K_{mes} = A_0 + A_1(D - \bar{D}) + A_2(P - \bar{P}) + A_3(M - \bar{M}) + A_4(S - \bar{S}) + A_5[(D - \bar{D}) \times (P - \bar{P})] + A_6[(P - \bar{P}) \times (S - \bar{S})], \quad (III-9)$$

où A_0 à A_6 sont des coefficients d'ajustement donnés dans le tableau III-14 et où D est le diamètre du verseur utilisé ($\bar{D} = 50$ mm), P le type de poudre (avec $P = -1$ pour la bille de verre, $P = 1$ pour l'alumine et $\bar{P} = 0$), M la masse initiale de poudre manipulée ($\bar{M} = 150,04$ g) et S la nature de la surface d'impaction (avec $S = -1$ pour la surface solide, $S = 1$ pour la surface liquide et $\bar{S} = 0$).

Tableau III-14. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-9.

Coefficients	Valeurs	Coefficients	Valeurs
A_0	0,0047	A_4	-0,0007
A_1	0,0001	A_5	0,0000428
A_2	-0,0004	A_6	0,0008
A_3	-0,000031		

Cette corrélation, bien que d'un peu moins bonne qualité que celle obtenue pour les déversements de type fuite, reste encore valable et permet d'expliquer environ 65 % des effets observés. La figure III-44 présente une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles déterminées par cette corrélation. Nous pouvons constater sur la figure III-44 la bonne qualité de la corrélation développée.

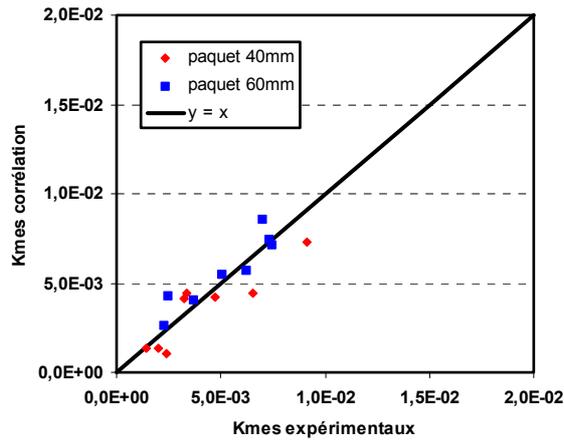


Figure III-44. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les déversements réalisés sous forme de paquets.

Afin de tenter d'obtenir une meilleure prise en compte des effets observés, nous avons élaboré une autre corrélation en ne tenant compte que des deux paramètres les plus influents ainsi que leur interaction. Ceci nous a permis de développer la corrélation suivante :

$$K_{mes} = A_0 + A_1(M - \bar{M}) + A_2(S - \bar{S}) + A_3[(P - \bar{P}) \times (S - \bar{S})] , \quad (III-10)$$

où A_0 à A_4 sont des coefficients d'ajustement donnés dans le tableau III-15 et où D est le diamètre du verseur utilisé ($\bar{D} = 50$ mm), P le type de poudre (avec $P = -1$ pour la bille de verre, $P = 1$ pour l'alumine et $\bar{P} = 0$), M la masse initiale de poudre manipulée ($\bar{M} = 150,04$ g) et S la nature de la surface d'impaction (avec $S = -1$ pour la surface solide, $S = 1$ pour la surface liquide et $\bar{S} = 0$).

Tableau III-15. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-10.

Coefficients	Valeurs	Coefficients	Valeurs
A_0	0,00465	A_2	-0,0006611
A_1	-0,0000334	A_3	0,000825

Cette corrélation, dans laquelle les variables sont centrées, permet une meilleure prise en compte des paramètres et permet d'expliquer environ 75 % des effets observés. Nous présentons sur la figure III-45 une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles déterminées à l'aide de cette corrélation. Nous pouvons constater sur cette figure la bonne qualité de la corrélation développée.

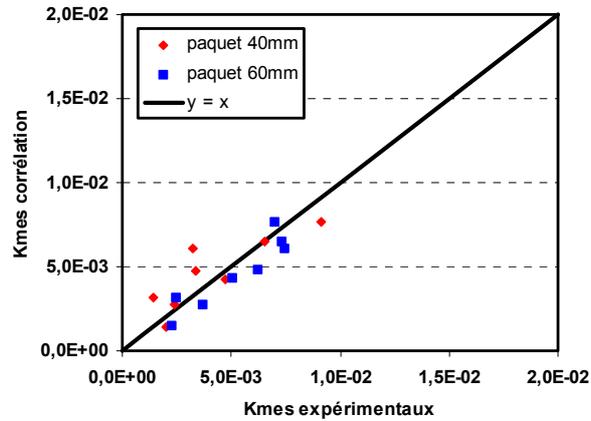


Figure III-45. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les déversements réalisés sous forme de paquets.

3.3.2.3. Prise en compte du mode de déversement

Nous avons pu voir au cours de la partie présentant les résultats que les deux modes de déversements étudiés sont différents notamment par rapport aux paramètres prépondérants pour chacun d'eux. Ainsi, afin de prendre en compte le mode selon lequel s'effectue le déversement de la poudre nous avons élaboré une corrélation empirique en introduisant une nouvelle variable, appelée « Type » et notée T. La corrélation développée dans ce cas, et dans laquelle les variables ne sont pas centrées, est donnée par la relation III-11 suivante :

$$K_{mes} = A_0 + A_1 \times (P) + A_2 \times (M) + A_3(S) + A_4 [P \times T] + A_5 [M \times T] + A_6 [P \times S \times T], \quad (III-11)$$

où A_0 à A_6 sont des coefficients d'ajustement donnés dans le tableau III-16 et où P le type de poudre (avec $P = -1$ pour la bille de verre, $P = 1$ pour l'alumine), M la masse initiale de poudre manipulée (g), S la nature de la surface d'impaction (avec $S = -1$ pour la surface solide, $S = 1$ pour la surface liquide et T représente le mode de déversement utiliser pour réalisé l'expérience de chute (avec $T = 0$ pour la fuite et $T = 1$ pour le paquet).

Tableau III-16. Coefficients pour l'utilisation de l'équation III-11.

Coefficients	Valeurs	Coefficients	Valeurs
A ₀	0,0101	A ₄	0,0052
A ₁	-0,0055	A ₅	-0,0000208
A ₂	-0,000015	A ₆	0,0008258
A ₃	-0,000849		

La figure III-46 présente une comparaison entre les valeurs expérimentales et celles déterminées par cette corrélation où nous pouvons constater la bonne qualité de la corrélation développée.

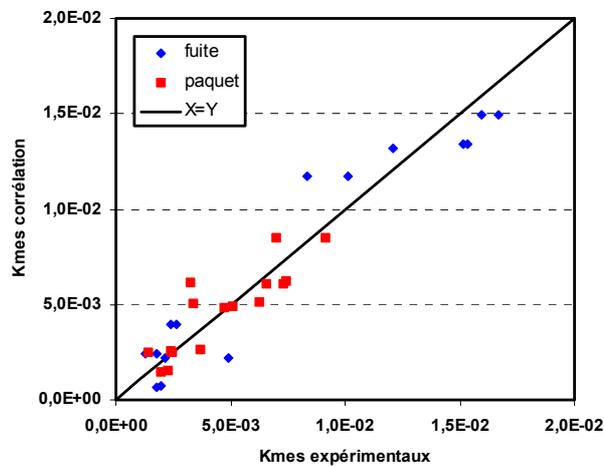


Figure III-46. Comparaison des valeurs expérimentales de fractions mises en suspension et des valeurs déterminées à l'aide de la corrélation pour les différents modes de déversement.

3.3.2.4. Conclusion sur les corrélations élaborées

Nous venons de présenter les corrélations élaborées pour chaque type de déversement étudié (fuite et paquet) afin de disposer de corrélations nous permettant de mieux prendre en compte les valeurs de mise en suspension déterminées expérimentalement au cours de notre étude. Ces corrélations ne permettent pas de prendre en compte la totalité des effets observés néanmoins, compte tenu de la variabilité du phénomène étudié, nous pouvons considérer que nos corrélations, bien qu'assez simples dans leurs formulations, sont tout à fait satisfaisantes et représentent correctement nos résultats expérimentaux.

3.3.3. Conclusions

Nos comparaisons avec les corrélations de la littérature montrent que, dans leur description actuelle, celles-ci ne permettent pas de décrire correctement nos données expérimentales de fractions mises en suspension et de concentrations numériques.

Afin de pallier ce manque, nous nous sommes donc proposés de développer des corrélations empiriques afin des mieux décrire les fractions mises en suspension par chute de poudre. Ces corrélations intègrent les paramètres mis en évidence dans notre étude.

3.4. Conclusions du chapitre III

Pour conclure la partie expérimentale que nous venons de présenter, nous allons rappeler, dans ce qui suit, les principaux points importants vus au cours des diverses parties de ce chapitre.

Nous avons tout d'abord présenté, dans la première partie, les conditions opératoires retenues pour la réalisation de nos diverses expériences de chutes de poudres, que nous rappelons ci-après :

- Le prélèvement est réalisé juste après la fin de la chute afin de limiter les pertes de particules et obtenir ainsi le maximum d'informations aussi bien en termes de masse collectée qu'en termes de distribution granulométrique des particules mises en suspension.

- L'impaction des poudres est effectuée sur deux surfaces, l'une est solide et l'autre liquide, afin de permettre l'élimination de la mise en suspension lors de l'impact de la poudre et, ainsi, discriminer la mise en suspension se produisant au cours de chacun des deux phénomènes physiques que sont l'arrachement des particules au cours de l'écoulement de la poudre dans l'air et leur dispersion au niveau de l'impact au sol.

A la suite, la seconde partie de ce chapitre a été consacrée à la présentation de nos résultats expérimentaux de mise en suspension lors des chutes de poudres. Ainsi, les expériences réalisées ont permis d'accéder à des données de mise en suspension exprimées en

termes de fractions massiques et de concentrations numériques, mais aussi en termes de distributions granulométriques des particules émises. Par ailleurs, nous avons pu, le cas échéant, comparer nos résultats à ceux que nous avons recensés dans la littérature au cours de notre revue bibliographique sur la mise en suspension (partie I-3). En guise de synthèse, nos résultats expérimentaux ont permis de mettre en évidence les divers points suivants :

- Les paramètres prépondérants diffèrent selon le coefficient étudié et selon le mode de déversement utilisé. Ainsi, pour un même mode de déversement, les influences des paramètres peuvent être différentes selon le coefficient utilisé pour l'estimation de la mise en suspension (fraction massique ou concentration numérique). Par ailleurs, pour un même coefficient d'évaluation, nous avons pu constater que les paramètres dont les contributions sont les plus importantes ne sont pas forcément les mêmes pour les deux modes de déversement.

- Les résultats granulométriques ont montré que les distributions en taille des aérosols formés au cours des chutes ne sont pas analogues entre les deux matériaux et que, pour une même poudre, les distributions peuvent ne pas être similaires selon la manière dont elle est déversée. Par ailleurs, ces données nous ont permis de constater que le phénomène de mise en suspension n'affecte pas qu'une seule taille de particules, mais intéresse l'ensemble de la distribution granulométrique des poudres. De plus, la comparaison entre les distributions des aérosols émis et des poudres d'origine a montré que les particules mises en suspension présentaient des granulométries qui différaient plus ou moins de celle du matériau d'origine selon la configuration étudiée.

- Les résultats expérimentaux de fractions massiques, de concentrations numériques et de granulométries des particules mises en suspension obtenus au cours de notre étude ont permis de mettre en évidence les influences des paramètres d'étude retenus et de les comparer à celles issues des divers travaux disponibles dans la littérature. Par ailleurs, nous avons pu également comparer nos résultats à ceux de la littérature en termes de niveaux de mise en suspension. Ainsi, pour les déversements de poudre à partir de fuite, les résultats de mise en suspension obtenus au cours de notre étude varient, toutes configurations confondues, entre environ $9,5 \times 10^{-4}$ ($\pm 2,2 \times 10^{-4}$) et $1,7 \times 10^{-2}$ ($\pm 2,1 \times 10^{-3}$) pour les fractions massiques et entre les

valeurs allant de 31 (± 5) à 1045 (± 98) particules/cm³ pour les concentrations numériques. En revanche, pour les chutes de poudres sous forme de paquet, les résultats de mise en suspension obtenus au cours de notre étude s'étendent entre environ $1,4 \times 10^{-3}$ ($\pm 3,3 \times 10^{-4}$) et $9,1 \times 10^{-3}$ ($\pm 2,9 \times 10^{-3}$) pour les fractions massiques et entre les valeurs allant de 10 (± 6) à 268 (± 84) particules/cm³ pour les concentrations numériques.

Nous avons pu voir que ces valeurs sont cohérentes avec celles des travaux antérieurs car, en termes de niveaux de mise en suspension relevés dans les diverses études de la littérature, les fractions massiques obtenues pour l'ensemble des matériaux testés s'étendent sur environ 5 ordres de grandeur variant entre des valeurs de l'ordre de 2×10^{-6} (Plinke *et al.*, 1991) et 0,2 (Boundy *et al.*, 2006). Pour les données exprimées en termes de concentrations numériques, les études de Heitbrink (1990a) et Heitbrink *et al.* (1992) ont mis en évidence, pour des déversements de poudres d'alumine sous forme de paquet, des valeurs comprises entre environ 6 et plus de 200 particules/cm³ ce qui est là aussi comparable avec les résultats de notre étude.

- Par la suite, nous nous sommes intéressés à mettre en relation nos données expérimentales avec des variables permettant de prendre en compte plusieurs des paramètres étudiés afin de tenter d'expliquer au mieux les effets constatés. Ainsi, nous avons montré que, selon le type de déversement étudié et le coefficient utilisé, les variables explicatives ne sont pas similaires. Ainsi, nous avons pu voir que pour les déversements à partir de fuites, les résultats pouvaient être reliés aux propriétés de l'écoulement (débit massique, vitesse initiale) ou encore aux effets aérauliques induits par la chute (débit d'air induit spécifique). En revanche, dans les cas des chutes sous forme de paquets, les données ont pu être mises en relation avec les caractéristiques géométriques imposées par le dispositif (surface du paquet de poudre).

- La comparaison des deux modes de déversements a montré que la prédominance de l'un ou l'autre des types de déversement en termes de mise en suspension pouvait ne pas être la même selon le matériau testé comme cela avait été auparavant observé par Davies *et al.* (1988) au cours de leur étude. En effet, les résultats de fractions massiques pour la poudre de billes de verre montrent que les valeurs maximales sont obtenues dans le cas de déversements en fuite, et que pour la poudre d'alumine celles-ci sont supérieures dans le cas de chutes sous

forme de paquet. En revanche, les résultats expérimentaux exprimés en termes de concentrations numériques ne montrent pas de différences entre les deux matériaux avec des valeurs plus élevées dans le cas de chutes réalisées par écoulements au travers de fuites.

- Les visualisations réalisées au cours de quelques-unes des expériences de chutes ont permis de mettre en évidence des différences de phénoménologie entre les deux types de déversements réalisés. De plus, pour un même mode de déversement, il est apparu là aussi des dissemblances de comportement entre les deux matériaux.

Pour terminer, nous avons confronté, dans la troisième et dernière partie de ce chapitre, nos résultats acquis au cours de la phase expérimentale aux données accessibles à l'aide des quelques corrélations identifiées dans la littérature et que nous avons présentées précédemment dans la partie I-3. Ces comparaisons ont montré que les corrélations disponibles dans la littérature sous-estiment globalement les résultats de mise en suspension en termes de fractions mises en suspension avec plus ou moins d'écart (1 à 3 ordres de grandeur selon le matériau considéré et la corrélation utilisée). Ces divergences peuvent trouver une explication dans le fait que pour l'élaboration de ces corrélations les matériaux utilisés ne sont pas tout à fait similaires à ceux de la présente étude. Par ailleurs, les résultats expérimentaux utilisés correspondent aux données qualifiées de « brutes », c'est-à-dire sans prise en compte de l'évolution au cours du prélèvement de l'aérosol mis en suspension. En revanche, la comparaison de nos données de concentrations numériques avec les corrélations permettant d'accéder à ce coefficient, a montré que nos résultats étaient dans ce cas surestimés par ces corrélations. Ceci peut s'expliquer par le fait que ces corrélations ont été élaborées à partir de matériaux dont les propriétés sont différentes de celles de nos poudres.

Ainsi, aux vues de ces résultats ceci nous a donc conduit par la suite, afin de pallier ce manque, à proposer de nouvelles corrélations, permettant de déterminer les fractions massiques mises en suspension, dans lesquelles nous avons utilisé les paramètres étudiés ainsi que les interactions les plus significatives mises en évidence lors des analyses statistiques.

Conclusion

Notre travail avait pour but d'étudier les paramètres qui influencent le phénomène de mise en suspension par chute de poudre. Ce travail s'inscrit dans le cadre particulier des études et recherches en sûreté des laboratoires et usines du cycle du combustible dont l'objectif est d'améliorer la connaissance des coefficients de mise en suspension de contamination particulaire radioactive, dans le domaine nucléaire.

Ainsi, ce travail doit permettre d'une part, de contribuer à une meilleure connaissance des caractéristiques des particules émises dans l'atmosphère, et d'autre part, d'obtenir pour les analyses de sûreté et la radioprotection des estimations plus réalistes (et donc moins « enveloppes ») des rejets potentiels lors d'une hypothétique situation de chute de poudre dans une installation dans laquelle sont manipulés des produits pulvérulents.

Afin de mener à bien cette étude, notre travail de recherche a été séparé en différentes étapes distinctes. Au cours de ce travail de thèse, nous avons tout d'abord réalisé une synthèse bibliographique sur les travaux menés dans le domaine de l'évaluation des émissions de poussières par les poudres. De plus, notre travail de recherche concernant deux domaines distincts, il nous est apparu nécessaire d'exposer auparavant quelques rappels concernant les diverses propriétés caractéristiques d'une part, des matériaux granulaires, et d'autre part, des aérosols. Cette première étape nous a permis par la suite de déterminer la stratégie expérimentale à adopter afin de caractériser la mise en suspension lors d'une chute de poudre.

Ainsi, sur la base des connaissances actuelles que nous avons pu recenser dans la littérature, nous avons mis en place une méthodologie expérimentale nous permettant d'accéder aux informations nécessaires pour la détermination la plus complète possible de la mise en suspension. Pour cela, nous avons choisi de réaliser des expériences de chute dans un dispositif à moyenne échelle et de caractériser les particules mises en suspension en termes de quantité émise et de granulométrie à l'aide des méthodes de mesure et d'analyse que nous avons décrites au cours du second chapitre. Par la suite, dans ce même chapitre, nous avons

présenté la caractérisation des matériaux retenus pour notre étude aussi bien au niveau microscopique qu'au niveau macroscopique et nous avons ainsi pu constater que certaines des propriétés étaient similaires pour nos deux poudres. Pour terminer, nous avons exposé les différentes configurations expérimentales investiguées à partir des paramètres retenus ainsi que la méthode de traitement des données mise en place et utilisée afin de prendre en compte l'évolution de nos aérosols au cours des prélèvements effectués et ceci afin de pouvoir acquérir des résultats de mise en suspension plus réalistes.

La troisième étape de notre étude a consisté en la réalisation d'expériences de chute de poudre. Cette étape fait l'objet du troisième chapitre de ce mémoire qui est dédié à la description de l'ensemble de nos résultats expérimentaux acquis. Ainsi, nous avons pu caractériser les particules mises en suspension en termes de quantité de matière dispersée, par l'intermédiaire de coefficients tels que la fraction massique et la concentration numérique, ainsi qu'en termes de distributions granulométriques. Les analyses statistiques effectuées à partir de nos résultats nous ont permis, tout d'abord, de mettre en évidence les paramètres les plus influents. Ainsi, nous avons montré que ceux-ci peuvent être différents selon le coefficient utilisé et le mode de déversement investigué. De plus, nos résultats ont permis de mettre en évidence un effet particulier, non rapporté dans la littérature, observé lors de l'utilisation d'une surface d'impaction liquide qui tend à modifier les distributions granulométriques des aérosols en décalant celles-ci vers des diamètres de particules plus importants, ce qui a des répercussions en termes de masse mise en suspension.

De plus, les photographies extraites des visualisations effectuées au cours des chutes à l'aide d'une caméra rapide nous ont permis de décrire la mise en suspension de manière phénoménologique. Ceci a confirmé que, comme vu dans notre étude bibliographique, la mise en suspension s'effectue au cours de deux phénomènes physiques distincts que sont l'écoulement dans l'air et l'impact.

Dans une dernière partie, nous avons comparé nos données aux corrélations empiriques de la littérature retenues lors de notre synthèse bibliographique. Cette confrontation a montré que ces corrélations ne sont pas valides, dans leur description actuelle, pour l'évaluation de la mise en suspension pour le cas de poudres différent de celles à partir desquelles elles ont été élaborées. Suite à cette constatation, nous avons ainsi proposé des

corrélations empiriques permettant de calculer la fraction massique mise en suspension dans nos conditions expérimentales. Compte tenu de la variabilité importante du phénomène étudié, nous pouvons considérer que nos corrélations, bien que simples dans leur description, sont tout à fait satisfaisantes et représentent correctement nos résultats expérimentaux.

Les travaux que nous avons réalisés au cours de notre étude ont eu divers apports qui sont présentés dans la liste suivante :

- Des résultats originaux de mise en suspension car nos résultats prennent en compte l'évolution que peut subir un aérosol après sa mise en suspension, à partir desquels nous avons pu déterminer des coefficients plus réalistes et caractériser le terme source de contamination.

- Nous avons de plus présenté dans ce travail des mesures de distributions granulométriques des particules mises en suspension sur une gamme beaucoup plus étendue que celles disponibles à l'heure actuelle dans les études de la littérature scientifique.

- Les données caractérisent de façon complète le terme source de mise en suspension. Elles pourront par la suite être utilisées dans divers codes de calculs (transfert d'aérocontamination et exposition professionnelle) ainsi que pour les analyses de sûreté des procédés industriels et notamment dans le domaine nucléaire.

- Par ailleurs, nous avons pu constater que les valeurs de fractions massiques mises en suspension déterminées lors de notre étude expérimentale, sont dans l'ensemble supérieures à la valeur de 10^{-3} qui est la « valeur enveloppe de référence » actuellement en vigueur dans les analyses de sûreté effectuées en vue du dimensionnement des installations.

- L'originalité de notre étude tient aussi au fait que nous avons réalisé des expériences de chutes, à moyenne échelle, selon deux types de déversement. Nous rappelons que, parmi l'ensemble des travaux recensés au cours de notre synthèse bibliographique, nous n'avons

trouvé que deux études comparant ces deux modes de déversement et qui ont été réalisées à l'aide d'un dispositif de laboratoire et à grande échelle dans une enceinte expérimentale.

- De plus, au cours de nos travaux, il s'est avéré nécessaire de développer une méthode de traitement des données, sous forme d'un outil informatique, afin de pouvoir obtenir des valeurs de coefficients de mise en suspension prenant compte de l'évolution subie par l'aérosol au cours du prélèvement. Cette méthode de traitement nous a aussi permis de déterminer les distributions granulométriques des aérosols mis en suspension au cours de la chute, qui sont des données primordiales pour la caractérisation du terme source de contamination particulaire. Par ailleurs, cet outil informatique est aisément utilisable et adaptable afin de prendre en compte divers mécanismes pouvant entrer en jeu dans l'évolution des aérosols.

L'ensemble des résultats acquis au cours de notre étude, ainsi que ceux disponibles dans la littérature scientifique, montre que la mise en suspension de particules est un phénomène très complexe dépendant d'une multitude de paramètres à la fois liés aux matériaux (en raison de leurs propriétés physico-chimiques) mais aussi aux dispositifs utilisés pour la réalisation des essais (tambour rotatif, dispositif de chute, de renversement ou de dispersion, etc.) et à leurs paramètres de fonctionnement (hauteur, débit de balayage en air, vitesse de rotation, nombre de déflecteurs internes, volume du dispositif méthode de collecte des particules mises en suspension, méthode de mesure, échantillonnage des poussières, etc.). De plus, jusqu'à un certain degré, la littérature est quelque peu contradictoire dans ce qui cause la mise en suspension d'un matériau pulvérulent.

Ainsi, il semble difficile de pouvoir généraliser et prédire la mise en suspension d'un matériau par la simple comparaison avec un autre, même s'ils ont des caractéristiques similaires. A l'heure actuelle, l'évaluation de la mise en suspension d'un matériau nécessite d'effectuer des tests de dispersion sur celui-ci. De plus, il convient aussi d'effectuer les tests dans des conditions proches de celles qui sont utilisées en situation réelle. Nous avons en effet constaté, au cours de notre revue bibliographique, des variabilités en termes de niveaux de mise en suspension relativement importantes d'un type de dispositif à un autre, mais aussi pour un même dispositif selon le mode de déversement. Par exemple, s'il s'agit d'évaluer

l'émission de poussières d'un matériau lors d'un procédé consistant en un mélange, on choisira préférentiellement de réaliser des essais à l'aide d'un dispositif de type tambour rotatif. En revanche, pour des opérations de remplissage de conteneur, le choix se portera dans ce cas sur un dispositif de chute ou de renversement.

Par ailleurs, il convient d'adapter au mieux les techniques de prélèvement et de mesure des aérosols mis en suspension par rapport à l'information qui est recherchée. En effet, si l'on souhaite caractériser le terme source de mise en suspension, on s'attachera donc à réaliser un prélèvement total des particules émises afin de disposer d'informations les plus complètes possibles notamment en termes de distributions granulométriques. En revanche, si le but des essais est de déterminer les caractéristiques de la mise en suspension vis-à-vis des risques pour la santé, on réalisera dans ce cas un échantillonnage du nuage de particules en utilisant des techniques permettant d'effectuer la discrimination des différentes fractions conventionnelles.

Les perspectives de ce travail sont nombreuses et la liste suivante en présente quelques-unes, parmi les plus intéressantes et nécessaires pour une meilleure compréhension du phénomène de mise en suspension, mais n'est en aucun cas exhaustive tant cette thématique est en plein essor. Ainsi, notre étude et les résultats expérimentaux obtenus, nous conduisent à proposer, sur le sujet, les axes suivants de recherches pour l'avenir :

- Réaliser des expériences de chutes selon les deux modes de déversements étudiés ici et dans les mêmes conditions avec un nombre plus important de poudres et notamment des poudres monodispersées afin de déterminer les maxima d'émissivité pour un matériau donné.

- Il serait, par ailleurs, intéressant d'étendre la gamme de variation des paramètres pour les différents matériaux étudiés et de réaliser des mesures dans les dispositifs de laboratoires venant d'être normalisés, ce qui permettrait de pouvoir comparer de façon plus adéquate les résultats obtenus sur d'autres matériaux qui vont être par la suite disponibles dans la littérature. Néanmoins, il convient d'être prudent car les mesures effectuées à l'aide de ces types de dispositifs peuvent se révéler ne pas être représentatives des niveaux de

contaminations particulières effectivement rencontrés dans les domaines industriels comme l'on montré Heitbrink *et al.* (1990).

- Réaliser un même type d'étude mais en considérant, dans ce cas, les fractions conventionnelles des aérosols mis en suspension afin de pouvoir déterminer de manière plus fiable les répercussions potentielles en termes d'hygiène du travail.

- La transposition de ces informations à des essais à échelle réelle représente aussi une perspective non négligeable et la mise en œuvre du protocole expérimental développé lors de cette étude sur une installation de plus grande échelle est envisageable. L'effet d'échelle sur les coefficients de mise en suspension et sur la granulométrie des particules émises est cependant à étudier. Ceci permettrait de pouvoir envisager des configurations plus complexes comme celles pouvant être rencontrées lors de situations réelles, où les locaux présentent souvent des géométries complexes avec la présence d'obstacles que sont les diverses unités composant les chaînes de procédés, la mise en œuvre d'un système d'épuration, la présence d'opérateurs, etc.

- Il serait aussi intéressant d'élargir le domaine d'application de notre travail en appréciant notamment l'influence de paramètres non étudiés ici tels que le contenu en eau des poudres ou bien leur granulométrie ou bien encore la géométrie du verseur. En effet, nous avons réalisé des chutes à partir de verseurs ayant des sections circulaires or il existe également des systèmes de vidanges dont les sections sont carrées ou rectangulaires.

- La réalisation d'une étude du même type en actif en utilisant des poudres radioactives réelles (PuO_2 , UO_2 et MO_x). Ce type d'étude permettrait de fournir des données confortant nos résultats obtenus en inactif, et ainsi de s'assurer que des poudres telles que l'alumine sont de bons simulants et peuvent être utilisés comme tel dans les études de sûreté. Ceci permettra également d'extrapoler l'inactif à l'actif.

- Étudier plus spécifiquement les effets aérauliques pendant la chute et au moment de l'impact afin de mieux appréhender l'influence de ceux-ci quant à la dispersion des particules.

- De plus, il peut aussi être envisagé de réaliser des expériences dans lesquelles la vitesse initiale de la poudre n'est pas nulle comme cela est le cas dans des dispositifs tels que les systèmes de transport.

Finalement, l'ensemble des connaissances acquises, des méthodes développées, et des résultats expérimentaux obtenus et décrits au cours de notre travail, devrait permettre d'apporter des éléments utiles pour les spécialistes de la sûreté des installations, ainsi que pour toutes les personnes confrontées à la problématique de la mise en suspension de contamination particulaire. L'étude de la mise en suspension et la détermination des caractéristiques des particules émises, comme celles que nous avons présentées (fractions massiques, concentrations numériques et distributions granulométriques), sont des données primordiales caractérisant le terme source de mise en suspension. Par la suite, il est possible d'utiliser ces données d'une part, dans les codes de transfert afin de déterminer l'évolution des contaminations particulaire au sein des locaux et d'estimer les conséquences de ce terme source de contamination sur l'opérateur, les installations avoisinantes et, le cas échéant, l'environnement, et d'autre part, dans des codes plus spécifiques de l'hygiène du travail afin d'évaluer les expositions potentielles des opérateurs aux poussières émises aux divers postes de travail suivant les différentes voies d'entrée possibles : inhalation, ingestion ou contact cutané (voie transdermique).

En effet, pour pouvoir utiliser de manière la plus satisfaisante possible ces outils et obtenir des prédictions les plus réalistes possibles, il faut pour cela disposer de données les plus réalistes possibles aussi bien en termes de niveau global de mise en suspension (fractions massiques ou concentrations numériques) qu'en termes de distributions granulométriques des particules mises en jeu.

Références bibliographiques

Abbasi T. et Abbasi S.A. (2007). Dust explosions – cases, causes, consequences, and control. *Journal of Hazardous Materials*, **140**, 7-44.

Abdullah E. C. et Geldart D. (1999). The use of bulk density measurements as flowability indicators. *Powder Technology*, **102**, 151-165.

ACGIH (American Conference of Governmental Industrial Hygienists) (1996). Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents and Biological Exposure Indices. American Conference of Governmental Industrial Hygienists, ACGIH, Cincinnati, Ohio.

Adler W.F. (1995). Particulate impact damage predictions. *Wear*, **186-187**, 35-44.

AFNOR NF X11-666 (1984). Analyse granulométrique-Méthodes par diffraction laser-Partie 1 : principes généraux. NF ISO 13320-1, Septembre 2000.

AFNOR NF X 11-670 (1989). Granulométrie-Analyse granulométrique de particules en suspension dans un électrolyte par compteur à variation de résistance. NF X11-670, Septembre 1989.

AFNOR (2005). PR EN NF 15051 : Atmosphères des lieux de travail — Mesure du pouvoir de resuspension des matériaux pulvérulents en vrac — Exigences et méthodes références d'essai.

Allen M. D. et Raabe O. G. (1982). Re-evaluation of Millikan's oil drop data for the motion of small particles in air. *J. Aerosol Sci.*, **6**, 537-547.

Allen M. D. et Raabe O. G. (1985a). Slip correction measurements for aerosol particles of doublet and triangular triplet aggregates of spheres. *J. Aerosol Sci.*, **16**, 57-67.

Allen M. D. et Raabe O. G. (1985b). Slip correction measurements of spherical solid aerosol particles in an improved Millikan Apparatus. *Aerosol Science and Technology*, **4**, 269-286.

Allen T. (1990). *Particle size measurement*. 4th ed. Chapman and Hall. Powder Technology series.

Andreasen A.H.M., Hofman-Bang N. et Rasmussen N.H. (1939). Über das Stäubungsvermögen der Stoffe (The dust-generating capacity of materials). *Colloid & Polymer Science*, Kolloid zeitschrift, **86**, 70-77.

Authier-Martin M. (1989). Alumina handling dustiness. *Light Metals 1989* : Proceedings of sessions, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers (AIME) Annual Meeting, Metallurgical Soc. of AIME, Warrendale, Pa, 103-111.

Bagnold R.A. (1954). *The physics of blown sand and desert dunes*. Ed. Methuen & Co. LTD, London. First published 1941. reprinted 1954.

Ballinger M.Y., Buck J.W., Owczarski P.C. et Ayer J.E. (1988). Methods for describing airborne fractions of free fall spills of powders and liquids. Pacific Northwest Laboratories, Richland, WA, NUREG/CR-4997, TI88 0047796, 45 pages.

Bargiel M. et Tory E.M. (2001). Packing fraction and measures of disorder of ultradense irregular packings of equal spheres. II. Transition from dense random packing. *Advanced Powder Technology*, **12**, 533–557.

Baron P.A. et Willeke K. (2001). *Aerosol Measurement : Principles, Techniques, and Applications*, edited by P.A. Baron and K. Willeke. Ed. John Wiley & Sons, Inc., New York.

Batchelor G. K. (1988). A new theory of the instability of a uniform fluidized bed. *Journal of Fluid Mechanics*, **193**, 75-110.

Batchelor G. K. (1993). Secondary instability of a gas-fluidized bed. *Journal of Fluid Mechanics*, **257**, 359-371.

Ben Aïm R. et Le Goff P. (1968/69). La coordinance des empilements désordonnés de sphères. Application aux mélanges binaires de sphères. *Powder Technology*, **2**, 1-12.

Berryman J.G. (1983). Definition of dense random packing. Dans *Advances in the mechanics and the flow of granular materials*. Shahinpoor M., Gulf Publishing Company.

Bertho Y., Giorgiutti-Dauphiné F., Raafat T., Hinch E.J., Herrmann H.J. et Hulin J.-P. (2002). Powder flow down a vertical pipe: the effect of air flow. *J. Fluid Mech.*, **459**, 317-345.

Bertho Y., Giorgiutti-Dauphiné F. et Hulin J.-P. (2003). Intermittent dry granular flow in a vertical pipe. *Physics of Fluids*, **15**, 3358-3369.

Bideau D. et Ammi M. (2001). Ecoulements gravitaires : sabliers et silos. Dans *Mécanique des milieux granulaires*, Lanier J., Ed. Hermes Science, Paris.

Bideau D. et Ammi M. (2003). Stockage (silos), écoulement et extraction. Dans *Technologie des pulvérulents dans les IAA*, Melcion J.-P. et Iliari J.-L., Ed. Tec & Doc Lavoisier, Sciences et techniques agro-alimentaires.

Binnig G., Quate C.F. et Gerber C.H. (1986). Atomique Force Microscope, *Phys. Rev. Lett.*, **56**, 930-933.

Bonamy D., Laurent L., Claudin P., Bouchaud J.-P. et Daviaud F. (2000). Electrical conductance of a 2D packing of metallic beads under thermal perturbation. *Europhys. Lett.*, **51**, 614-620.

- Boundy M., Leith D. et Polton T. (2006). Method to Evaluate the Dustiness of Pharmaceutical Powders. *Ann. Occup. Hyg.*, **50**, 453-458.
- Breum N.O. (1999). The rotating drum Dustiness tester: variability in dustiness in relation to sample mass, testing time, and surface adhesion. *Ann. Occup. Hyg.*, **43**, 557-566.
- Bricard J. (1977). Physique des aérosols - 1^{ère} et 2^{ème} partie. *Rapports CEA-R-4831(1) et CEA-R-4831(2)*.
- Brossard J.-P. (1997). Mécanique générale - Dynamique : théorie classique du choc. *Techniques de l'ingénieur*, A1668.
- Brown R.L. et Richards J.C. (1970). Principles of powder mechanics : essays on the packing and flow of powders and bulk solids. Ed. Pergamon Press, Oxford.
- Buckley R.L. et Loyalka S.K. (1989). Cunningham correction factor and accommodation coefficient : interpretation of Millikan's data. *J. Aerosol Sci.*, **20**, 347-349.
- Burdett G.J., Chung K.Y.K., Mark D., Armbruster L.A. et Breum N.O. (2000) Development of a method for dustiness testing, Final report on EU contract SMT4-CT96-2074, *HSL report IR/L/MF/00/11*.
- Cambou B. et Jean M. (2001). *Micromécanique des matériaux granulaires*. Ed. Hermes Science Publication, Traité MIN Série Géomatériaux, Paris.
- Carr R.L. (1965). Evaluating flow properties of solids. *Chem. Eng.*, **72**, 163-168.
- Carr R.L. (1965). Classifying flow properties of solids. *Chem. Eng.*, **72**, 69-72.
- Carr R.L. (1976). Powder and granule properties and mechanics. Dans *Gas-Solids Handling in the process industries*, Marchello J.M. et Gomezplata A. (EDS.), New York, U.S.A., Marcel Dekker, INC 8), 13-88.
- Carlson K.H., Herman D.R., Markey T.F., Wolff R.K. et Dorato M.A. (1992). A comparison of two dustiness evaluation methods. *Am. Ind. Hyg. Ass. J.*, **53**, 448-454.
- Castel B. (1995). Mise en forme des solides - Aspects théoriques. *Techniques de l'ingénieur*, J3380.
- Castor W. et Gray A. (1990). Evaluating the dustiness of powders. *Powder Handling & Processing*, **2**, 145-148.
- CEN (Comité Européen de Normalisation) (1993). Workplaces atmospheres: Size fraction definitions for measurements of airborne particles in the workplace. Comité Européen de Normalisation, CEN standard EN 481, CEN, Bruxelles, Belgique.
- Chambers A.J. (1989). The measurement of alumina dustiness. *Powder Handling & Processing*, **1**, 381-387.

- Chambers A.J. (1992). Assessment of alumina dustiness. *Powder Handling & Processing*, **4**, 47-52.
- Chen K., Cole J., Conger C., Draskovic J., Lohr M., Klein K., Scheidemantel T. et Schiffer P. (2006). Packing grains by thermal cycling. *Nature*, **442**, 257.
- Cheng L. (1973). Formation of airborne – respirable dust at belt conveyor transfer points. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, 540-546.
- Chung K.Y.K. et Burdett G.J. (1994). Dustiness testing and moving towards a biologically relevant dustiness index. *Ann. Occup. Hyg.*, **38**, 945-949.
- Chung K.Y.K. (2000). Variability in dustiness in relation to environmental variables : effect of relative humidity and charging on dustiness. Dans Burdett G.J., Chung K.Y.K., Mark D., Armbruster L.A. et Breum N.O. (2000) Development of a method for dustiness testing, Final report on EU contract SMT4-CT96-2074, HSL report IR/L/MF/00/11.
- Chung K.Y.K. et Brammer J. (2001). Effect of relative humidity and electrostatic charge on the dustiness of powdery materials. *ISSA Conference*, Toulouse, juin 2001.
- Claudin P., Bouchaud J.-P., Cates M.E. et Wittmer J.P. (1998). Models of stress fluctuations in granular media. *Physical review E*, **57**, 4441-4457.
- Claudin P. (1999). *La physique des tas de sable*. Annales de Physique, vol. 24, n°2. EDP Sciences, Les Ulis.
- Cooper D.W. et Horowitz M. (1986). Exposures from indoor powder releases : models and experiments. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **47**, 214-218.
- Cooper P. et Arnold P.C. (1995). Air entrainment and dust generation from a falling stream of bulk material. *KONA*, **13**, 125-134.
- Cowherd C. Jr, Grelinger M.A., Englehart P.J., Kent R.F. et Womg K.F. (1989a). An apparatus and methodology for predicting the dustiness of materials. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **50**, 123-130.
- Cowherd C. Jr, Grelinger M.A., Englehart P.J. et Womg K.F. (1989b). Dust inhalation exposures from the handling of small volumes of powders. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **50**, 131-138.
- Crowe C.T. (2005). *Multiphase Flow Handbook*. CRC, Taylor & Francis.
- Crump J.G. et Seinfeld J.H. (1981). Turbulent deposition and gravitational sedimentation of an aerosol in a vessel of arbitrary shape. *J. Aerosol Sci.*, **12**, 405-415.
- Crump J.G., Flagan R.C. et Seinfeld J.H. (1983). Particle wall loss rates in vessels. *Aerosol Science and Technology*, **2**, 303-309.

- Davies C. N. (1966). *Aerosol Science*. Ed. Academic Press, London and New York.
- Davies K.M., Hammond C.M., Higman R.W. et Wells A.B. (1988). Progress in dustiness estimation. *Ann. Occup. Hyg.*, **32**, 535-544.
- de Gennes P.G. (1998). Reflections on the mechanics of granular matter. *Physica A*, **261**, 267-293.
- de Gennes P.G. (1999). Granular matter: a tentative view. *Reviews of Modern Physics*, **71**, S374-S382
- de Ryck A., Condotta R. et Dodds J. A. (2005). Shape of a cohesive granular heap. *Powder Technology*, **157**, 72-78.
- Dennis R. et Bubenick D.V. (1983). Fugitive emissions control for solid materials handling operations. *Journal of the Air Pollution Control Association*, **33**, 1156-1161.
- Destoop T. (1999). Manutention pneumatique de produits en vrac. *Techniques de l'ingénieur*, AG7510.
- Destoop T. (2003). Manutention pneumatique des produits pulvérulents. Dans *Technologie des pulvérulents dans les IAA*, Melcion J.-P. et Iliari J.-L., Ed. Tec & Doc Lavoisier, Sciences et techniques agro-alimentaires.
- DOE Handbook (1994). Airborne release fractions/rates and respirable fractions for nonreactor nuclear facilities. U.S. Department of Energy, Washington, D.C. 20585. *DOE-HDBK-3010-94, Volume 1 et 2*.
- Drescher A., Waters A.J. et Rhoades C.A. (1995a). Arching in hoppers: I. Arching theories and bulk material flow properties. *Powder Technology*, **84**, 165-176.
- Drescher A., Waters A.J. et Rhoades C.A. (1995b). Arching in hoppers: II. Arching theories and critical outlet size. *Powder Technology*, **84**, 177-183.
- Duran J. (2000). *Sands, Powders and Grains : an Introduction to the Physics of Granular Materials*. Springer Ed., New York. (traduction anglaise par Axel Reisinger).
- Duran J. (2003). *Sables émouvants - La physique du sable au quotidien*. Ed. Belin Pour la science, Paris.
- Eckhoff R.K. (1997). *Dust Explosions in the Process Industries*, 2nd ed., Butterworth-Heinemann, Oxford
- Eckhoff R.K. (2006). Differences and similarities of gas and dust explosions: A critical evaluation of the European 'ATEX' directives in relation to dusts. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, **19**, 553-560.

- Evesque P. et de Gennes P.-G. (1998). Sur la statique des silos. *C. R. Acad. Sci. Paris*, t. **326**, Série II b, 761-766.
- Farrugia T.R., Ahmed N. et Jameson G.J. (1989). A new technique for measuring dustiness of coal. *J. Coal Quality*, **8**, 51-55.
- Fayed M.E. et Otten L. (1997). *Handbook of powder science & technology*. Second edition. Ed. Chapman & Hall, New York.
- Fotiadis D., Scheuring S., Müller S.A., Engel A. et Müller D.J. (2002). Imaging and manipulation of biological structures with the AFM. *Micron*, **33**, 385-397.
- Foulquier L. et Bretheau F. (1998). *Les Installations Nucléaires et l'Environnement – Méthode d'évaluation de l'impact radioécologique et dosimétrique*. Collection IPSN, EDP Sciences.
- Friedlander S.K. (2000). *Smoke, dust and haze. Fundamentals of aerosol behavior*. Ed. John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Fuchs N.A. (1964). *The Mechanics of Aerosols*. Pergamon, New York.
- GdR MiDi (2004). On dense granular flows. *Eur. Phys. J. E*, **14**, 341-365.
- Geldart D. (1972). The effect of particle size and size distribution on the behaviour of gas-fluidised beds. *Powder Technology*, **6**, 201-215.
- Geldart D. (1973). Types of gas fluidization. *Powder Technology*, **7**, 285-292.
- Gensdarmes F., Vendel J., Witschger O. et Monatte J. (2003a). Experimental study on airborne particle release during free fall spill of powder. *J. Aerosol Sci.*, **34**, S803-S804.
- Gensdarmes F., Vendel J., Witschger O. et Monatte J. (2003b). Etude de la mise en suspension d'une poudre de billes de verre polydispersées. *Actes du 19ème Congrès Français sur les Aérosols*, ASFERA Ed., Paris, 68-73.
- Gensdarmes F., Basso G., Herlem S. et Preiss N. (2004). Etude de la mise en suspension de particules lors de scénarios d'accident de chute de poudre. Rapport IRSN/DSU/SERAC/LPMA/04-24, novembre 2004.
- Glutz A. (1995). Air Entrainment in Falling Streams of Material, BE Honours Thesis, Mechanical Engineering, University of Wollongong.
- Goodfellow H.D. et Smith, J.W. (1989). Dustiness testing - A new design approach for dust control. Proc. Second Int. Symp. *Ventilation for Contaminant Control*, 175-182.
- Gorham D.A., Salman A.D. et Pitt M.J. (2003). Static and dynamic failure of PMMA spheres. *Powder Technology*, **138**, 229– 238.

Gorham D.A. et Salman A.D. (2005). The failure of spherical particles under impact. *Wear*, **258**, 580–587.

Grace J.R., Leckner B., Zhu J. et Cheng Y. (2005). Fluidized beds. Dans *Multiphase Flow Handbook*, Chap. 5., Crowe C.T., Ed. CRC, Taylor & Francis.

Guyon E. et Troadec J.-P. (1994). *Du sac de billes au tas de sable*. Ed. Odile Jacob, Paris.

Guyon E., Hulin J.-P. et Petit L. (2001). *Hydrodynamique physique*. EDP Sciences, Nouvelle édition, revue et augmentée.

Hamaker H.C. (1937). The London-Van der Waals attraction between spherical particles. *Physica IV*, **10**, 1058-1072.

Hamelmann F. et Schmidt E. (2003). Methods of Estimating the Dustiness of Industrial Powders – A Review. *KONA*, **21**,7-18.

Hausner H.H. (1967). Friction conditions in a mass of metal powder. *Int. J. Powder Metallurgy*, **3**, 7-13.

Heinsohn R.J. (1991). *Industrial Ventilation : Engineering Principles*. Ed. John Wiley & Sons, Inc., New York.

Heitbrink W.A. (1990a). Aerosol generation by free falling powders and phantom particle creation by time-of-flight aerosol spectrometers. Ph.D. diss., University of Cincinnati.

Heitbrink W.A. (1990b). Factors that affecting the Heubach and MRI dustiness tests. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **51**, 210-216.

Heitbrink W.A., Todd W.F., Cooper T.C. et O'Brien D.M. (1990). The application of dustiness tests to the prediction of worker dust exposure. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **51**, 217-223.

Heitbrink W.A., Baron P.A et Willeke K. (1992). An investigation of dust generation by free falling powders. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **53**, 617-624.

Hemeon W. C. L. (1963). *Plant and process ventilation*. Ed. The industrial Press, New-York.

Herrmann H.J. (2002). Granular matter. *Physics A*, **313**, 188-210.

Higman R.W. (1986). Dustiness testing : a useful tool. *Ventilation '85*, Goodfellow H.D. Ed., Elsevier Science Publishers, 693-702.

Higman R.W., Schofield C. et Taylor M. (1984). Bulk materials dustiness, an important material property - Its measurement and control. *4th International Environment and Safety Conference*. Barbican Centre London.

Hinds W.C. (1999). *Aerosol Technology : properties, behavior and measurement of airborne particles*. Second edition. Ed. John Wiley & Sons, Inc., New York.

Hjemsted K. et Schneider T. (1993). Time dependent dust release during dustiness testing. *J. Aerosol Sci.*, **24**, S251-S252.

Hjemsted K. et Schneider T. (1996a). Documentation of a dustiness drum test. *Ann. Occup. Hyg.*, **40**, 627–643.

Hjemsted K. et Schneider T. (1996b). Dustiness from powder materials. *J. Aerosol Sci.*, **27**, S485-S486.

HSE (1996). Methods for the determination of hazardous substances – Dustiness of powders and materials. *Health and Safety Laboratory. HSE Health and Safety Executive, MDHS 81*.

Hutchins D.K., Harper M.H. et Felder R.L. (1995). Slip correction measurements for solid spherical particles by modulated dynamic light scattering. *Aerosol Science and Technology*, **22**, 202-218.

Ildefonse B., Allain C. et Coussot P. (1997). *Des grands écoulements naturels à la dynamique du tas de sable : introduction aux suspensions en géologie et en physique*. CEMAGREF EDITIONS, Paris.

Im K.H. et Ahluwalia R.K. (1989). Turbulent eddy deposition of particles on smooth and rough surfaces. *J. Aerosol Sci.*, **20**, 431-436.

Ishida Y. (1923). Determination of viscosities and of the Stokes-Millikan law constant by the oil-drop method. *Physical Review*, **21**, 550-563.

ISO 7708 (International Organization for Standardization) (1995). Air quality - Particle size fraction definitions for health-related sampling. International Organization for Standardization, ISO standard 7708, ISO, Geneve, Suisse.

Israelachvili J.N. (1992). *Intermolecular & surface forces*. Second edition. Ed. Academic Press, Londres.

Jameson G.J. (1984). A test for evaluating dust suppressants for coal. *Proc. Dust Suppression*.

Janhunen H., Nylander L., Heikkila P. et Raunemaa T. (1988). Improved dustiness testing using a three stage impactor. *3rd Finnish Aerosolsymposium*, Sipoo, Finland, 1-6.

Janssen H.A. (1895). Test on grains pressure in silos. *Z. Ver. Dtsch. Ing.*, **39**.

Jenike A.W. (1964). Storage and flow of solids. *The Utah Engineering Experiment Station*, University of Utah, Bulletin n°123, vol.53, n°26.

Jenike A.W. et Johanson J.R. (1969). On the theory of bin loads. *Trans. ASME., J. Eng. Ind. Ser. B*, **91**, 339-344.

- Jenike A.W., Johanson J.R. et Carson J.W. (1973a). Bin loads. Part 2: Concepts. *Trans. ASME., J. Eng. Ind. Ser. B*, **95**, 1-5.
- Jenike A.W., Johanson J.R. et Carson J.W. (1973b). Bin loads. Part 3: Mass-flow bins. *Trans. ASME., J. Eng. Ind. Ser. B*, **95**, 6-12.
- Jenike A.W., Johanson J.R. et Carson J.W. (1973c). Bin loads. Part 4: Funnel-flow bins. *Trans. ASME., J. Eng. Ind. Ser. B*, **95**, 13-16.
- Jünemann R. et Holzhauer R. (1992). The reduction of dust emissions in bulk handling installations. *Bulk Solids Handling*, **12**, 217-226.
- Kim J.H., Mulholland G.W., Kukuck S.R. et Pui D.Y.H. (2005). Slip Correction Measurements of Certified PSL Nanoparticles Using a Nanometer differential Mobility Analyzer (Nano-DMA) for Knudsen Number From 0.5 to 83. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, **110**, 31-54.
- Krupp H. (1967). Particle adhesion. Theory and experiment. *Advan. Colloid Interface Sci.*, **1**, 111-239.
- Lanier J. (2001). *Mécanique des milieux granulaires*. Ed Hermes Science Publication, Traité MIN Série Géomatériaux, Paris.
- Lanning J.S., Boundy M.G. et Leith D. (1995). Validating a model for the prediction of dust generation. *Particulate Science and Technology*, **13**, 105-116.
- Li Y., Xu Y. et Thornton C. (2005). A comparison of discrete element simulations and experiments for ‘sandpiles’ composed of spherical particles. *Powder Technology*, **160**, 219-228.
- Libmann J. (1996). *Eléments de Sécurité Nucléaire*. Collection IPSN, les Editions de Physique.
- Liden G. (2006). Dustiness Testing of Materials Handled at Workplaces. *Ann. Occup. Hyg.*, **50** (5), 437-439.
- Liu Z., Wypych P. et Cooper P. (1999). Dust generation and air entrainment in bulk materials handling- A review. *Powder Handling & Processing*, **11**, 421-425
- Liu Z.Q. (2003). Air entrainment in free falling bulk materials. University of Wollongong – Faculty of Engineering – Australia.
- Lundgren D.A. (1986). A measurement technique to quantitate fugitive dust emission from handling of granular products. *J. Aerosol Sci.*, **17**, 632-634.
- Lundgren D.A. et Rangaraj C.N. (1986). A method for the estimation of fugitive dust emission potentials. *Powder Technology*, **47**, 61-69.

Lundgren D.A. et Rangaraj C.N. (1988). Fugitive dust control for phosphate fertilizer. Final report, Publication No. 01-015-069, University of Florida.

Lyons C.P. et Mark D. (1992). An evaluation of the roaches 'dust particle apparatus' dustiness testing equipment. *HSE contract research report N° 40/1992*.

Lyons C.P., Mark D., Chung K.Y.K. et Burdett G. (1992). The application of health-related size fractions to dustiness measurement. *J. Aerosol Sci.*, **23**, S607-S610.

Lyons C.P. et Mark D. (1994). Development and testing of a procedure to evaluate the dustiness of powders and dust in industrial use. *HSE contract research report N° 62/1994*.

Lyons C.P., Adams M., Fish J., Chung K., Brammer J., Hammond C., Keetch S. et Sehti S. (1996). Further Development and Testing of the HSE/WSL Health Related Dustiness Tester. *AEA Technology publication*, a report to the Health and Safety Executive.

Magonov S.N. et Reneker D.H. (1997). Characterization of polymer surfaces with atomic force microscopy. *Annu. Rev. Mater. Sci.*, **27**, 175-222.

Melcion J.-P. et Iliari J.-L. (2003). *Technologie des pulvérulents dans les IAA*. Ed. Tec & Doc Lavoisier, Sciences et techniques agro-alimentaires.

Millikan R. A. (1923). Coefficients of slip in gases and the law of reflection of molecules from the surfaces of solids and liquids. *Physical Review*, **21**, 217-238.

Miyajima T., Yamamoto K.-I. et Sugimoto M. (2001). Effect of particle shape on packing properties during tapping. *Advanced Powder Technology*, **12**, 117-134.

Molerus O. (1982). Interpretation of Geldart's type A, B, C and D powders by taking into account interparticle cohesion forces. *Powder Technology*, **33**, 81-87.

Morrison J.N. (1971). Controlling dust emissions at belt conveyor transfer points. Society of mining engineers, AIME. *Transactions*, **250**, 47-53.

Morton B., Taylor G. et Turner J. (1956). Turbulent gravitational convection from maintained and instantaneous sources. *Proc. Royal Soc. London, Series A*, 234A, 1-22.

Nedderman R.M. (1992). *Statics and kinematics of granular materials*. Ed. Cambridge University Press.

Nolan G.T. et Kavanagh P.E. (1995). Random packing of nonspherical particles. *Powder Technology*, **84**, 199-205.

Nomura Y., Hopke P. K., Fitzgerald B. et Mesbah B. (1997). Deposition of particles in a chamber as a function of ventilation rate. *Aerosol Science and Technology*, **27**, 62-72.

Ovarlez G. (2003). Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné dans une colonne. *Rhéologie*, **3**, 30-38.

- Pell M. (1990). *Gas fluidization*. Elsevier Science Publishers, collection Handbook of Powder Technology, volume **8**.
- Perra S. (1984). Measurement of sandy alumina dustiness. *Light metals* - a publication of the Metallurgical Society of AIME, 269-286.
- Philippe P. (2002). Etude théorique et expérimentale de la densification des milieux granulaires. Thèse de doctorat de l'université de RENNES I.
- Plinke M.A.E., Leith D., Holstein D.B. et Boundy M.G. (1991). Experimental examination of the factors that affect dust generation. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **52**, 521-528.
- Plinke M.A.E., Maus R. et Leith D. (1992). Experimental examination of factors that affect dust generation by using Heubach and MRI testers. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **53**, 325-330.
- Plinke M.A.E., Leith D., Goodman R.G. et Löffler F. (1994a). Particle separation mechanisms in flow of granular material. *Particulate Science and Technology*, **12**, 71-87.
- Plinke M.A.E., Leith D., Hathaway R. et Löffler F. (1994b). Cohesion in Granular Materials. *Bulk Solids Handling*, **14**, 101-106.
- Plinke M.A.E., Leith D., Boundy M.G. et Löffler F. (1995). Dust generation from handling powders in industry. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **56**, 251-257.
- Pruppacher H.R. et Klett J.D. (1997). *Microphysics of clouds and precipitations*. 2nd Edition, Kluwer Academic publisher, Dordrecht.
- Pujara C.P. (1997). Determination of factors that affect generation of airborne particles from bulk pharmaceutical powders. Ph. D., Purdue University.
- Rader D. J. (1990). Momentum slip correction factor for small particles in nine common gases. *J. Aerosol Sci.*, **21**, 161-168.
- Renoux A. et Boulaud D. (1998). *Aérosols : physique et métrologie*. Ed. Lavoisier Tec & Doc, Paris.
- Renoux A. et Boulaud D. (2003a). Physique des aérosols-Partie 1. *Techniques de l'ingénieur*, AF3612.
- Renoux A. et Boulaud D. (2003b). Physique des aérosols-Partie 1. *Techniques de l'ingénieur*, AF3613.
- Reynaud C. (2001). Etude de l'adhésion et de l'indentation par Microscopie à Force Atomique (AFM) sur des surfaces de polypropylène traitées par PLASMA. Thèse de l'Université Claude Bernard – Lyon 1

Rivoal J.-C. et Fretigny C. (2005). Microscopie à force atomique (AFM). *Technique de l'ingénieur*, R1394.

Ruzer L.S. et Harley N.H. (2004). *Aerosols Handbook. Measurement, Dosimetry, and Health Effects*. Crc Press Llc; 1st edition.

Salman A.D, Gorham D.A. et Verba A. (1995). A study of solid particle failure under normal and oblique impact. *Wear*, **186-187**, 92-98.

Salman A.D, Hounslow M.J. et Verba A. (2002). Particle fragmentation in dilute phase pneumatic conveying. *Powder Technology*, **126**, 109-115.

Salman A.D., Reynolds G.K., Fu J.S., Cheong Y.S., Biggs C.A., Adams M.J., Gorham D.A., Lukenics J. et Hounslow M.J. (2004). Descriptive classification of the impact failure modes of spherical particles. *Powder Technology*, **143-144**, 19-30.

Samimi A., Moreno R. et Ghadiri M. (2004). Analysis of impact damage of agglomerates: effect of impact angle. *Powder Technology*, **143-144**, 97-109.

Santomaso A., Lazzaro P., Canu P. (2003). Powder flowability and density ratios: the impact of granules packing. *Chemical Engineering Science*, **58**, 2857-2874.

Scheuring S., Müller D.J., Stahlberg H., Engel H.-A. et Engel A. (2002). Sampling the conformational space of membrane protein surfaces with the AFM. *Eur. Biophys. J.*, **31**, 172-178.

Scheuring S. (2006). AFM studies of the supramolecular assembly of bacterial photosynthetic core-complexes. *Current Opinion in Chemical Biology*, **10**, 387-393.

Schofield C. (1981). Dust generation and control in materials handling. *Bulk Solids Handling*, Vol. 1, 3, 419-427.

Schulze D. (1996a). Measuring powder flowability : a comparison of test methods, part 1. *Powder Bulk Eng.*, **10**, 45-61.

Schulze D. (1996b). Measuring powder flowability : a comparison of test methods, part 2. *Powder Bulk Eng.*, **10**, 17-28.

Schwedes J. (1996). Measurement of flow properties of bulk solids. *Powder Technology*, **88**, 285-290.

Schwedes J. (2000). Testers for Measuring Flow Properties of Particulate Solids. *Powder Handling & Processing*, **12**, 337-354.

Schwedes J. (2004). Review on testers for measuring flow properties of bulk solids. *Granular Matter*, **5**, 1-43

- Sethi S.A. et Schneider T. (1996). A gas fluidization dustiness tester. *J. Aerosol Sci.*, **27**, S305-S306.
- Sethi S.A. (1997). Generation of small particles by gas fluidization. *J. Aerosol Sci.*, **28**, S539-S540.
- Seville J.P.K., Willett C.D. et Knight P.C. (2000). Interparticle forces in fluidisation : a review. *Powder Technology*, **113**, 261-268.
- Shahinpoor M. (1983). *Advances in the mechanics and the flow of granular materials*. Gulf Publishing Company, vol. 1 and vol. 2.
- Shakourzadeh K. (2002). Techniques de fluidisation. *Techniques de l'ingénieur*, J3390.
- Shimada M., Okuyama K et Kousaka Y. (1989). Influence of particle inertia on aerosol deposition in a stirred turbulent flow field. *J. Aerosol Sci.*, **20**, 419-429.
- Sippola M.R. (2002). Particle deposition in ventilation ducts. Ph.-D., University of California, Berkeley.
- Sippola M.R. et Nazaroff W.W. (2002). Particle deposition from turbulent flow : review of published research and its applicability to ventilation ducts in commercial buildings. Lawrence Berkeley National Laboratory Report, LBNL-51432.
- Sutter S.L., Johnston J.W. et Mishima J. (1981). Aerosol generated by free fall spills of powders and solutions in static air. Pacific Northwest Laboratories, Richland, WA, NUREG/CR-2139, PNL-3786, 73 pages.
- Sutter S.L., Johnston J.W. et Mishima J. (1982). Investigation of accident –generated aerosols: releases from free fall spills. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **43**, 540-544.
- Sutter S.L., Ballinger M.Y., Halverson M.A. et Mishima J. (1983). Accident-generated radioactive particle source term development for consequence assessment of nuclear fuel cycle facilities. Pacific Northwest Laboratories, Richland, WA, PNL-SA-11243.
- Swancutt D. et Mark D. (2000). Variability in dustiness in relation to dust variables : effect of material moisture content. Dans Burdett G.J., Chung K.Y.K., Mark D., Armbruster L.A. et Breum N.O. (2000). Development of a method for dustiness testing, Final report on EU contract SMT4-CT96-2074, HSL report IR/L/MF/00/11.
- Tomas J. (2004). Product design of cohesive powders – Mechanical properties, compression and flow behaviour. *Chem. Eng. Technol.*, **27**, 605-618.
- Tory E.M. et Jodrey W.S. (1983). Comments on some types of random packing. Dans *Advances in the mechanics and the flow of granular materials*. Shahinpoor M., Gulf Publishing Company, vol. 1 and vol. 2.

Tooker G.E. (1992). Controlling fugitive dust emissions in material handling operations. *Bulk Solids Handling*, **12**, 227-232.

Upton S.L., Hall D.J. et Marsland G.W. (1990). Some experiments on material dustiness. *Proc. Aerosol Soc. Annual Conf. University of Surrey*, U.K., 9-12 April.

Vanel L. et Clément E. (1999). Pressure screening and fluctuations at the bottom of a granular column. *Eur. Phys. J. B*, **11**, 525-533.

Vanel L., Howell D., Clark D., Behringer R.P. et Clément E. (1999). Memories in sand : Experimental tests of construction history on stress distributions under sandpiles. *Physical Review E*, **60**, 5, R5040-R5043.

Vanel L., Claudin Ph., Bouchaud J. Ph., Cates M. E., Clément E. et Wittmer J. P. (2000). Stresses in silos : comparison between theoretical models and new experiments. *Physical Review Letters*, **84**, 1439-1442.

Vincent J. H. (1989). *Aerosol sampling science and practice*. Ed. John Wiley & Sons, Inc., New York.

Visser J. (1972). On Hamaker constants : a comparison between Hamaker constants and Lifshitz-Van der Waals constants. *Advan. Colloid Interface Sci.*, **3**, 331-363.

Visser J. (1989). An invited Review – Van der Waals and other cohesive forces affecting powder fluidization. *Powder Technology*, **58**, 1-10.

Wang Z., Kwauk M. et Li H. (1998). Fluidization of fine particles. *Chemical Engineering Science*, **53**, 377-395.

Wells A.B. et Alexander D.J. (1978). A method for estimating the dust yield of powder. *Powder Technology*, **19**, 271-277.

Westborg S. et Cortsen C.E. (1990). Determination of dustiness of coal by rotating drum method. *J. Coal Quality*, **9**, 77-81.

Williams M.M.R. et Loyalka S.K. (1991). *Aerosol Science ; theory and practice : with special applications to the nuclear industry*. Ed. Pergamon Press, Oxford.

Witschger O., Wrobel R., Fauvel S., Basso G. et Gensdarmes F. (2002). Détermination expérimentale de facteurs de forme dynamique par comparaison des techniques Coulter et impacteur en cascade. *Actes du 18^{ème} Congrès Français sur les Aérosols*, ASFERA Ed., Paris.

Wong A.C.-Y. (2000). Characterisation of the flowability of glass beads by bulk densities ratio. *Chemical Engineering Science*, **55**, 3855-3859.

Wong A.C.-Y. (2002). Use of angle of repose and bulk densities for powder characterization and the prediction of minimum fluidization and minimum bubbling velocities. *Chemical Engineering Science*, **57**, 2635-2640.

Wu Y., Fan Z. et Lu Y. (2003). Bulk and interior packing densities of random close packing of hard spheres. *Journal of Materials Science*, **38**, 2019-2025.

Wypych P., Cook D. et Cooper P. (2005). Controlling dust emissions and explosion hazards in powder handling plants. *Chemical Engineering and Processing*, **44**, 323–326.

Zenz F.A. (1997). Fluidization phenomena and fluidized bed technology. Dans *Handbook of powder science & technology*. Fayed M.E. et Otten L..Second edition. Ed. Chapman & Hall, New York.

Zimon A.D. (1982). *Adhesion of dust and powder*. Second Edition, Consultants Bureau, New York.

Zou R. P. et Yu A. B. (1996). Evaluation of the packing characteristics of mono-sized non-spherical particles. *Powder Technology*, **88**, 71-79.

Etude de la mise en suspension de particules par chute de poudre

RESUME

Cette étude s'inscrit dans le cadre général des travaux liés à la sûreté des installations industrielles. En effet, divers procédés industriels, notamment dans l'industrie nucléaire, manipulent des matières sous forme de poudres et peuvent produire des poussières. L'étude de la mise en suspension de particules à partir de poudres présente un intérêt de premier ordre afin d'estimer les conséquences de ce terme source de contamination sur l'opérateur, les installations avoisinantes et, le cas échéant, l'environnement. A l'heure actuelle, il existe assez peu de données disponibles dans la littérature scientifique sur l'émission de particules dans le cas d'un scénario de chute de poudre et l'évaluation est réalisée à l'aide de coefficients expérimentaux ou à l'aide de corrélations empiriques.

L'objectif du travail est d'étudier l'influence de quelques paramètres impliqués dans l'émission de particules par chute de poudre. Pour cela, des expériences sont réalisées afin d'étudier l'influence de paramètres tels que le mode de déversement, la nature de la poudre, le type de surface d'impaction, le diamètre du verseur et la masse initiale de poudre.

Les résultats de fractions massiques et de concentrations numériques obtenus ont mis en évidence les paramètres prépondérants en fonction du type de déversement employé. Par la suite, les comparaisons de nos résultats avec les corrélations disponibles dans la littérature ont montré que celles-ci conduisaient à une sous-estimation de la mise en suspension. Ceci nous a donc amené à développer, à partir de l'ensemble des données expérimentales, des corrélations empiriques prenant en compte les paramètres étudiés ainsi que les interactions.

Mots clés : Mise en suspension - Poudres - Aérosol - Phénoménologie - Corrélation empirique - Fraction massique - Concentration numérique - Distribution granulométrique

Study of airborne particle generated by free falling powder

ABSTRACT

This study comes within the general framework of industrial facilities' safety research. Indeed, industrial processes, notably in the nuclear field, handle hazardous materials in powder form and can produce large quantities of fugitive dust. The study of the particles resuspension from powders is of interest of first order in order to estimate the consequences of this source term of contamination on the operator, the neighbouring installations and, if necessary, the environment.

Up to now, there are very few reliable data in the scientific literature on the particulate emission in case of a scenario with an accidental free fall spill of powder. The powder dustiness evaluation is carried out using coefficients obtained in experiments, or using empirical correlations.

The objective of the present work is to study the influence of some parameters involved in the airborne particles production by a free fall of powder. For that purpose, experiments are carried out in order to study the influence of parameters such as the type of discharge, the powder nature, the type of surface on which occurs the powder impaction, the system diameter used for discharge, and the falling mass.

The results of mass fractions and number concentrations obtained highlighted the dominating parameters according to the type of discharge employed. Thereafter, the comparisons between our results and the empirical correlations available in the literature showed that those led to an undervaluation of the powder dustiness. This thus led us to develop, starting from the whole of experimental data, empirical correlations taking into account the various parameters studied as well as the interactions.

Keywords : Dustiness - Powders - Aerosol - Phenomenology - Empirical Correlation - Mass Fraction - Number Concentration - Size Distribution
