

scientifique & technique
note
note scientifique
& technique
scientifique
technique

**Validation d'une méthode
de mesurage de la pulvérulence
des poudres en fractions
conventionnelles d'aérosol**

Validation d'une méthode de mesurage de la pulvéulence des poudres en fractions conventionnelles d'aérosol

Peter Görner, Richard Wrobel, Alexis Boivin, Xavier Simon

Département Métrologie des polluants
Laboratoire de métrologie des aérosols

NS 332
février 2015

TABLE DES MATIERES

1.	CONTEXTE ET OBJECTIF	1
1.1	Contexte	1
1.2	Objectif	2
2.	METHODOLOGIE	3
2.1	Préparation des lots d'une poudre et mesurage de sa masse..... volumique	3
2.2	Mesurage de la teneur en eau d'une poudre	5
2.3	Mesurage de la pulvérulence	6
3.	EVALUATION DE LA VALIDITE DES MESURES, CAUSES D'ERREURS INCERTITUDES	10
3.1	Maîtrise des paramètres environnementaux et du débit d'air	10
3.2	Pesée	11
3.3	Répétabilité	12
3.4	Reproductibilité	12
4.	RESULTATS	12
4.1	Indices de pulvérulence mesurés	12
5.	ETUDE DES PARAMETRES INFLUENTS SUR LA PULVERULENCE	15
5.1	Cohésion des particules	15
5.2	Influence de la distribution granulométrique	15
5.3	Indice de coulabilité et indice de déferlement	18
6.	DISCUSSION ET CONCLUDIONS	21
7.	VALORISATION	22
8.	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	23
9.	INTRODUCTION AUX ANNEXES	24
ANNEXE 1	PRELEVEMENT DE POUDRE ET FICHE DE TRANSMISSION	25
ANNEXE 2	PREPARATION DES LOTS D'UNE POUDRE ET MESURAGE DE LA MASSE VOLUMIQUE DE CETTE POUDRE.....	27
ANNEXE 3	MESURAGE DE LA TENEUR EN EAU D'UNE POUDRE	30
ANNEXE 4	MESURAGE DE LA PULVERULENCE D'UN ECHANTILLON DE POUDRE A L'AIDE DU TAMBOUR ROTATIF	33
ANNEXE 5	CALCULS STATISTIQUES	38
ANNEXE 6	PROGRAMME HORAIRE D'UN ESSAI DE PULV2RULENCE D'UNE POUDRE	41

1 - CONTEXTE ET OBJECTIF

1.1. Contexte

De nombreux procédés dans presque tous les secteurs industriels (agro-alimentaire, métallurgie, pharmacie ou encore menuiserie, boulangerie, chimie...) utilisent ou produisent des matériaux sous forme de poudres en vrac. Quand ceux-ci sont manipulés ou emballés, il est inévitable qu'une partie soit dispersée dans l'atmosphère, conduisant à la mise en suspension dans l'air de particules pouvant être inhalées par l'ensemble des personnes présentes sur les lieux de travail.

Un niveau d'empoussièrement trop élevé de l'air des lieux de travail n'est pas souhaitable, et cela pour plusieurs raisons :

- a) cela représente un risque pour la santé des travailleurs ;
- b) l'assainissement peut nécessiter la mise en œuvre de systèmes de ventilation et de filtration coûteux ;
- c) la perte de produits due à l'empoussièrement a également un coût ;
- d) les poussières en suspension peuvent contaminer l'outillage et les produits ;
- e) une concentration importante de poussières inflammables peut présenter un risque d'explosion.

Il est par conséquent souhaitable que les hygiénistes du travail et les ingénieurs qui mettent au point les procédés disposent d'informations sur la propension des matériaux pulvérulents à produire de la poussière afin d'évaluer, de maîtriser et de réduire le plus possible les risques.

L'effort des institutions d'hygiène du travail dans le monde concernant l'exposition aux produits dispersés dans l'air a porté essentiellement ces 40 dernières années sur l'évaluation du risque. Les outils et les équipements de métrologie dont disposent les hygiénistes sont de plus en plus performants et précis, ils ont permis une baisse significative de l'exposition. Mais les répercussions réelles sur les niveaux d'exposition des travailleurs, des procédés de fabrication et de la façon dont sont manipulés les matériaux ont été moins étudiés. Dans ce domaine, un des secteurs explorés a été celui de la pulvérulence des matériaux en poudres ou granulaires.

La pulvérulence d'une poudre, ou encore son potentiel à générer de l'aérosol, peut être considérée comme une propriété de la poudre à engendrer une émission de poussières lorsqu'elle est manipulée ou mise sous contrainte. Caractériser cette propriété permet d'une part de pouvoir classer différentes poudres en fonction du risque de génération de poussières, et d'autre part d'estimer la quantité de poussières libérées, ainsi que leur concentration en fonction du type de mise sous contrainte.

Le problème majeur est que la pulvérulence n'est pas une propriété intrinsèque d'une poudre mais un paramètre circonstanciel. Une même poudre n'émet pas la même quantité de poussière suivant la méthode et les conditions d'application de l'énergie mécanique permettant sa dispersion. Ainsi, il est impossible de définir une méthode unique pour mesurer la quantité de poussière émise qui soit représentative de toutes les étapes de manutention que l'on peut trouver dans un procédé de fabrication des produits industriels.

Dans le passé, pour répondre aux demandes des CARSAT sur la teneur de particules en fractions conventionnelles d'un aérosol, le laboratoire de Métrologie des Aérosols du département MP proposait une mesure de la distribution granulométrique de l'échantillon et le calcul de la fraction massique de particules inhalables, thoraciques ou alvéolaires dans la poudre. Faute de mieux, l'hypothèse de la remise totale en suspension de la poudre a été

utilisée dans le calcul. Or, il est évident que celle-ci n'est envisageable dans aucun processus industriel. Pour estimer la quantité de matière mise en suspension en manipulant une poudre, seule une mesure de pulvéulence permet de fournir une estimation raisonnable. Cette estimation, de plus en plus demandée dans le cadre de l'hygiène du travail, permet de classer les produits pulvéulents en fonction de ce paramètre, éventuellement de les étiqueter, d'estimer le risque de leur utilisation et de rechercher des produits de substitution. C'était la motivation principale pour développer, à l'INRS, le test de pulvéulence des poudres en fractions conventionnelles liées à la santé.

Nous précisons que d'autres essais de pulvéulence sont menés actuellement au laboratoire de Métrologie des Aérosols dans le cadre des recherches sur les nanoparticules et dans le cadre de la coopération internationale – PEROSH et CEN. La « nanodustiness » a des spécificités propres et demande des approches différentes. Les fractions conventionnelles liées à la santé ont peu de signification pour les nanoaérosols. D'autre part, la quantité de nanopoudre soumise au test peut être nettement inférieure à celle utilisée dans le cas d'une poudre classique. La mesure en masse de nanoparticules dispersées n'est pas envisageable et d'autres méthodes de mesure, spécifiques aux nanoparticules, doivent être employées. Toutes les actions menées sur la pulvéulence au sein du laboratoire MA sont réalisées en étroite collaboration et partage d'expériences entre les différentes équipes. La méthode présentée dans cette NST concerne uniquement les poudres industrielles classiques et les indices de leurs pulvéulences spécifiques aux fractions inhalables, thoraciques et alvéolaires d'aérosol.

De nombreux dispositifs ont été conçus pour estimer le potentiel d'une poudre à générer les poussières. L'ensemble des dispositifs répertoriés peut être classé en quatre groupes en fonction du type de mise sous contrainte : chute dans une colonne, chute dans une enceinte, mise en fluidisation et mise en rotation dans un tambour. La diversité de ces tests ne fait que souligner la complexité de ces mesures. Les différentes études menées ont montré qu'il était difficile de corrélérer ou de comparer les tests entre eux, car chacun étant adapté à un type de sollicitation.

Le Comité Européen de Normalisation a publié la norme EN 15051 [1] en juillet 2006 dans laquelle sont décrites deux méthodes d'essai de mesurage de la pulvéulence des matériaux en vrac. Cette Norme a été produite par les membres du groupe de travail CEN/TC137/WG3. Les deux méthodes décrites (méthode A tambour rotatif, méthode B chute continue), permettent la détermination de la pulvéulence dans les trois fractions conventionnelles liées à la santé (Inhalable, Thoracique, Alvéolaire) définies dans la norme EN 481 [2].

Le Comité Européen de Normalisation attendait que la publication de cette norme stimule l'utilisation des tests de pulvéulence comme un moyen de réduire les empoussièrtements auxquels sont exposés les travailleurs. Son domaine d'application s'applique aux matériaux granulaires en poudre ou sous forme de pastilles. Il ne s'applique pas à la détermination de l'empoussièrement dû à la réduction mécanique (par exemple découpe, concassage) de matériaux solides.

1.2. Objectif

Les objectifs principaux de notre démarche sont les suivants :

- Réaliser et perfectionner un banc d'essai conforme à la norme EN 15051 permettant la mesure du pouvoir de mise en suspension des matériaux pulvéulents.
- Maîtriser les paramètres environnementaux (température, pression, humidité)
- Expérimenter des essais sur des poudres dont la pulvéulence couvre une large gamme de valeurs.
- Etablir les limites de détection et de quantification de l'indice de pulvéulence, et la répétabilité et reproductibilité des essais
- Déterminer l'indice de pulvéulence de différentes poudres.

- Classifier les poudres en fonction de la pulvéulence en fraction alvéolaire, thoracique, inhalable.
- Etudier l'influence de la granulométrie des poudres sur la pulvéulence.
- Améliorer la connaissance des paramètres influents sur la pulvéulence des poudres.
- Transférer la méthode d'essais vers un Laboratoire Régional d'une CARSAT.

2 - MÉTHODOLOGIE

Rappelons d'abord que la pulvéulence est une expression quantitative du potentiel de mise en suspension d'une poudre lors de sa manipulation. L'indice de pulvéulence (en abrégé « pulvéulence ») est défini comme le rapport de la masse de particules mises en suspension sur la masse initiale de la poudre en test. L'indice de pulvéulence n'est pas une grandeur physique mais un chiffre relatif (sans unité) dépendant totalement du design du test. Uniquement les indices acquis dans le même type d'appareillage et dans des conditions où la répétabilité et la reproductibilité sont élevées, peuvent être comparés. D'où l'avantage d'utiliser une méthode normalisée. La méthode A, dite du « tambour rotatif » a été choisie [1,3] pour être perfectionnée.

Le test de pulvéulence comporte plusieurs étapes depuis le prélèvement d'un échantillon de poudre, le transport, l'homogénéisation, la division en lots, la mesure de la teneur en eau dans la poudre, le test de pulvéulence proprement dit, le traitement des données et le rendu des résultats. Son application a demandé de multiples développements et optimisations de toutes les étapes du test.

L'équipement d'essai acquis pour les tests de pulvéulence a été soumis à un examen critique et des actions ont été menées pour améliorer son fonctionnement. Le mode d'emploi succinct indiqué dans la norme [1] a été adapté à nos besoins. La performance aéraulique du tambour rotatif et l'influence des paramètres physiques des poudres sur leur pulvéulence ont également été abordées. Le souci de représentativité de l'échantillon, sa traçabilité et la sécurité de sa manipulation faisaient parties de nos préoccupations.

Etant donné que la valorisation consiste à exporter l'essai stabilisé dans un laboratoire interrégional, les différentes étapes de l'essai sont codifiées dans des procédures et des instructions placées en ANNEXES de la NST.

La première instruction (ANNEXE 1) décrit l'étape de prélèvement de poudre dans un environnement industriel, son identification, le conditionnement et l'envoi au laboratoire pour le test. Elle est simple mais son respect est nécessaire pour la conservation de l'échantillon et pour le bon déroulement de l'essai. Les autres étapes sont plus techniques et elles ont fait l'objet de recherche et de développement au laboratoire.

2.1. Préparation des lots d'une poudre et mesurage de sa masse volumique

L'échantillon de poudre conditionné dans sa boîte de transport (ANNEXE 1), est homogénéisé pendant 1 heure dans un mélangeur du type Turbula (Figure 1).



Figure 1 Mélangeur de poudre Turbula

L'échantillon est ensuite versé sur une surface plane et lisse (inox) et divisé par quartage et par diviseur manuel à 12 rifles (ANNEXE 2) en 8 lots intermédiaires placés en piluliers de 100 cm³ (Figure 2). Cinq de ces lots sont utilisés par la suite et 3 gardés pour une répétition éventuelle du test de pulvérulence. Chacun des 5 lots intermédiaires est encore divisé en 2 pour former 10 échantillons finaux. Ils sont utilisés pour remplir les cylindres calibrés (Figure 2) au volume précis de 35 cm³ et pour être pesés.



Figure 2 Lots de poudre et cylindres de dosage de volume des échantillons

Cela permet de calculer la masse volumique de la poudre (appelée aussi densité apparente) à partir de la pesée différentielle d'un cylindre plein et vide. A titre d'exemple, la masse volumique de la poudre de sulfate de baryum est reportée dans le Tableau 1.

Tableau 1 Masse volumique de la poudre de sulfate de baryum

N° d'échantillon	Masse volumique (g/cm ³)
0	0,935
1	0,905
2	0,989
3	0,938
4	1,005

5	0,943
6	0,969
7	0,936
8	0,942
9	0,951
Moyenne =	0,951
Ecart-type =	0,029

Quatre des 10 échantillons finaux sont utilisés pour la détermination du taux d'humidité de la poudre et les 6 restants pour le test de pulvérulence proprement dit.

Sur la Figure 2, outre les huit lots intermédiaires de poudre dans les piluliers, il est possible d'observer les cylindres calibrés de 35 cm³, destinés à contenir la dose exacte de l'échantillon pour une mesure de la pulvérulence.

2.2. Mesurage de la teneur en eau d'une poudre

L'humidité d'une poudre a une influence sur sa pulvérulence. Pour le besoin de la prévention, il est préconisé de mesurer la pulvérulence des poudres avec la même humidité que celle régnant dans le processus industriel ; d'où la nécessité de transporter l'échantillon dans un étui étanche. Le taux d'humidité est mesuré avant le test de pulvérulence. Il s'agit d'une information importante qui accompagne le résultat de l'indice de pulvérulence. Le taux d'humidité est calculé comme le rapport de la masse perdue par chauffage d'un échantillon sur sa masse initiale (ANNEXE 3). La mesure est effectuée à l'aide d'une thermobalance (Figure 1) enregistrant la diminution de masse d'un échantillon de poudre en fonction du temps de chauffage. Des essais ont été menés afin d'élaborer un protocole optimisé de mesurage. Deux régimes différents de chauffage ont été adoptés selon la nature de la poudre examinée : un régime rapide culminant à 160°C pour les poudres minérales et un régime plus lent culminant à 100°C pour les poudres organiques susceptibles de subir une dégradation thermique (ANNEXE 3).



Figure 1 Thermobalance HR83-P METTLER et échantillon de poudre de 35 cm³

Le temps de chauffage n'est pas programmé. En effet, le chauffage est arrêté quand la masse de la poudre devient invariable. Le critère d'invariabilité est la vitesse de diminution de la masse inférieure à 1mg/140 seconds.

Figure 4 présente la diminution de la masse d'une poudre de sulfate de baryum MC(%) en fonction du temps de chauffage. La dernière valeur enregistrée MC_f(%) est la perte finale de masse.

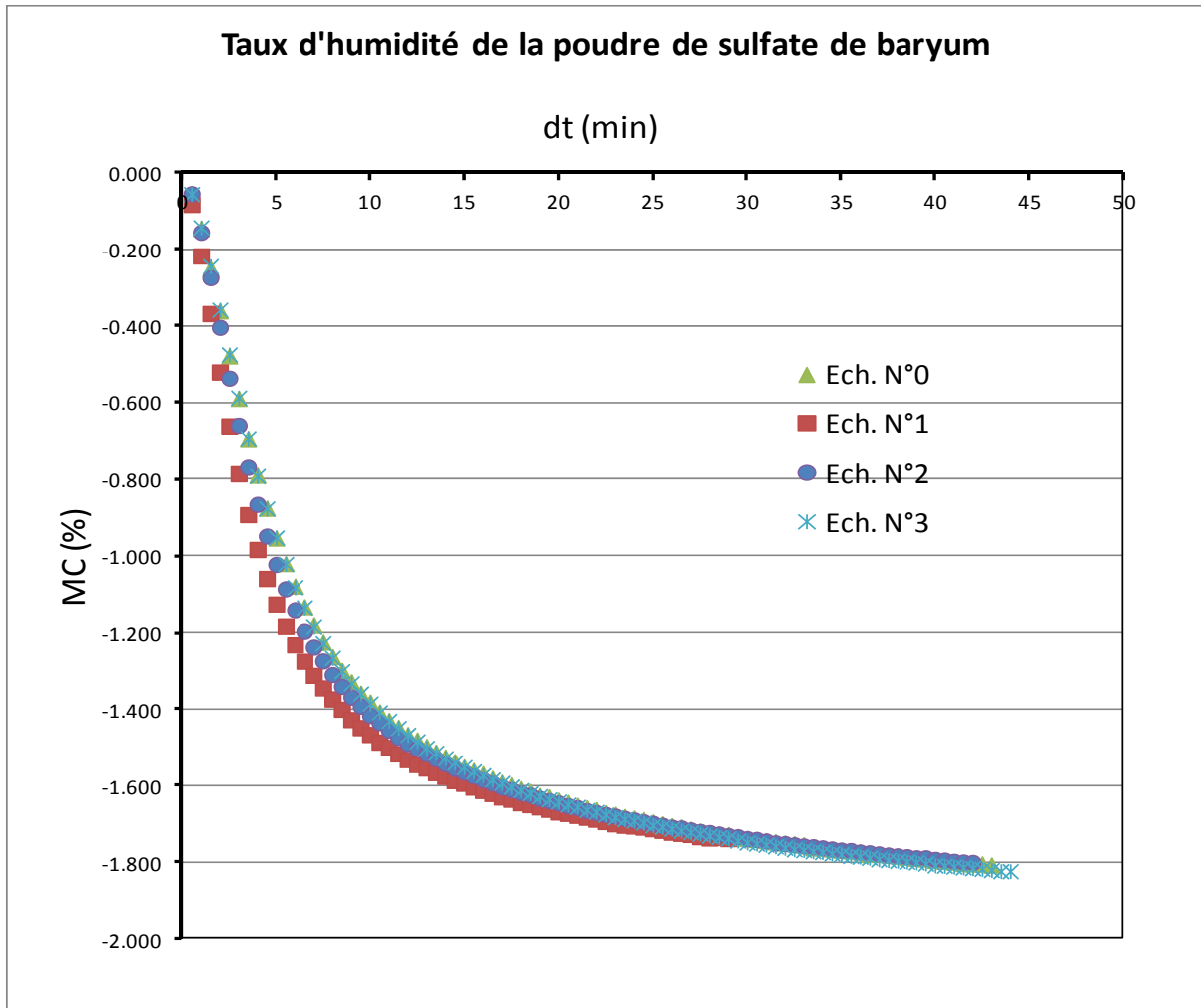


Figure 4 Décroissance de la masse d'un échantillon de poudre du sulfate de baryum chauffée en fonction du temps de chauffage

La quantité d'eau évaporée est assimilée à la perte finale de la masse de l'échantillon pendant le chauffage et le taux d'humidité est déduit de l'équation suivante :

$$MC_f = -\frac{PH - PS}{PH} * 100$$

où

MC_f est la variation finale de la masse de la poudre (%)

PH est la masse de l'échantillon à l'état humide (g)

PS est la masse de l'échantillon à l'état sec (g)

Pour exemple, nous indiquons la teneur en eau de la poudre de sulfate de baryum (Figure 4) qui est de 1,8%.

2.3. Mesurage de la pulvérulence

Le tambour rotatif pour le mesurage de la pulvérulence des poudres est disponible commercialement auprès de la société britannique John Fish (J.S Holdings), Init 6 Leyden Road, Stevenage, SG12BW Hertfordshire, UK. L'utilisation de cet équipement est conforme à la norme EN 15051 [1]. Cependant, l'équipement a été complété par de nombreux accessoires non fournis. Il a été équipé d'une unité de traitement d'air, de deux débitmètres

massiques régulateurs (Q), et de sondes de mesure de la température, (T) de la pression (P) et de l'humidité relative (Hr). Une interface informatique de pilotage par ordinateur a été développée au laboratoire. L'installation a été entièrement qualifiée du point de vue mécanique, électrique et aéraulique. Son fonctionnement a été optimisé et le mode opératoire perfectionné. La Figure 5 représente l'équipement avec la colonne de traitement de l'air en humidité relative, développée à l'INRS.



Figure 5 Tambour rotatif pour mesurer la pulvérisation des poudres. A gauche : colonne de traitement d'air en humidité relative.

Le schéma de fonctionnement est représenté sur la Figure 6

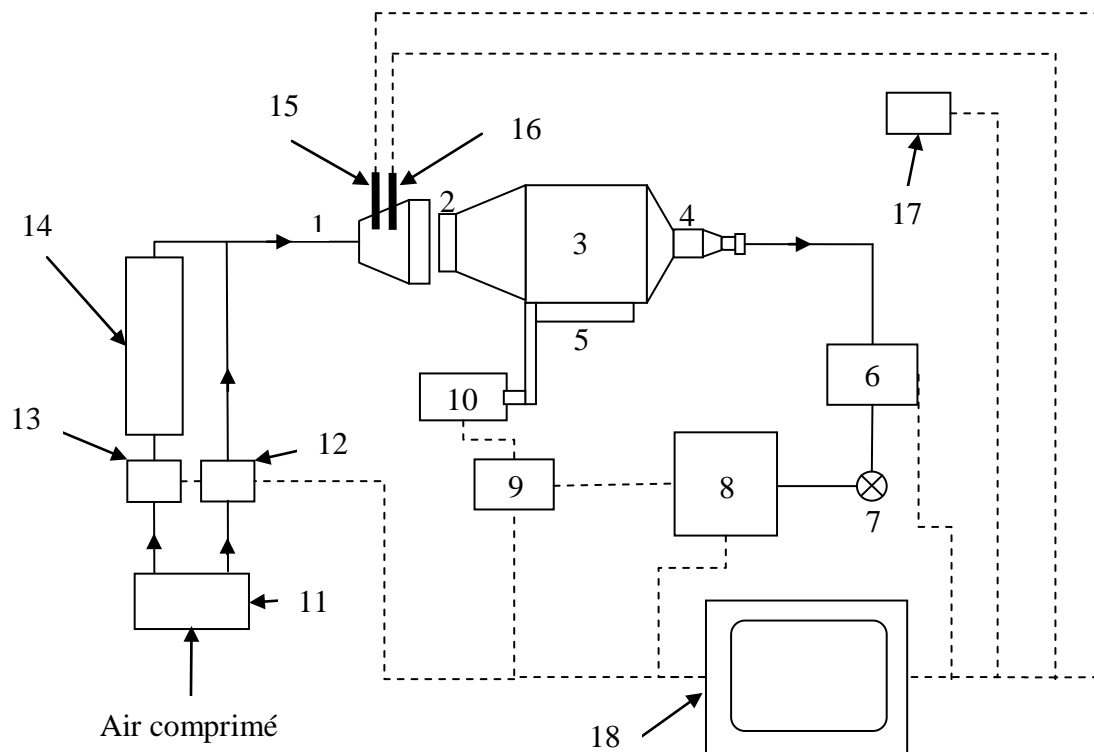


Figure 6 Schéma de fonctionnement de l'installation du tambour rotatif

Légende :

1	Entrée d'air	11	Traitement d'air
2	Filtre de protection	12	Débitmètre massique régulateur
3	Tambour rotatif	13	Débitmètre massique régulateur
4	Sélecteur de particules	14	Saturateur en vapeur d'eau
5	Galet de roulement	15	Sonde thermométrique
6	Débitmètre massique	16	Sonde hygrométrique
7	Vanne de réglage	17	Sonde barométrique
8	Pompe a air	18	PC de contrôle de l'installation
9	Chronomètre		
10	Moteur électrique		

Les dispositifs 1-10 dans la légende de la Figure 6 font partie de l'équipement initial, les dispositifs 11-18 font partie des équipements complémentaires installés à l'INRS.

Le dispositif 4 sur la Figure 6 est le sélecteur de particules en trois fractions conventionnelles d'aérosol : Inhalable, Thoracique et Alvéolaire [2]. Il est composé de deux mousses sélectives métalliques (Figure 7) de grade de 20 et de 80 ppi (pore per inch) respectivement et d'un filtre terminal en fibre de verre, de diamètre de 80 mm et de porosité de 1,2 μm (ANNEX 4).

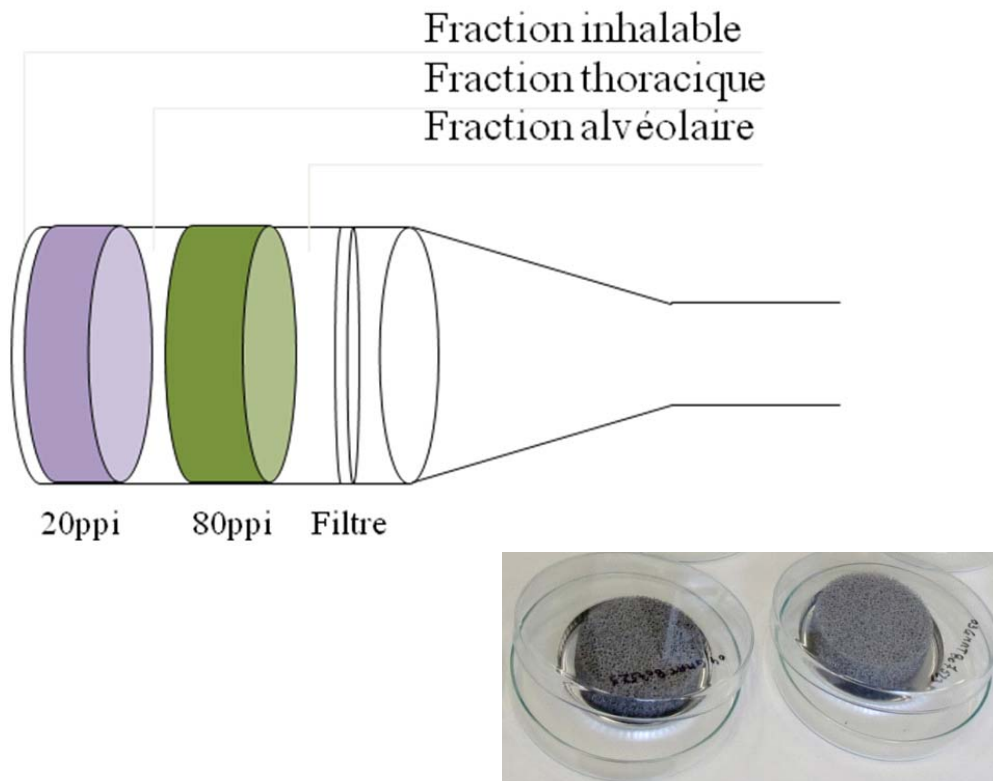


Figure 7 Schéma du sélecteur de particules et illustration des mousses sélectives métalliques. Gauche : 20 ppi, droite : 80 ppi

Les mousses des sélecteurs et le filtre terminal vierges sont pesés et ensuite assemblés dans le sélecteur de particules.

Le tambour rotatif est équipé de 8 pales qui brassent la poudre une fois le tambour en rotation. Le principe du fonctionnement est le suivant : Un échantillon de 35 cm^3 de poudre

est étalé au fond du tambour sur toute sa longueur (Figure 8). Nous avons trouvé que la mise en place régulière de l'échantillon dans le tambour est nécessaire pour la stabilité des résultats. Un dispositif spécial de mise en place a été développé et utilisé. Il s'agit d'un récipient de la longueur de pales du tambour qui permet de verser la poudre uniformément entre deux pales.



Figure 8 Intérieur du tambour rotatif équipé de pales avec un échantillon de 35 cm³ de poudre étalé au fond

L'entrée du tambour est fermée par une membrane filtrante puis il est mis en rotation. Les pales brassent la poudre en la soulevant et la faisant tomber. Une aspiration d'air entraîne les particules en suspension vers le sélecteur. Le tambour tourne 5 secondes sans aspiration, puis 1 minute avec aspiration. Pendant cette minute, le tambour effectue 4 tours et la pompe aspire le volume V de 38 L d'air (un pied cube). La température est maintenue pendant les essais à 21±3°C, l'air évacué du tambour est remplacé par l'air traité avec une humidité constante de 50±10% ; le tambour est électriquement relié à la terre pour évacuer d'éventuelles charges électriques. Le sélecteur est ensuite démonté et ses éléments repesés. De cette pesée et de la pesée initiale, il est possible de calculer la masse de particules sur chaque mousse et sur le filtre terminal.

Comme indiqué précédemment, les taux de pulvérulence W_x (mg/kg) par fraction X est le rapport de la masse des particules mises en suspension dans l'air et prélevées par une partie du sélecteur en mg à la masse de poudre initialement introduite dans le tambour en g. Dans ce cas :

$$W_R = \frac{\Delta m_3}{m_s}; \quad W_T = \frac{\Delta m_2 + \Delta m_3}{m_s}; \quad W_I = \frac{\Delta m_1 + \Delta m_2 + \Delta m_3}{m_s}$$

où

Δm_3 (mg) est la masse de la fraction Alvéolaire correspondant à la masse des particules retenues sur le filtre (Figure 7).

$\Delta m_3 + \Delta m_2$ (mg) est la masse de la fraction Thoracique correspondant à la fraction Alvéolaire plus la masse de particules sur la mousse de grade 80 ppi (Figure 7).

$\Delta m_3 + \Delta m_2 + \Delta m_1$ (mg) est la masse de la fraction Inhalable correspondant à la fraction Thoracique plus la masse de particules sur la mousse de grade 20 ppi (Figure 7).

m_s (g) est la masse de poudre introduite dans le tambour.

Une mesure de pulvérulence consiste à passer consécutivement 6 échantillons de la même poudre, préparés comme indiqué dans le chapitre 2.1. Entre deux échantillons, le tambour est vidé, mais pas lavé. Par contre, un lot de mousses sélectives propres est un filtre vierge est utilisé à chaque fois. Les détails de la procédure expérimentale sont décrits dans l'ANNEXE 4.

Les indices mesurés de pulvéulence peuvent être triés dans les classes données par la norme EN 15051 [1]. Voir Tableau 2.

Tableau 2 Classement de la pulvéulence en catégories suivant la norme EN 15051 [1]

Indice de pulvéulence	Fraction massique des poussières Alvéolaires W_R (mg/kg)	Fraction massique des poussières Thoraciques W_T (mg/kg)	Fraction massique des poussières inhalables W_I (mg/kg)
Très faible	< 10	< 40	< 200
Faible	≥ 10 à < 50	≥ 40 à < 200	≥ 200 à < 1000
Modéré	≥ 50 à < 250	≥ 200 à < 1000	≥ 1000 à < 5000
Elevé	≥ 250	≥ 1000	≥ 5000

Un exemple de résultat de la pulvéulence d'une poudre est indiqué dans le Tableau 3.

Tableau 3 Indices de pulvéulence et classement de la pulvéulence d'une poudre de sulfate de baryum

	Pulvéulence $W_{R,A}$ (mg/Kg)	$U(W_{R,A})$ (mg/Kg)	Pulvéulence $W_{T,A}$ (mg/Kg)	$U(W_{T,A})$ (mg/Kg)	Pulvéulence $W_{I,A}$ (mg/Kg)	$U(W_{I,A})$ (mg/Kg)
	321,8	10,0	1095,8	28,4	2613,6	56,89
	329,8	10,2	1139,5	29,8	2714,5	59,35
	358,1	11,0	1166,6	29,9	2772,8	59,97
	344,6	10,7	1209,5	31,3	2845,6	61,65
	334,6	10,4	1112,1	29,0	2634,9	57,76
	348,4	10,8	1184,2	30,5	2878,0	62,55
Moyenne =	339,5		1151,3		2743,2	
Ecart-type =	13,3		43,5		108,5	
Pulvéulence	Elevé		Elevé		Modéré	
Incert. sur moyenne =	15,3		46,8		108,5	

Le calcul de l'incertitude U sur l'indice de la pulvéulence est indiqué dans l'ANNEXE 5.

3 - EVALUATION DE LA VALIDITE DES MESURES, CAUSES D'ERREURS, INCERTITUDES

Le plus grand soin a été apporté sur les mesures de la température, de la pression, du débit d'air, de l'humidité de l'air, de la masse et du temps. Les limites de détection et de quantification de la pulvéulence Alvéolaire, Thoracique et Inhalable ont été établies en fonction de la masse volumique de la poudre.

3.1. Maîtrise des paramètres environnementaux et du débit d'air

Nous avons utilisé une chaîne de débitmétrie d'air raccordé au Laboratoire National d'Essais (LNE). Cette chaîne est composée des matériels étalonnés indiqués ci-dessous :

Capteur de pression et de température. Incertitude d'étalonnage de 0,5 %
 Etalon de référence de débit Bios Drycal ML500-44. Incertitude d'étalonnage de 0,35 %
 Etalon de travail, débitmètre massique TSI 4043. Incertitude d'étalonnage 0,43 %
 Débitmètre massique du tambour rotatif. Incertitude d'étalonnage 1,0 %,

Finalement, l'incertitude de mesure du volume d'air aspiré est de l'ordre de $\pm 3,0$ %.

3.2. Pesée

L'essai consiste à reproduire toutes les manipulations de la mesure de pulvéulence mais sans poudre. Dans ce cas, les résultats des pesées des particules représentent uniquement une contamination éventuelle des éléments du sélecteur (mousses et filtre) due aux manipulations, au changement de conditions climatiques (humidité) et des erreurs sur les pesées. Un exemple est reporté dans le Tableau 4.

Tableau 4 Résultat de pulvéulence d'un essai blanc (sans poudre)

	Pulvéulence WR,A	U(WR,A)	Pulvéulence WT,A	U(WT,A)	Pulvéulence WI,A	U(WI,A)
	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)
	8,6	2,9	34,1	15,5	27,4	27,02
	4,2	2,9	16,4	15,5	13,1	27,01
	1,9	2,9	14,1	15,5	4,1	27,02
	2,2	2,9	7,8	15,5	-5,6	27,01
	8,2	2,9	13,8	15,5	13,8	27,01
	2,9	2,9	5,1	15,5	-4,9	27,01
Moyenne =	4,7		15,2		8,0	
Ecart-type =	3,0		10,2		12,7	
Pulvéulence	Très Faible		Très Faible		Très Faible	
Incert. sur moyenne =	3,9		18,0		29,3	

Ces résultats permettent de calculer la limite de détection et la limite de quantification du mesurage de la pulvéulence.

Les limites de détection (LOD) sont indiquées sur le graphique gauche de la Figure 8 et les limites de quantification (LOQ) sur le graphique droite de la Figure 8. Il est admis que LOQ vaut approximativement $3,3 \times \text{LOD}$.

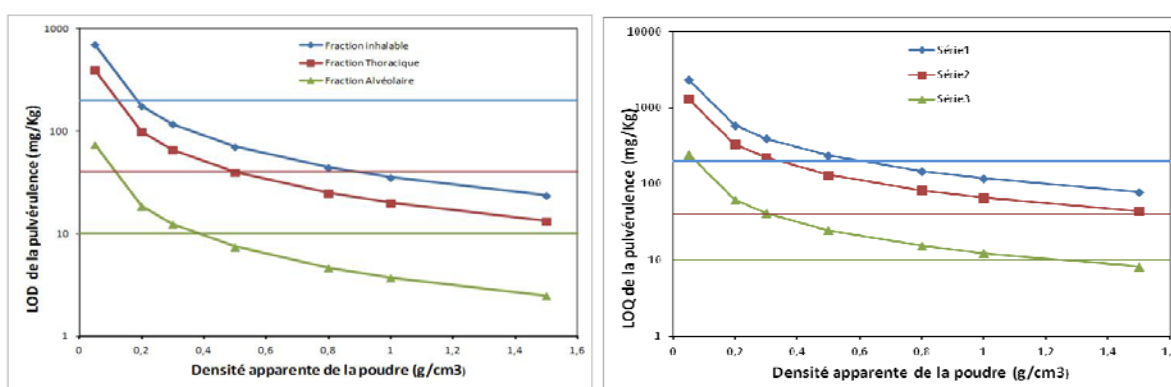


Figure 8 Limites de détection (LOD) et de quantification (LOQ) de la pulvéulence en fonction de la masse volumique de poudre. Les traits horizontaux colorés représentent la limite supérieure de la pulvéulence faible pour chaque fraction conventionnelle (vert-alvéolaire, rouge-thoracique, bleu-inhalable)

La limite de détection d'un indice de pulvérulence dépend de la masse volumique de la poudre. Comme il a été dit, des erreurs proviennent essentiellement des pesées. Plus la masse volumique est faible, plus les masses de poudre sur les mousses métalliques et sur le filtre sont faibles en comparaison avec les masses des mousses elles mêmes, qui pèsent environ 50 g. Les calculs statistiques sont présentés dans l'ANNEXE 5.

3.3. Répétabilité

La répétabilité des résultats de mesurage de la pulvérulence peut être illustrée par le Tableau 3 où l'on peut observer les résultats de pulvérulence de six échantillons de même poudre, avec la moyenne, l'écart-type, les incertitudes sur chaque mesure et sur la moyenne.

3.4. Reproductibilité

Trois essais complets ont été reproduits depuis le mélange de la poudre, la préparation des lots par quartage et les mesurages successifs de pulvérulence des six échantillons par essai. Ceci a été effectué pour la poudre de charbon et la poudre de talc. Ces deux poudres ont été choisies pour leur caractère différent : la poudre de talc est réputée « collante », la poudre de charbon « coulante ». Les résultats des trois essais complets pour chaque poudre sont reportés dans les graphiques de la Figure 9.

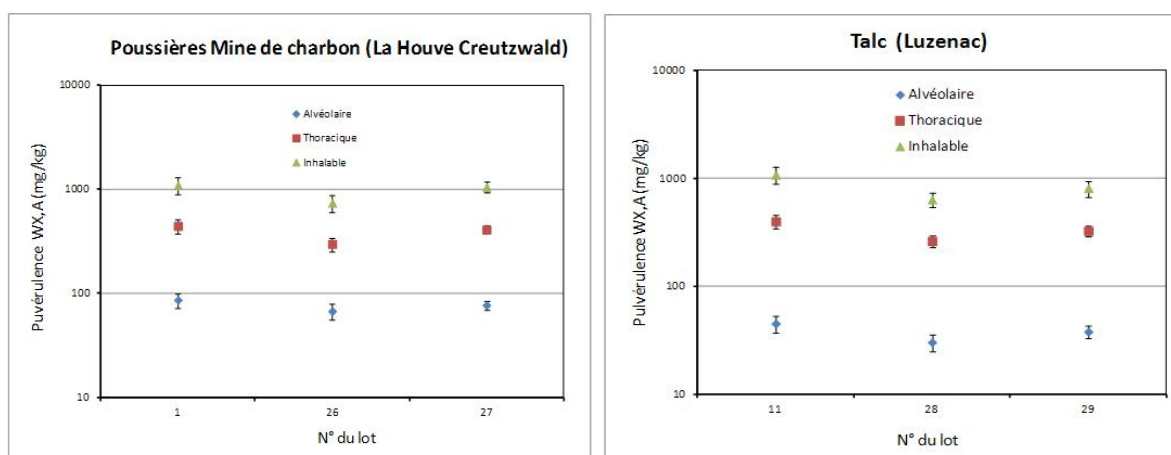


Figure 9 Résultats des trois essais consécutifs de mesures de la pulvérulence pour une poudre de charbon et pour une poudre de talc.

La Figure 9 illustre bien que les mesures de la pulvérulence sont reproductibles et que le classement des indices dans deux catégories différentes est peu probable en cas de mesurages répétés pour la même poudre.

4 - RÉSULTATS

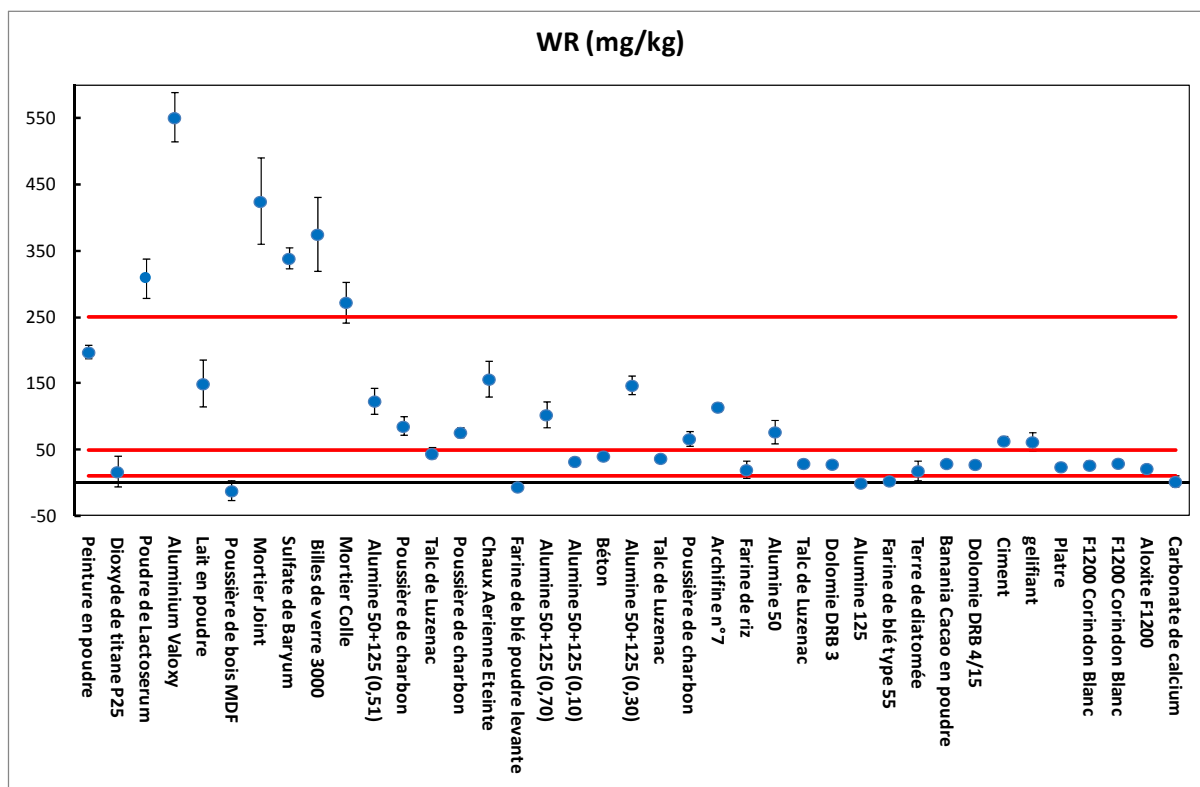
4.1. Indices de pulvérulences mesurés

Un large éventail de matériaux pulvérulents a fait l'objet de mesures de leur pulvérulence. Nous avons rassemblé des poudres minérales, des matériaux de construction, des poudres organiques et des poudres agro-alimentaires. Nous avons fait appel aux CARSAT pour nous fournir des poudres industrielles de leur intérêt. La nature des poudres soumises aux mesures de pulvérulence est indiquée dans le Tableau 5.

Tableau 5 Nature des poudres mesurées

Poudres Minérales	Matériaux de Construction	Organiques et Agro-alimentaires
Dolomie	Plâtre	Poussières de bois
Talc	Ciment	Farine de blé
Charbon	Béton	Farine de riz
Alumines, Aloxites	Chaux	Lait en poudre
	Mortier colle	
	Mortier joint	

Les résultats des indices de pulvérulence en fractions conventionnelles d'aérosol et leur classement dans des catégories (très faible, faible, modéré, élevé) sont rassemblés dans les trois graphiques de la Figure 10.



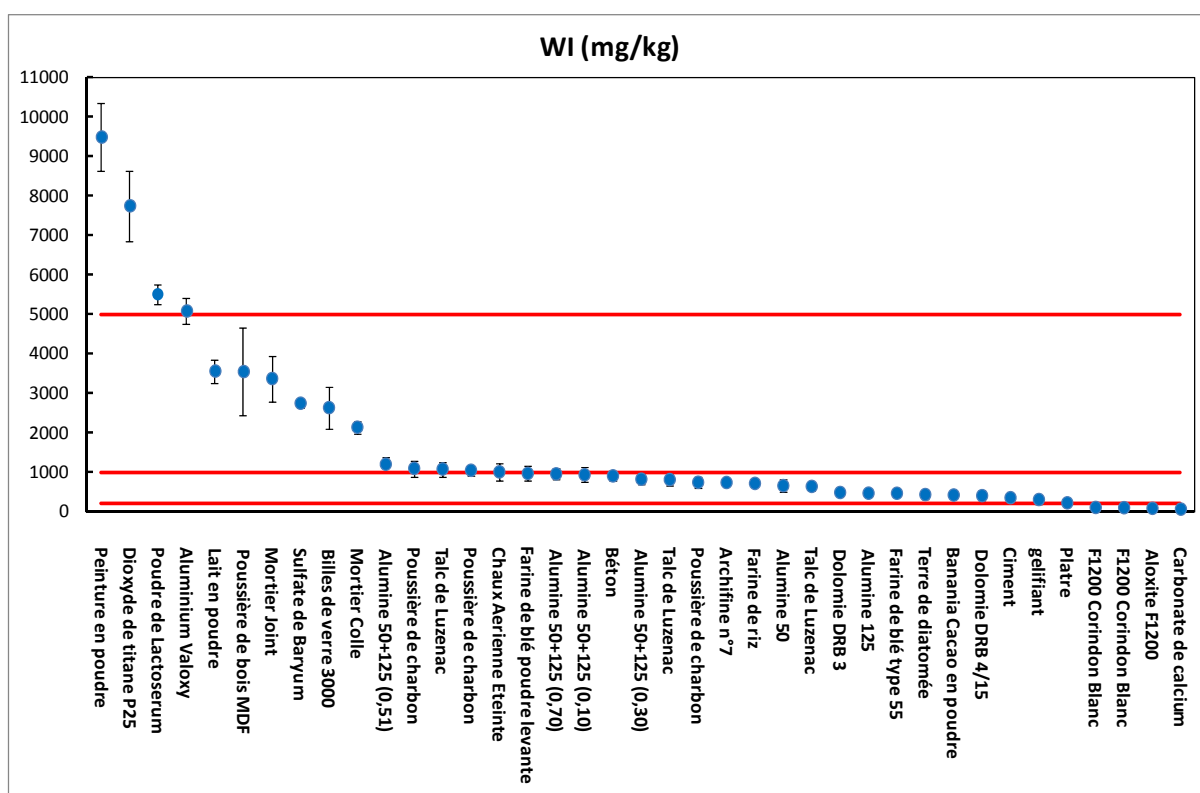
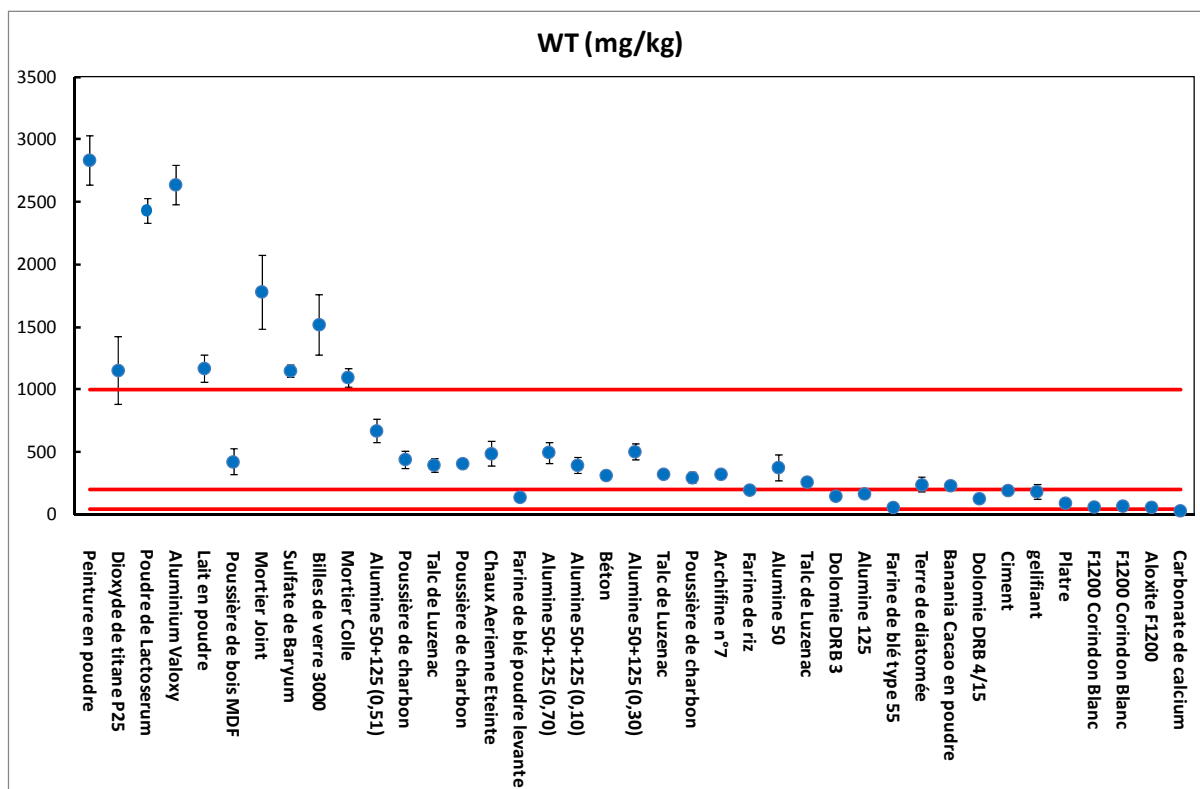


Figure 10 Trois graphiques des indices de pulvérencité pour les poudres indiquées en abscisse. De haut en bas : les indices de pulvérencité Alvéolaire W_R , Thoracique W_T , Inhalable W_I . Les catégories du classement des indices sont matérialisées à l'aide des traits rouges horizontaux.

Dans la Figure 10, les poudres sont représentées de gauche à droite dans l'ordre décroissant de la pulvérencité inhalable W_I . On peut observer que la majorité des poudres ont leur pulvérencité classée dans les catégories faibles et modérées. Le Carbonate de

calcium est le moins pulvérulent des matériaux testés. Son indice est classé dans la catégorie très faible pour les trois fractions conventionnelles. Il y a des matériaux ayant leur classement différent en fonction de la fraction considérée. Par exemple, le Mortier Joint a une pulvérulence très élevée en fraction alvéolaire et thoracique et élevée en fraction inhalable. Au contraire, le Dioxyde de titane a un indice très élevé en fraction inhalable et thoracique et modérée en fraction alvéolaire. Le lait en poudre présente une pulvérulence élevée en fraction alvéolaire et inhalable et très élevée en fraction thoracique. La poudre de lactoserum est la seule à avoir sa pulvérulence classée en catégorie élevée pour les trois fractions conventionnelles d'aérosol.

Les résultats présentés dans la Figure 10 constituent le début d'une banque de données de pulvérulence de matériaux industriels. Les indices ici reportés ont une valeur relative de comparaison des poudres entre elles et peuvent servir d'élément d'évaluation du risque chimique [4] à condition de continuer à utiliser la méthode pour mesurer les indices de pulvérulence d'autres matériaux en fonction des besoins de la prévention.

5 - ETUDE DES PARAMETRES INFLUENTS SUR LA PULVERULENCE

La capacité de mise en suspension de particules d'une poudre dépend de nombreux paramètres physiques parmi lesquels la taille des particules, la forme des particules, leur masse spécifique, la cohésion entre elles, ainsi que la masse volumique de la poudre. Les propriétés mécaniques des poudres dépendent de ces paramètres et des paramètres environnementaux comme l'humidité de la poudre, les additifs, etc...

Il n'est pas possible d'étudier systématiquement l'influence d'un paramètre puisque nous ne pouvons pas le faire évoluer tout en gardant les autres paramètres constants. (Nous pouvons le faire dans une certaine mesure pour la taille des particules).

Cependant, il est possible de mesurer le même paramètre dans une série de poudres et d'essayer de le faire corrélérer avec leur pulvérulence. Dans ce cas là, les autres paramètres ne sont pas constants et il convient d'utiliser un paramètre composé de plusieurs paramètres primaires comme nous allons le voir.

5.1. Cohésion entre particules

Ce paramètre joue sans doute un rôle essentiel dans la mise en suspension dans l'air de particules d'une poudre. La force de cohésion entre particules est difficilement mesurable. De plus, elle dépend fortement de la distance entre particules qui peut être exprimé par le coefficient de tassement [5]. Ce coefficient varie continuellement dans une poudre en mouvement ce qui entraîne une variation non contrôlée des forces de cohésion. Un indice expérimental de cohésivité d'une poudre peut être déterminé. Il s'agit de la fraction retenue par un tamis d'une ouverture donnée, soumis à une vibration constante pendant un temps donné [6]. La corrélation de ce paramètre avec la pulvérulence de la poudre n'a pas pu être établie. La détermination d'un paramètre composé peut être encore une fois une solution. Voir paragraphe 3.2.3

5.2. Influence de la distribution granulométrique

La distribution de la taille des particules en diamètre aérodynamique permet de calculer le taux d'une fraction définie dans une poudre, par exemple la fraction alvéolaire [7]. Potentiellement, c'est cette fraction qui serait aérosolisée dans le cas d'une mise en suspension totale d'une poudre. Dans le passé, ce calcul servait pour l'estimation de la pulvérulence alvéolaire. En réalité, ce n'est qu'une petite partie de la poudre qui se met en

suspension en la manipulant. Le vrai test de la pulvéulence en fraction conventionnelle décrite dans cette étude, remplace cette estimation exagérée.

Cependant, l'influence de la distribution granulométrique d'une poudre sur sa pulvéulence reste très importante. Nous avons expérimenté les mesures de la pulvéulence d'un même type de poudre avec des granulométries différentes. Nous avons utilisé deux lots de l'oxyde d'aluminium : Aloxite 50 et Aloxite 125.

Aloxite 50 :

Diamètre médian en volume = 4,87 μm
 Ecart type géométrique = 1,65

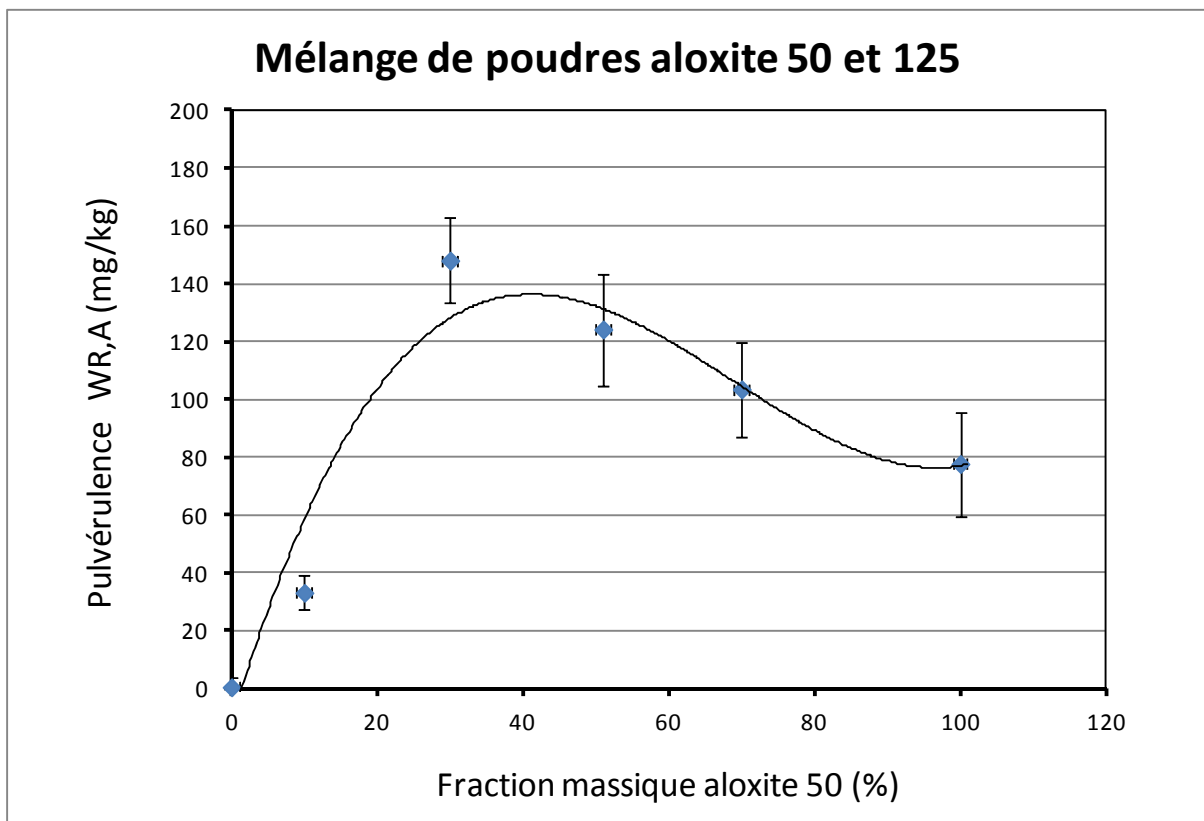
Aloxite 125

Diamètre médian en volume = 10,05 μm
 Ecart type géométrique = 1,37

Les indices de pulvéulence ont été mesurés pour les mélanges des deux Aloxites au taux indiqués ci-dessous :

Aloxite 125	:	100%	90%	70%	49%	30%	0%
Aloxite 50	:	0%	10%	30%	51%	70%	100%

Les résultats en pulvéulence Alvéolaire, Thoracique et Inhalable sont présentés dans les graphiques de la Figure 11.



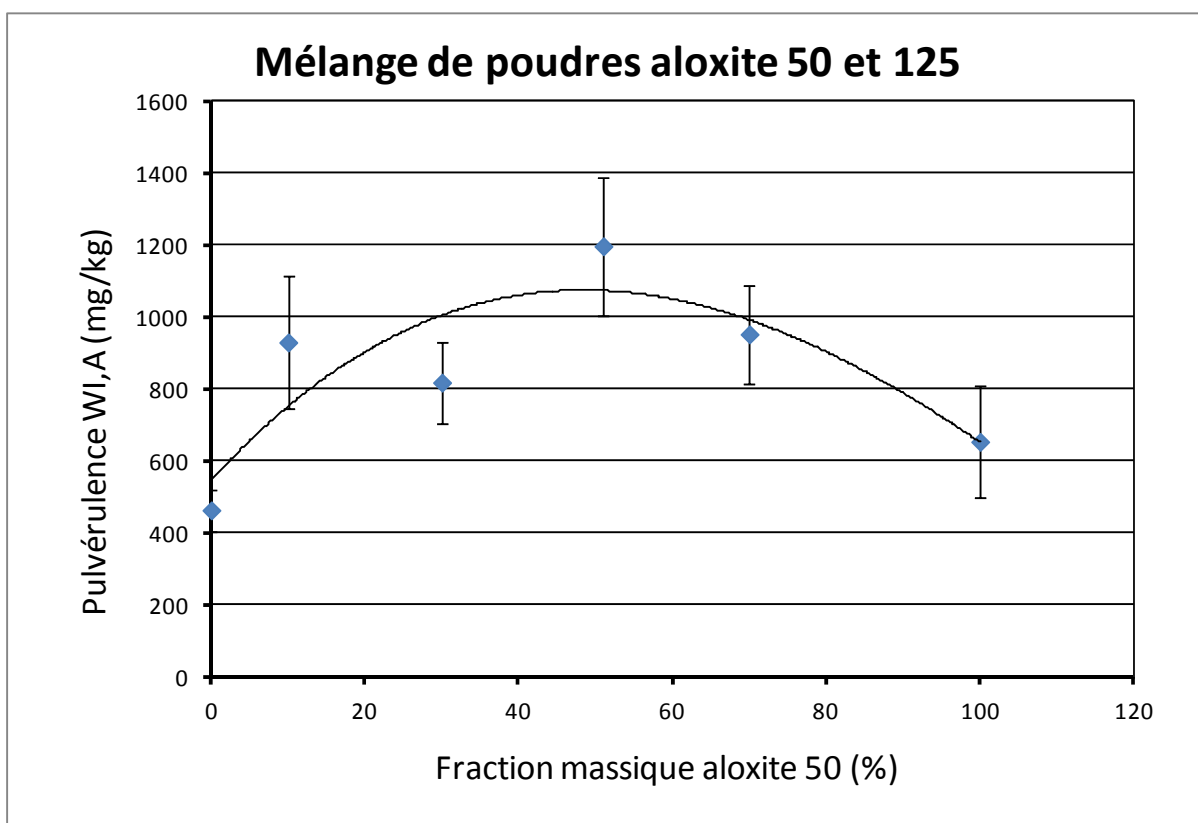
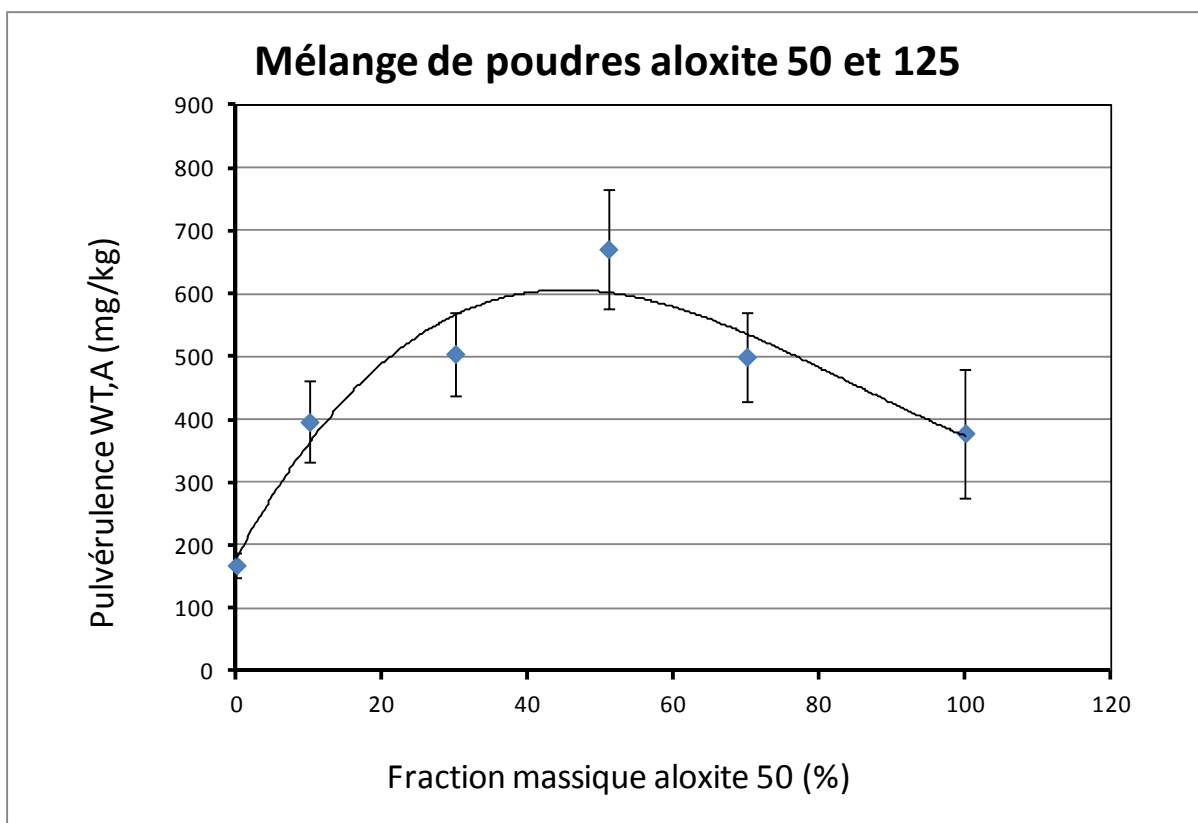


Figure 11 Résultat de la pulvéruence en fonction de la granulométrie des échantillons. De haut en bas : les indices de pulvéruence Alvéolaire W_R , Thoracique W_T , Inhalable W_I .

Au vue des résultats exposés sur la Figure 11, nous pouvons constater que dans le cas de l'Aloxite 125 (plus grossier) l'indice de pulvéruence est le plus faible. Par contre, l'Aloxite 50

(plus fin) n'a pas la pulvérulence la plus forte. Le maximum de pulvérulence est atteint pour la poudre qui correspond approximativement au mélange composé pour la moitié des deux Aloxites [8]. L'explication se trouve dans la dynamique de la mise en suspension. En remuant la poudre, les grosses particules, peu pulvérulentes, transmettent l'énergie nécessaire aux fines particules pour les séparer et les mettre en suspension.

Le mécanisme le plus probable est le suivant. La poudre est soulevée par une pale à l'intérieur du tambour pour la faire chuter sur son fond. Omettons la dispersion de la poudre due aux effets aéraulique pendant sa chute et concentrons-nous sur son impact sur la paroi inférieure. La force F agissant sur le « paquet » de la poudre est proportionnelle à sa masse et à l'accélération gravitationnelle g :

$$F = (\text{Masse Poudre}) \cdot g$$

L'énergie potentielle du paquet de poudre E_p est égale au produit de cette force et de la hauteur de chute h .

$$E_p = F \cdot h$$

A la réception du paquet au fond du tambour, les particules vont s'entrechoquer. Imaginons un choc entre deux particules dont une grosse de masse M et une fine de masse m . Suivant la loi d'action et de réaction, elles se sépareront avec une même quantité de mouvement.

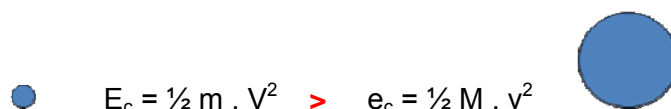


$$m \cdot V = M \cdot v$$

où V est la vitesse de la particule fine et v est la vitesse de la grosse particule.

De ce qui précède, il est évident que $V > v$.

En examinant l'énergie cinétique transmise aux deux particules, on peut constater que l'énergie transmise à la petite particule E_c est supérieure à l'énergie transmise à la grosse particule e_c :



$$E_c = \frac{1}{2} m \cdot V^2 > e_c = \frac{1}{2} M \cdot v^2$$

En effet, cette énergie, pour chacune des deux particules, est proportionnelle à la moitié de sa masse mais au carré de sa vitesse.

Ces résultats confirment le postulat que la pulvérulence d'une poudre n'est pas directement proportionnelle à sa finesse.

5.3. Indice de coulabilité et indice de déferlement

Pour rationaliser la manipulation industrielle des poudres, il est nécessaire d'étudier leurs propriétés rhéologiques. Divers paramètres mécaniques ont été définis et diverses méthodes de leur détermination mises au point par des professionnels des poudres. Nous avons acquis un multi-analyseur de propriétés mécaniques de poudres, le HOSOKAWA Powder Tester (Figure 12) permettant de mesurer, entre autres, les paramètres indiqués dans le Tableau 6 :

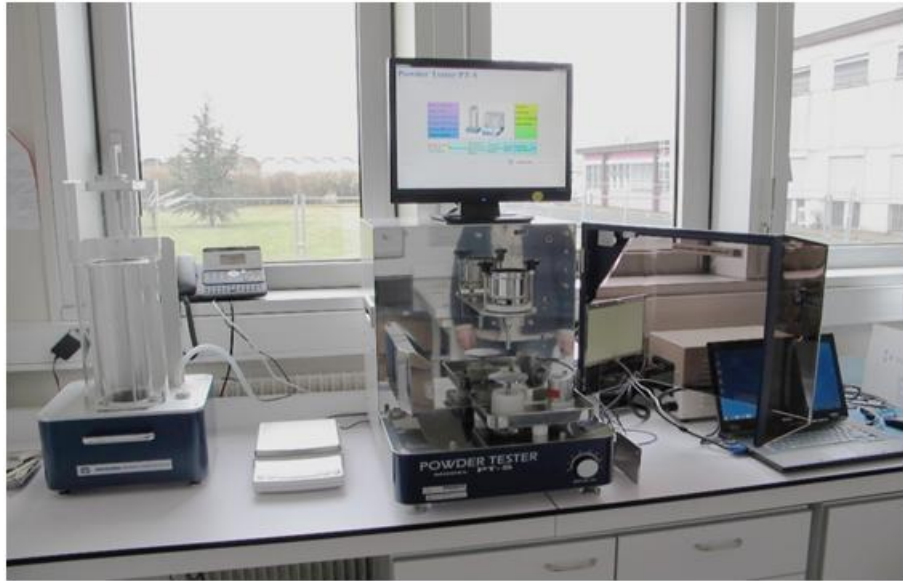


Figure 12 HOSOKAWA Powder Tester

Tableau 6 Paramètres mécaniques de poudres mesurables par le HOSOKAWA Powder Tester

Paramètres simples :

 Angle de repos
 Angle de chute
 Angle de différence
 Angle de spatule
 Angle de spatule après impacte
 Densité aérée
 Densité tassée
 Dispersibilité
 Uniformité
 Cohésivité

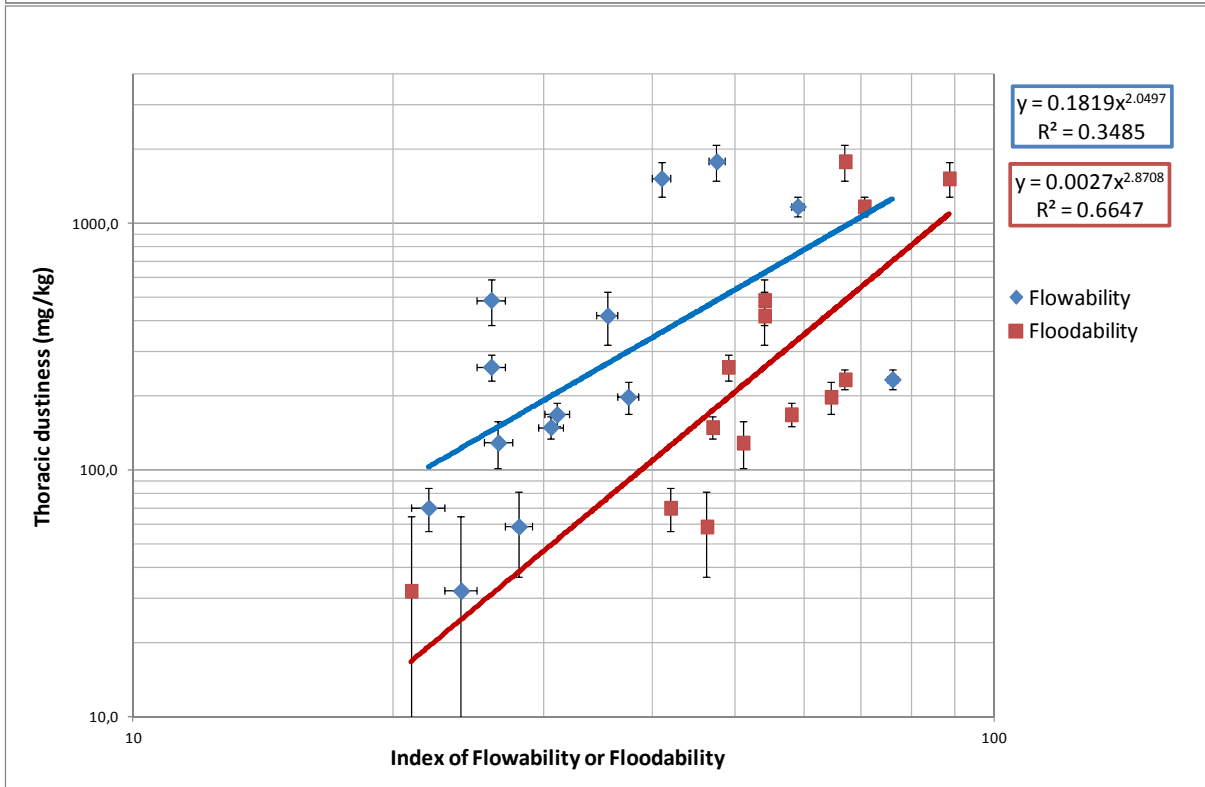
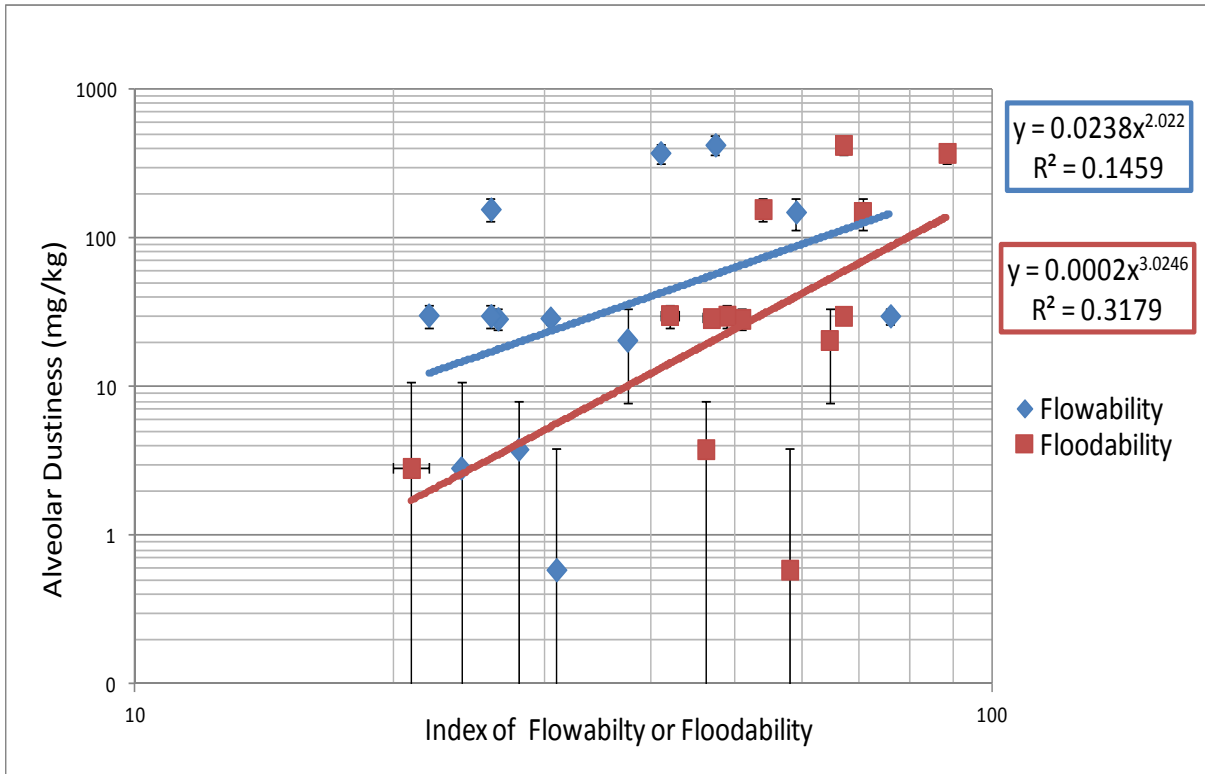
Paramètres composés :

 Densité moyenne
 Densité de travail
 Compressibilité
 Indice de Carr
 Indice d’Hausner
 Indice d’écoulement (Coulabilité)
 Indice d’éboulement (Déferlement)

La définition de ces paramètres mécaniques et la description de leurs déterminations dépasserait le cadre de cette NST.

Nous avons déjà indiqué que trouver une corrélation entre un paramètre mécanique simple et la pulvérulence (qui est un phénomène complexe) est pratiquement sans espoir et qu’il serait raisonnable de se tourner vers des paramètres composés de plusieurs paramètres primaires. Notre choix s’est porté sur la coulabilité et le déferlement. Déjà intuitivement, il est possible d’imaginer que la poudre qui s’écoule bien aura aussi plus tendance à se mettre en suspension qu’une poudre qui s’écoule difficilement.

La coulabilité (flowability) est une propriété qui prend en compte l’angle de repos, la compressibilité, l’angle de spatule et la cohésivité ou uniformité (en fonction de la granulométrie de la poudre). Le déferlement (floodability) prend en compte l’indice d’écoulement, l’angle de chute, l’angle de différence et la dispersibilité (l’indice de déferlement est définissable uniquement pour les poudres d’une granulométrie inférieure à 50 µm). Ces deux propriétés peuvent être corrélées avec la pulvérulence. Les résultats de cette relation sont reportés dans la Figure 13.



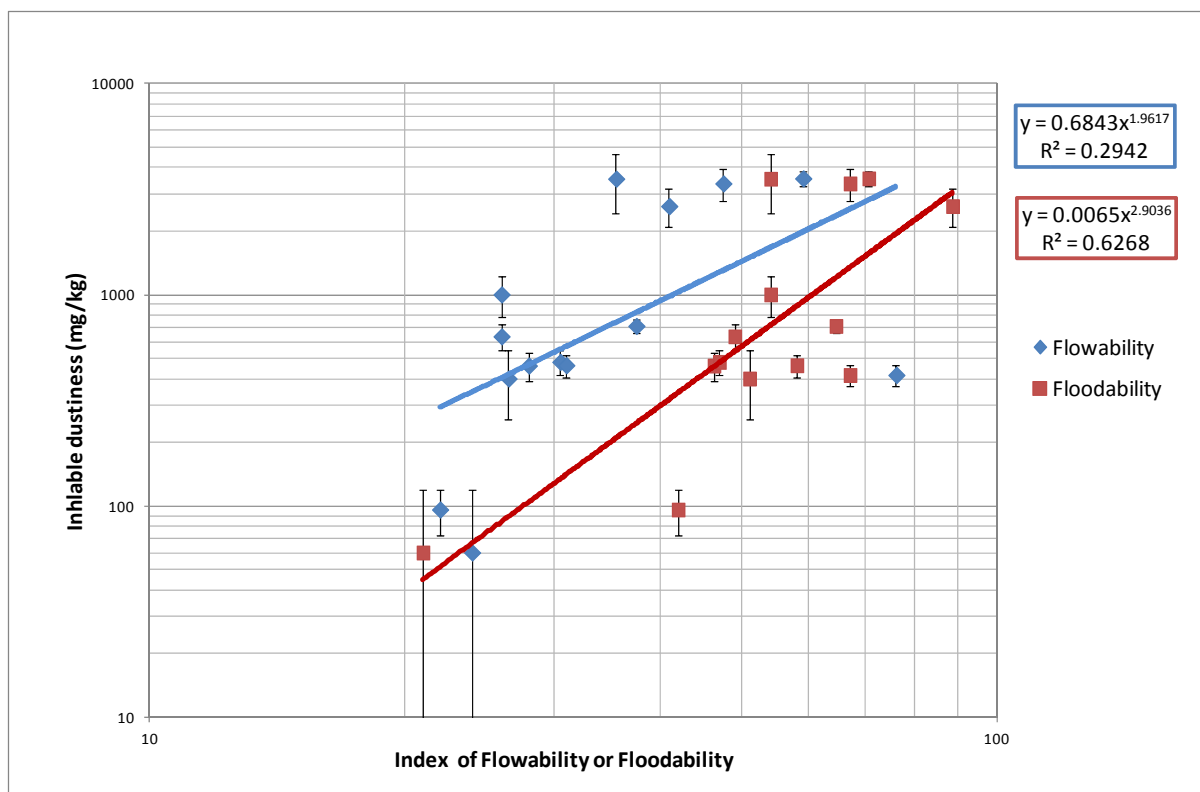


Figure 13 Indice de pulvérulence en fonction de l'indice d'écoulement (flowability) et de l'indice de déferlement (floodability). De haut en bas : les indices de pulvérulence Alvéolaire W_R , Thoracique W_T , Inhalable W_I .

La figure 13 montre un accroissement de la pulvérulence en fonction de l'indice d'écoulement et de l'indice de déferlement des poudres. On peut en déduire que les matériaux avec de bonnes propriétés de transport sont plus poussiéreux. Il a également été constaté (non représenté ici) que la pulvérulence de matériaux plus grossiers est mieux corrélée avec la coulabilité tandis que la pulvérulence de matières fines est mieux corrélée avec le déferlement. Cependant, ces corrélations ne sont pas statistiquement significatives, probablement en raison de la grande dispersion des résultats et du faible nombre de mesures expérimentales.

On peut affirmer que, même lorsque la formation d'aérosol est en relation avec d'autres paramètres mécaniques des poudres, il serait hasardeux d'en déduire leur pulvérulence. Même si on peut grossièrement miser sur une pulvérulence élevée pour les matériaux fluides, cette estimation ne peut en aucun cas discerner une différence de l'indice de pulvérulence entre les trois fractions conventionnelles. La dernière remarque concerne le fait que, mesurer plusieurs propriétés mécaniques d'une poudre pour estimer sa pulvérulence est expérimentalement plus compliqué que mesurer la pulvérulence elle-même, et ceci très probablement pour un résultat plus mauvais.

En conclusion, l'indice de pulvérulence doit être évalué séparément [9]. D'autant plus qu'il s'agit de la pulvérulence évaluée en trois indices différents, chacun correspondant à une autre fraction conventionnelles d'aérosol.

6 - DISCUSSION ET CONCLUSIONS

Il a été nécessaire de doter l'institution de prévention d'une méthode stabilisée de mesurage des indices de pulvérulences des poudres manipulées en industrie. Pour pouvoir être appliqué dans le domaine d'hygiène industrielle, cette méthode mesure la pulvérulence en fractions conventionnelles d'aérosol liées à la santé.

Le choix d'une méthode normalisée a été motivé par la nécessité d'interprétation de résultats dans un contexte européen d'évaluation du risque de produits chimiques et d'étiquetage de produits pulvérulents. Le mécanisme de mise en suspension de particules par la méthode du tambour rotatif est relativement proche des mécanismes impliqués dans la manipulation industrielle des matières pulvérulentes.

L'équipement expérimental a été monté au laboratoire et perfectionné dans un cadre prévu pour son déploiement. Le banc d'essais a été instrumenté avec des éléments de régulation (P, T, Q) et une interface informatique de pilotage par ordinateur développée au laboratoire. Les méthodologies des manipulations complémentaires mais nécessaires pour le déroulement des essais ont été développées : étalonnage de débit, pesée des mousses, prise et conditionnement d'échantillons des poudres, préparations de lots homogènes, mesure de la masse volumique et de l'humidité des poudres, maîtrise de l'humidité de l'air, système de mise en place de l'échantillon dans le tambour rotatif, etc...

Après la mise en service de l'équipement, le déroulement des essais a été optimisé et la méthode a été qualifiée du point de vue de sa performance : limites de détection et de quantification, répétabilité et reproductibilité.

Les indices de pulvérulence ont été déterminés pour une série de poudres industrielles. Les résultats peuvent constituer un début d'une future base de données qui permettra d'interpréter des résultats d'analyses de pulvérulence de nouveaux matériaux. Il est envisagé de choisir une poudre comme poudre de référence ou d'étalonnage. Elle servira pour un contrôle périodique de la méthode. Il serait convenable qu'elle possède une pulvérulence correspondant au milieu de la gamme entre la pulvérulence faible et élevée. Elle devra être inaltérable dans le temps et disponible en grande quantité.

L'influence d'un certain nombre de paramètres physiques sur la pulvérulence a été étudiée. Les résultats ont démontré la nécessité de mesurer la pulvérulence elle-même, indépendamment des autres propriétés mécaniques des poudres.

En conclusion, notre étude a rempli son objectif principal de doter l'institution de prévention d'un outil maîtrisé et qualifié de détermination de la pulvérulence des matériaux industriels (et/ou agricoles) pour le besoin d'évaluation du risque chimique. Les résultats de l'étude ainsi que la littérature scientifique récente [10] ont confirmé la pertinence du choix de la méthode. Nous avons démontré sa performance et sa maîtrise au laboratoire. Ses résultats fournissent de données précieuses à l'évaluation du risque chimique. Dans un second degré ils peuvent servir d'aide à la modélisation des scénarios d'exposition sur les lieux de travail [11].

7 - VALORISATION

La principale valorisation est la mise en pratique à l'INRS de la méthode de mesurage de la pulvérulence des poudres en fractions conventionnelles. La méthode est maintenant maîtrisée au laboratoire de Métrologie des Aérosols et disponible aux préventeurs dans le cadre de l'assistance analytique. Il a été également prévu de transférer la méthode dans un laboratoire interrégional pour la mettre à la disposition de l'institution de prévention. Le premier contact avec deux laboratoires interrégionaux, potentiellement intéressés, a été pris.

Au cours de l'étude, nous avons fait quatre communications au niveau national sur l'intérêt de l'étude et sur son avancement. Elles ont été destinées aux ingénieurs conseil des CARSAT, aux ingénieurs des laboratoires interrégionaux et aux préleveurs :

Séminaire des spécialistes chimistes :
Lyon, 12-15 octobre 2009
Pornichet, 22-25 octobre 2013.

Séminaire prélèvements et analyses :
Nancy, 18-19 mars 2010

Nancy, 13-15 novembre 2013.

Au niveau international, nous avons présenté les premiers résultats à un congrès de professionnels des poudres en Allemagne [8] et l'influence des paramètres physiques sur la pulvéulence des poudres au congrès européen sur les aérosols [9].

8 - REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] EN 15051 – Mesure du pouvoir de resuspension des matériaux pulvérulents en vrac. *Juillet 2006*.
- [2] EN 481 – Atmosphères des lieux de travail – Définitions des fractions de taille pour le mesurage des particules en suspension dans l'air. *Novembre 1993*.
- [3] WROBEL R., GÖRNER P. – Pulvéulence des poudres en fractions conventionnelles d'aérosol. *Fiche d'étude nouvelle, INRS, 2010*.
- [4] VINCENT R., BONTHOUX F., MALLET G., IPARRAGUIRRE J.F., RIO S. – Méthodologie d'évaluation simplifiée du risque chimique. *Cahiers de notes documentaires INRS, 2005, ND 2233-200-05, pp 39-62*.
- [5] Görner P., Pich J. – Generalized Theory of Dispersion Forces. *Journal of Aerosol Science, 20, 7, 1989, pp. 735-747*.
- [6] Hosokawa Micron Corporation – Powder Characteristics Tester. *Instruction Manual, #519223, Osaka (J), May 17, 2006, 153 p*.
- [7] Görner P., Fabriès J-F. – Industrial aerosol measurement according to the new sampling conventions. *Occupational Hygiene, 3, 1996, pp. 361-376*.
- [8] Görner P., Wrobel R., Knider M. – Measuring dustiness of powder materials handled in the workplace. *7th International Conference for Conveying and Handling of Particulate Solids, Friedrichshafen (D), 10-13 September 2012*.
- [9] Görner P., Wrobel R., Knider M., Boivin A., Clerc F. – Physical parameters of powders and release of aerosol. *European Aerosol Conference, Prague (CZ), 1-6 September 2013*.
- [10] Bach S., Eickmann U, Schmidt E. – Comparison of established systems for measuring the dustiness of powders with the UNC dustiness tester developed especially for pharmaceutical substances. *Annals of Occupational Hygiene, 57, 8, 2013, pp. 1078-1086*.
- [11] Levin M., Koponen I. K., Jensen K. A. – Exposure assessment of four pharmaceutical powders based on dustiness and evaluation of damaged HEPA filters. *Journal of Occupational and environmental hygiene*
<http://dx.doi.org/10.1080/15459624.2013.848038> .

9 - INTRODUCTION AUX ANNEXES

Cette note scientifique et technique comporte six annexes.

Les quatre premières précisent les tâches nécessaires à l'exécution des différentes étapes d'une mesure de l'indice de pulvérulence. Elles sont écrites en forme d'un mode d'emploi détaillé.

L'Annexe 5 précise les calculs statistiques et l'Annexe 6 donne le programme horaire d'un essai.

ANNEXE 1

PRELEVEMENT DE POUDRE ET FICHE DE TRANSMISSION

Prélèvement de poudre destinée au mesurage de la pulvérulence

Les poudres prélevées pour le test de pulvérulence seront conditionnées dans une boîte cylindrique en fer blanc ayant un volume de 2.2 L, de hauteur avec couvercle 172 mm, de diamètre 130 mm (Société Fidel s.a., 75 av. Colonel Rol Tanguy, 93240 Stains). La quantité de poudre utile est d'environ 1 L. Remplir la boîte avec un volume de poudre correspondant à la moitié du volume interne de la boîte.

L'échantillon prélevé doit être représentatif de la totalité de la poudre. Lorsqu'elle est conditionnée dans un sac, prélever un échantillon à différentes hauteurs du sac. Si possible, utiliser le quartage pour diviser une quantité de poudre importante.

Etiqueter la boîte contenant la poudre (Figure A1, 1). Sur l'étiquette, indiquer la date de prélèvement, la référence du fabricant du produit, un code qui pourrait être, à terme, un numéro de demande de prestation et un numéro COLCHIC. Etanchéifier le couvercle à l'aide d'un ruban vinyle autocollant.

Marquer la boîte d'un pictogramme autocollant d'identification des produits dangereux identique à celui du conditionnement duquel l'échantillon a été prélevé.

Emballer la boîte contenant l'échantillon dans un emballage antichoc, le tout mis dans un carton. Plusieurs cartons contenant une boîte de poudre pourront être regroupés dans un même emballage de dimensions plus grandes. Le transport sera assuré par un transporteur qui sera averti de son contenu.

Remplir une fiche de transmission et l'envoyer avec l'échantillon.

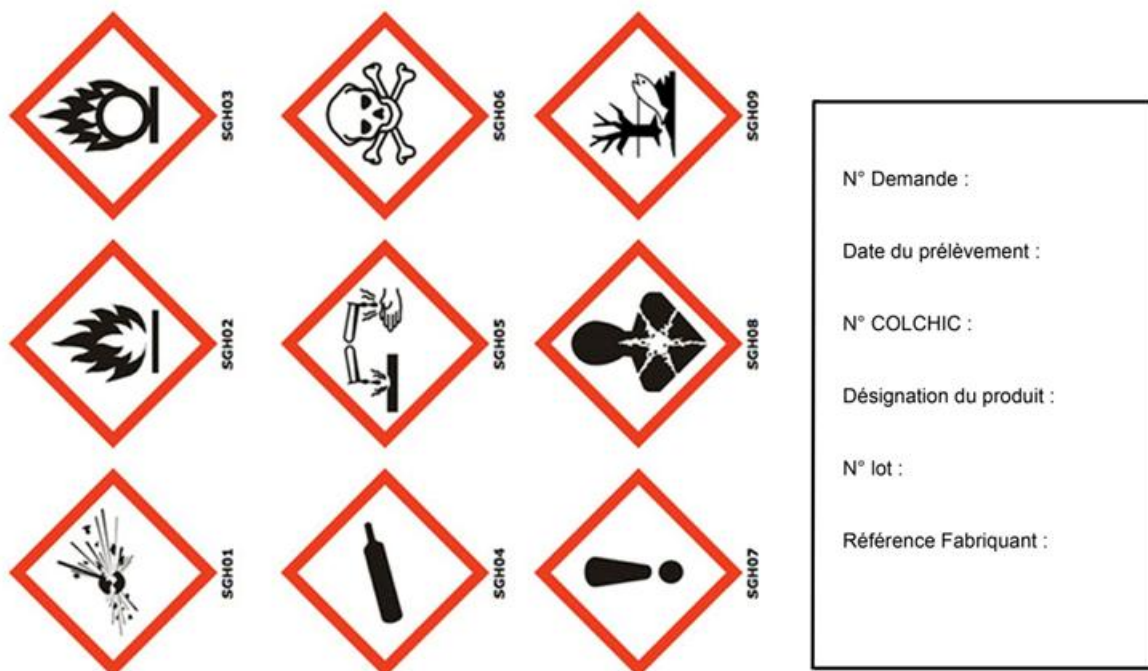


Figure A1, 1 Etiquette d'une poudre et pictogrammes à utiliser

Fiche de transmission de l'échantillon

Date du prélèvement :

Laboratoire expéditeur :

Prélèvements effectués par :

N° Demande :

N° COLCHIC (N° dossier/ Référence COLCHIC) :

Entreprise utilisatrice :

Lieu du prélèvement :

Désignation du produit pulvérulent :

N° Lot :

Fabriquant :

Référence Fabriquant :

Date d'ouverture du conditionnement initial :

Méthode de prise d'échantillon :

Conditionnement de la poudre duquel l'échantillon a été prélevé :

Description du procédé industriel produisant ou utilisant cette poudre :

Description de l'opération du procédé qui met la poudre en suspension dans l'air :

Une campagne permettant l'évaluation de la concentration pondérale de l'aérosol a-t-elle déjà été effectuée au niveau du procédé incriminé : Oui Non

Si oui référence du dossier COLCHIC des prélèvements effectués :

ANNEXE 2

PREPARATION DES LOTS D'UNE POUDRE ET MESURAGE DE LA MASSE VOLUMIQUE DE CETTE POUDRE

La poudre est conditionnée dans une boîte en fer blanc de volume 2.2 L, de hauteur avec couvercle 172 mm, de diamètre 130 mm, (Société FIDEL S.A, 75 avenue du Colonel Rol Tanguy, 93240 STAINS). Le volume de poudre nécessaire pour réaliser un test complet de pulvérulence est d'environ 1 litre.

Avant de séparer les lots de la poudre destinés au test de la pulvérulence, mélanger-la pendant une heure à l'intérieur de la boîte en fer blanc à l'aide du mélangeur Turbula (Figure A2, 1)



Figure A2, 1 Mélangeur de poudre Turbula

La division de la poudre en petits lots identiques s'effectue sur une plateforme lisse en acier inoxydable. La manipulation se fait sous une hotte aspirante afin de protéger l'opérateur. La technique de division utilisée est le quartage. Il est réalisé à l'aide d'une croix métallique afin d'obtenir dans un premier temps 4 parts (Figure A2, 2).



Figure A2, 2 Quartage de la poudre par une croix en inox

Chacune des quatre parts de la poudre initiale est ensuite divisée en deux à l'aide d'une boîte à 12 rifles de 7 mm (Figure A2, 3) La totalité de la poudre est donc partagée en 8 piluliers de 125 cm³ environ (Figure A2, 4).



Figure A2, 3 Diviseur manuel à 12 rifles (division en 2 parts égales)



Figure A2, 4 Huit lots identiques conditionnés dans les piluliers

Pour les besoins de test de pulvérulence, 5 des 8 lots intermédiaires sont encore partagés en deux à l'aide de la boîte à rifles pour obtenir 10 échantillons finaux. Les 3 lots restants sont stockés pour une répétition éventuelle de mesure de la pulvérulence. Les 10 échantillons finaux sont utilisés pour remplir des récipients cylindriques en acier inoxydable ayant un couvercle en laiton. Ces récipients à volume précis de 35 cm^3 ont été conçus et fabriqués à l'INRS et sont représentés sur les Figure A2, 4 et 5. Les récipients sont remplis par excès de poudre et légèrement tapés sur le côté par une spatule métallique (visible sur la Figure A2, 5) afin de remplir entièrement les éventuelles espaces vides dans le cylindre. L'excès de poudre est ensuite retiré par la même spatule d'un geste horizontal rasant.



Figure A2, 5 : Cylindre calibré de 35 cm³ rempli de poudre

La masse de chaque échantillon est déterminée par pesée. Le volume du cylindre et la masse de la poudre permet de calculer la densité apparente de la poudre. Elle est calculée pour tous les 10 échantillons afin d'en déduire une masse spécifique moyenne et son écart-type (Tableau A2, 1).

Tableau A2, 1 Masse volumique de la poudre de ciment

N° échantillon	Masse volumique	
0	0.965	g.cm ³
1	0.969	g.cm ³
2	0.983	g.cm ³
3	0.974	g.cm ³
4	0.981	g.cm ³
5	0.963	g.cm ³
6	0.952	g.cm ³
7	0.968	g.cm ³
8	0.942	g.cm ³
9	0.969	g.cm ³
Moyenne =	0.966	g.cm ³
Ecart-type =	0.013	g.cm ³

Les 4 premiers des 10 échantillons sont ensuite utilisés pour le mesurage du taux d'humidité de la poudre et les 6 suivants pour le mesurage de la pulvérulence.

ANNEXE 3

MESURAGE DE LA TENEUR EN EAU D'UNE POUDRE

Le mesurage de la teneur en humidité des poudres est réalisé à l'aide d'une thermobalance HR83-P METTLER (Figure A3, 2).

Les dispositions de cette instruction s'appliquent aux échantillons préparés selon l'ANNEXE 2. L'appareil HR83-P fonctionne selon un principe thermogravimétrique : la détermination du taux d'humidité s'effectue sur la base de la perte de poids d'un échantillon séché par un système de chauffage. L'instrument est donc composé d'une balance et d'un module de chauffage à lampe halogène. Dès que le chauffage est mis en fonctionnement, la variation de poids de l'échantillon est calculée et sa valeur imprimée toutes les 30 secondes. Trois modes différents de chauffe ont été programmés : ils correspondent

- aux poudres minérales : méthode 01 minéraux;
- aux poudres organiques : méthode 02 organique 1;
méthode 04 organique 2.

Méthode 01 : Echelon de température palier à 160°C

Méthode 02 : Rampe de température, durée = 30 secondes, température finale = 100°C

Méthode 04 : Rampe de température, durée = 30 secondes, température finale = 60 °C

Pour les poudres organiques, la méthode 04 peut-être choisie lorsque la poudre contient des composés volatils à des températures inférieures à 100°C ou pour les poudres thermosensibles.

Le critère d'arrêt du chauffage F est égal à la perte de poids de l'échantillon par unité de temps. La dessiccation s'arrête dès que la valeur de F est inférieure à une valeur présélectionnée. Elle a été réglée à 1 mg pour un temps Δt égal à 140 secondes.

Définitions

MC : Taux de variation du poids de la poudre (%)

MC_f : Valeur finale de MC qui est la valeur du taux d'humidité de la poudre (%)

PH : Poids de l'échantillon à l'état humide (g)

PS : Poids de l'échantillon à l'état sec (g)

$$MC = -\frac{PH - PS}{PH} * 100$$

Descriptif détaillé

Vérification de l'analyseur HR83-P

La balance est vérifiée chaque jour à l'aide d'un poids étalon de 50 g. Un laboratoire de métrologie habilité vérifie également chaque année la balance à l'aide de poids étalons, et la mesure de la température à l'aide d'un thermomètre étalon.

Préparation de l'échantillon

La totalité de l'échantillon contenu dans un récipient de 35 cm³ est transvasé à l'aide d'une spatule adaptée et réparti régulièrement dans le porte-échantillon en aluminium (Figure A3, 1) avec lequel la tare de la balance H33R-P a été préalablement réalisée.



Figure A3 1 Poudre conditionnée dans le porte échantillon

Mesure de la teneur en humidité de la poudre

Placer l'échantillon dans l'appareil (Figure A3, 2).

Choisir la méthode 01 pour une poudre minérale et 02 ou 04 pour une poudre organique à l'aide du bouton *Method* et appuyer sur \leftarrow pour valider. Appuyer sur *Code* afin de notifier les caractéristiques de la poudre testée : en C1, l'identifiant de la poudre, en C2 le numéro de l'essai de mesurage de la pulvérulence et en C3 le numéro de l'échantillon. Pour faire apparaître les lettres, appuyer sur A...Z, et faire défiler avec les touches \diamond .

Pour les chiffres, utiliser la table numérique. Valider à chaque étape.

Pour une poudre, analyser quatre échantillons avec un intervalle de 30 minutes afin que la thermo balance retrouve sa température initiale.



Figure A3, 2 Mesure de la teneur en humidité d'une poudre.

Représenter l'évolution de MC dans le temps pour chaque échantillon sur un graphique (exemple Figure A3,°3). Calculer la valeur moyenne des dernières valeurs de MC pour chaque échantillon : elle représente la valeur de la teneur en humidité de la poudre. Réaliser au moins 3 mesures.

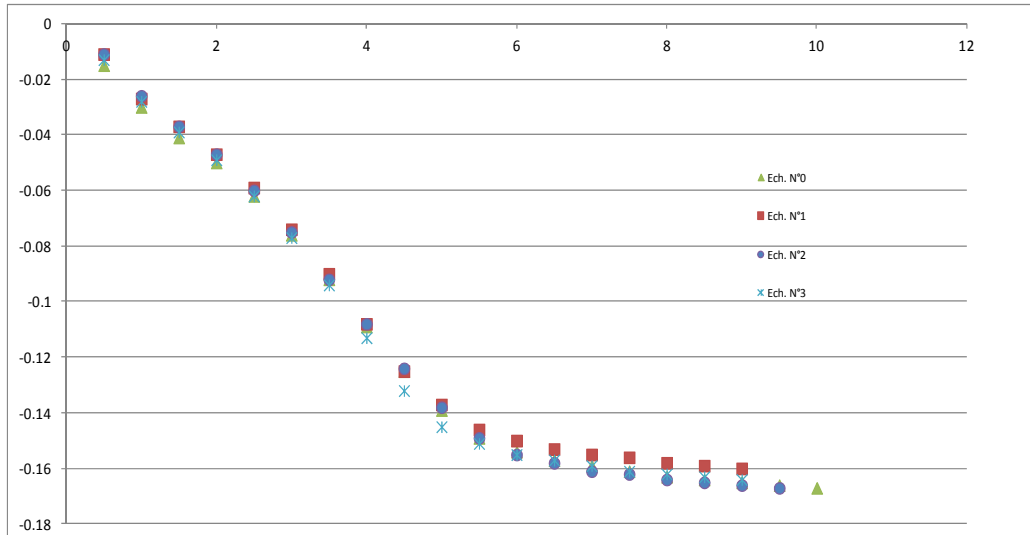


Figure A3, 3 Mesure de la teneur en humidité d'une poudre.

ANNEXE 4

MESURAGE DE LA PULVERULENCE D'UN ECHANTILLON DE POUDRE A L'AIDE DU TAMBOUR ROTATIF

Cette instruction décrit le mode opératoire de mesure de la pulvérulence d'une poudre réalisée à l'aide du tambour rotatif suivant la Norme NF EN 15051.

Définitions

Pulvérulence :

L'indice de pulvérulence est le rapport de la masse en mg de particules mises en suspension dans l'air par la masse de poudre utilisée en kg. Dans le cadre de ce travail, nous définissons trois indices de pulvérulence d'une poudre, chacun pour une distribution de taille de particules correspondant à une fraction conventionnelle d'aérosol liée à la santé. C'est la fraction des poussières inhalables, thoraciques et alvéolaires, libérées lors de l'essai :

$$WR,A = \frac{Ma}{Me} \times 1000 \quad WT,A = \frac{Ma + Mtb}{Me} \times 1000 \quad WI,A = \frac{Ma + Mtb + Met}{Me} \times 1000$$

où

WR,A : Pulvérulence en fraction alvéolaire (mg/Kg)

WT,A : Pulvérulence en fraction thoracique (mg/Kg)

WI,A : Pulvérulence en fraction inhalable (mg/Kg)

Me : Masse de l'échantillon de poudre placée dans le tambour (g)

Ma : Masse de particules échantillonnée sur le filtre terminal (mg)

Mtb : Masse de particules échantillonnée sur la mousse de grade 80 ppi (mg)

Met : Masse de particules échantillonnée sur la mousse de grade 20 ppi (mg)

A : Méthode de tambour rotatif

Matériels utilisés

- ❖ Un anneau en inox ; \varnothing extérieur : 80mm, \varnothing intérieur : 60mm, épaisseur : 2mm
- ❖ 2 joints blancs en téflon ; \varnothing extérieur : 80mm, \varnothing intérieur : 60mm, épaisseur : 2mm
- ❖ Une grille support de filtres en inox de diamètre 80mm
- ❖ Mousses métalliques : \varnothing 80 mm, 80ppi, 3200 pores/m, épaisseur : 10mm
- ❖ Mousses métalliques : \varnothing 80 mm, 20ppi, 800 pores/m, épaisseur : 20mm
- ❖ Filtres : microfibres de verre 693, \varnothing 80mm, et de porosité 1.2 μ m, réf. 516-0872, VWR
- ❖ Joint silicone J.S HOLDING, raccord reliant le tambour et le débitmètre massique.
- ❖ Tambour rotatif
- ❖ Banc d'essais de mesurage de la pulvérulence des poudres

Descriptif détaillé

Positionnement des mousses et du filtre de prélèvement



Figure A4, 1 Mise en place des mousses sélectives et du filtre.

Placer le tambour verticalement comme sur la Figure A4, 1. Mettre, sur le petit orifice, l'anneau en inox ensuite un joint blanc en téflon. Puis, disposer la mousse métallique 20 ppi (800 pores/m) et au dessus la mousse métallique 80 ppi (3200 pores/m). Mettre le deuxième joint blanc afin d'y déposer le filtre, celui-ci sera disposé de façon que les trames soient vers le dessus. Enfin, pour caler le filtre, placer une grille support. Pour finir, mettre la pièce au dessus afin d'assurer l'étanchéité du tambour.

Conditions ambiantes :

L'essai se déroule dans des conditions stipulées dans la norme EN 15051. Les conditions d'essai sont les suivantes :

- Humidité relative (RH) : $50\% \pm 10\%$
- Température : $21^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$
- Banc d'essai relié électriquement à la terre

Afin que les conditions ci dessus soient respectées, la température dans le laboratoire est régulée grâce à un climatiseur ; l'humidité de l'air entrant dans le tambour est contrôlée à l'aide d'un système de régulation permettant de maintenir l'atmosphère dans une plage étroite d'humidité. Le principe de fonctionnement de ce système est de mélanger deux flux d'air - l'un saturé, l'autre sec - contrôlés par deux débitmètres massiques régulateurs. La température et l'humidité de l'air sont mesurées en continu grâce à un thermo hygromètre étalonné annuellement.

Essai de mesurage de pulvérulence d'une poudre :

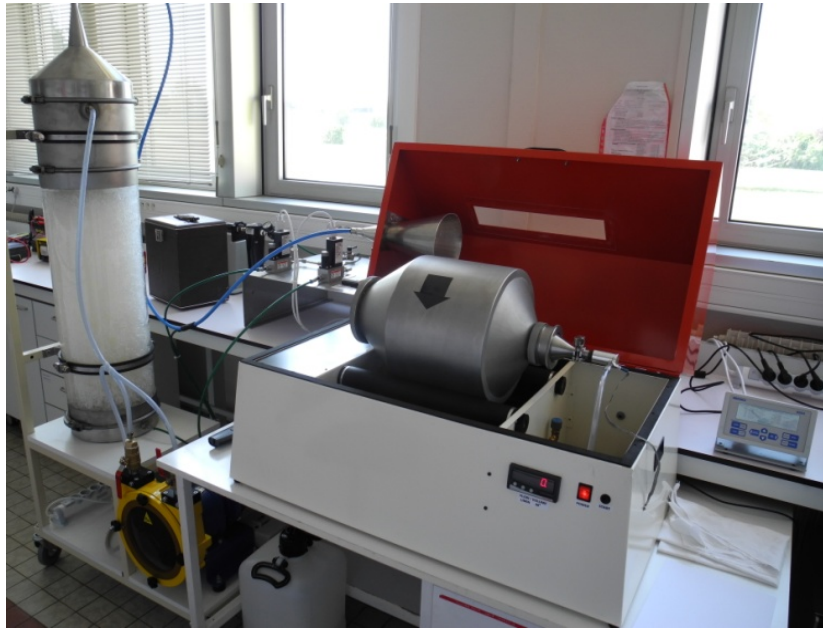


Figure A4, 2 : Banc d'essai du mesurage de la pulvérulence d'une poudre



Figure A4, 3 : Positionnement de la poudre dans le tambour.

Placer le tambour sur le support et le relier au débitmètre massique grâce à un joint en silicone permettant toute étanchéité et amovibilité (Figure A4, 2). Etaler la poudre de façon homogène au fond du tambour entre deux ailettes (Figure A4, 3). Ensuite, placer le filtre de diamètre 150 mm et son support à l'entrée du tambour. Mettre en route l'essai en appuyant sur START, le tambour se met en rotation pendant 5 secondes sans aspiration. La pompe de prélèvement se met ensuite en route pendant une minute à un débit de 38 L/min. Relever les valeurs du débit affichées. La durée d'un essai est d'une minute, pendant laquelle la poudre est soulevée 32 fois.

Retirer les mousses et le filtre avec précaution, en les remettant dans leurs conditionnements respectifs afin de les peser et de calculer la différence de masse. Entre deux essais avec la même poudre, nettoyer le tambour en position verticale, en tapotant sur les parois. La poudre récupérée sera mise dans une poubelle prévue à cet effet.

Avant un essai avec une poudre différente, tous les éléments qui viendront en contact avec la poudre sont lavés à l'eau savonneuse, rincés à l'eau distillée et à l'éthanol, puis séchés dans l'étuve réglée à 50°C environ.

Pesées des mousses et des filtres :

Les mousses sélectives et le filtre sont pesés avant et après l'essai conformément à la norme ISO 15767 à l'aide de la balance XP205 METTLER de résolution 0,1g. Les masses Δm de particules échantillonnées dans les étages n sont calculées à l'aide de la formule suivante :

$$\Delta m_n = (m_{b,S_n} - m_{a,S_n}) - \frac{1}{nt} \sum_{i=1}^{nt} (m_{b,T_{ni}} - m_{a,T_{ni}})$$

Où :

Δm_n est la masse de particules déposées à l'étage n
n = 1 pour l'étage correspondant aux mousses de 800 pores par mètre
n = 2 pour l'étage correspondant aux mousses de 3200 pores par mètre
n = 3 pour l'étage correspondant au filtre terminal

m_{b,S_n} est le poids final du substrat de l'étage n utilisé lors de l'essai
 m_{a,S_n} est le poids initial du substrat de l'étage n utilisé lors de l'essai
 $m_{b,T_{ni}}$ est le poids final du substrat de l'étage n témoin numéro i
 $m_{a,T_{ni}}$ est le poids initial du substrat de l'étage n témoin numéro i
nt est le nombre de substrat témoins utilisés

Calcul de la pulvérulence :

La pulvérulence est le rapport de la masse en mg de particules mises en suspension dans l'air dont la taille correspond à une fraction conventionnelle liée à la santé par la masse de poudre utilisé en kg. C'est la fraction des poussières inhalables, thoraciques et alvéolaires, libérées lors de l'essai :

$$W_{I,A} = \frac{\Delta m_1 + \Delta m_2 + \Delta m_3}{m_s}$$

$$W_{T,A} = \frac{\Delta m_2 + \Delta m_3}{m_s}$$

$$W_{R,A} = \frac{\Delta m_3}{m_s}$$

Où :

$W_{I,A}$ est la fraction massique des poussières inhalables, en mg/kg
 $W_{T,A}$ est la fraction massique des poussières thoraciques, en mg/kg

$W_{R,A}$ est la fraction massique des poussières alvéolaires, en mg/kg
 Δm_1 est la masse recueillie sur la mousse de 800 pores par mètre, en mg
 Δm_2 est la masse recueillie sur la mousse de 3200 pores par mètre, en mg
 Δm_3 est la masse recueillie sur le filtre terminal, en mg
 m_s est la masse de l'échantillon pour l'essai, en mg
A Méthode du tambour rotatif

Les six échantillons sont utilisés pour le mesurage de la pulvéulence. Pendant l'essai, on relève la température du laboratoire ainsi que son humidité relative et la pression atmosphérique afin de les reporter dans le fichier Excel dans le but de connaître les conditions ambiantes de l'essai. On relève tous les débits possibles à partir de 38 l / min et on en fait la moyenne pour calculer le débit de prélèvement avec la formule suivante :

$$Q_p = \frac{(100 * Q_m)}{(E_r + 100)} * (P_s / P) * \frac{(273,15 + T^\circ)}{(273,15 + T_s^\circ)}$$

Ensuite, la durée de l'essai étant d'une minute, on calcule le volume d'air prélevé V_{air} :

$$V_{air} = Q_p * t$$

Et enfin, on calcule la pulvéulence $W_{R,A}$, $W_{T,A}$, $W_{I,A}$.

Tableau A4, 1 Valeurs de pulvéulence en fractions liées à la santé obtenues avec la poudre de microsphère de verre.

	Pulvéulence WR,A	U(WR, A)	Pulvéulence WT,A	U(WT, A)	Pulvéulence WI,A	U(WI, A)
	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/Kg)	(mg/K g)
	476,9	14,4	2045,1	50,0	3858,7	75,04
	418,3	12,7	1635,7	39,9	2808,3	55,02
	390,0	11,8	1480,0	36,1	2484,2	49,15
	287,0	8,8	1261,7	32,1	2140,2	43,85
	335,8	10,3	1367,0	34,1	2206,8	44,85
	347,9	10,6	1333,6	33,1	2289,4	46,40
Moyenne =	376,0		1520,5		2631,3	
Ecart-type =	67,1		288,3		647,7	
Pulvéulence	Elevé		Elevé		Modéré	
Incert. sur moyenne =	55,8		237,7		530,9	

$W_{R,A}$ Pulvéulence en fraction alvéolaire
 $U(W_{R,A})$ Incertitude sur $W_{R,A}$
 $W_{T,A}$ Pulvéulence en fraction thoracique
 $U(W_{T,A})$ Incertitude sur $W_{T,A}$
 $W_{I,A}$ Pulvéulence en fraction inhalable
 $U(W_{I,A})$ Incertitude sur $W_{I,A}$

ANNEXE 5

CALCULS STATISTIQUES

Pesée

Limite de détection et limite de quantification

$$LOD = 3 * U(m)$$

$$LOQ = 10 * U(m)$$

Incertitude sur la masse

$$U(m) = \sqrt{U(a1)^2 + U(b1)^2 + U(b2)^2}$$

$$U(a1) = \sqrt{\sigma^2 * 1 + \frac{1}{Nb\ tomote}}$$

$$U(b1) = \frac{Incert\ de\ mes}{2}$$

$$U(b2) = \frac{Resolution}{2 * \sqrt{3}}$$

Volume

Incertitude de type B

$$U(v) = \frac{a/V}{2 * 100}$$

a = écart du volume toléré par la norme.... (3%)

Concentration

$$U(conc) = (U(m) * V)^2 + (U(v) * Svol)^2$$

Coefficient de sensibilité

$$Svol = \frac{m}{V^2}$$

m = Masse de poudre « récoltée » sur filtre / mousse

V = Volume d'air prélevé

INCERTITUDES SUR L'INDICE DE PULVERULENCE

Alvéolaire

Incertitude sur la moyenne

$$U = 2 * \sqrt{\left(\frac{\sigma}{\sqrt{6}}\right)^2 + \left(\frac{U(Wa)}{2}\right)^2}$$

σ = Ecart type des 6 moyennes

Wa= Indice de pulvéulence alvéolaire

$$U(Wa) = \sqrt{U(ma)^2 * \left(\frac{1000}{me}\right)^2 + \left(\left(\frac{1000 * ma}{me}\right)^2 * \left(\frac{U(me)}{1000}\right)^2\right)}$$

$$U(me) = 0.000452 * 2$$

$$U(ma) = 2 * \sqrt{\left(\frac{LOQ}{10}\right)^2 + (0.015 * ma)^2}$$

ma = Masse de particules sur le filtre en g

me = Masse d'échantillon de la poudre en g

Thoracique

Incertitude sur la moyenne

$$U = 2 * \sqrt{\left(\frac{\sigma}{\sqrt{6}}\right)^2 + \left(\frac{U(Wt)}{2}\right)^2}$$

σ = Ecart type des 6 moyennes

Wt= Indice de pulvéulence thoracique

$$U(Wt) = \sqrt{U(ma + mtb)^2 * \left(\frac{1000}{me}\right)^2 + \left(\left(\frac{1000 * (ma + mtb)}{me}\right)^2 * \left(\frac{U(me)}{1000}\right)^2\right)}$$

$$U(me) = 0.000452 * 2$$

$$U(mtb) = 2 * \sqrt{\left(\frac{LOQ}{10}\right)^2 + (0.015 * mtb)^2}$$

$$U(ma + mtb) = \sqrt{U(ma)^2 + U(mtb)^2}$$

m_{tb} = Masse de particules sur la mousse de 80ppi en g
 m_e = Masse d'échantillon de la poudre en g

Inhalable

Incertitude sur la moyenne

$$U = 2 * \sqrt{\left(\frac{\sigma}{\sqrt{6}}\right)^2 + \left(\frac{U(WI)}{2}\right)^2}$$

σ = Ecart type des 6 moyennes
 W_i = Indice de pulvérulence inhalable

$$U(WI) = \sqrt{U(m_a + m_{tb} + m_{st})^2 * \left(\frac{1000}{m_e}\right)^2 + \left(\left(\frac{1000 * (m_a + m_{tb} + m_{st})}{m_e}\right)^2 * \left(\frac{U(m_e)}{1000}\right)^2\right)}$$

$$U(m_e) = 0.000452 * 2$$

$$U(m_{st}) = 2 * \sqrt{\left(\frac{LOQ}{10}\right)^2 + (0.015 * m_{st})^2}$$

$$U(m_a + m_{tb} + m_{st}) = \sqrt{U(m_a)^2 + U(m_{tb})^2 + U(m_{st})^2}$$

m_{tb} – Masse de particules sur la mousse de 20ppi en g
 m_e = Masse d'échantillon de la poudre en g

ANNEXE 6

Programme horaire d'un essai de pulvérulence d'une poudre

1^{er} jour :

Matin :

- Conditionnement de la poudre dans la boîte en fer blanc et mélange 1 h au TURBULA. Pesée des mousses et des filtres préalablement nettoyés et conditionnés (**1 : 30 h**)
- Echantillonnage par quartage (**2 : 30 h**)

Après-midi :

- Pesée des cylindres vides et remplis de poudre pour déterminer la masse volumique de la poudre (**30 min**)
- Mesure du taux d'humidité (**1 h**)
- Mesure de la pulvérulence avec le tambour rotatif, (**2 :30 h**)
- Mise aux conditions ambiantes des mousses et des filtres (**15 h**), (nuit)

2^{ème} jour :

Matin :

- Pesée des mousses et des filtres après le prélèvement (**1h**)
- Saisie des données dans les fichiers informatiques (**2h**)

Après-midi :

- Lavage des mousses et du matériel (**3h**)
- Séchage des mousses à l'étuve (**15h**), (nuit)

3^{ème} jour : (jour sans essai)

Matin :

- Retourner les mousses et continuer à les étuver (**7 h**)

Après-midi :

- Mise aux conditions ambiantes des mousses et des filtres (**15 h**), (nuit)