

## Utilisation du dustmon pour la mesure de poussière dans le domaine des additifs utilisés en alimentation animale

La capacité d'émission de poussières permet la caractérisation physique et comportementale d'un produit pulvérulent au même titre que la masse volumique particulaire, la granulométrie, ... Jusqu'à maintenant, pour faire cette « mesure comportementale », seule la méthode Heubach faisait référence. Toutes les limites de cette méthode ont été montrées (i'Tec\_Q5). Depuis quelques années, d'autres méthodes basées sur l'atténuation lumineuse (assez similaires entre elles) sont apparues et cette étude a été menée par Tecaliman sur l'une d'entre elles pour en apprécier l'intérêt.

### 1. Principe

L'appareil utilisé est le Dustmon LS de la marque Microtrac. Dans cet appareil, les caractéristiques d'un nuage de poussières provoqué par la chute d'un échantillon de produit sont obtenues à partir de la mesure de l'atténuation d'un signal lumineux.

### 2. Matériel

L'appareil comprend un tube en inox surélevé d'un réceptacle pour l'introduction de l'échantillon et une chambre de mesure (Figure 1). Une quantité connue de produit (dans la limite du dimensionnement de l'appareil) subit une chute au travers du tube jusqu'à la chambre de mesure, soit une hauteur de 75 cm. Un ordinateur est relié à l'appareil et permet d'actionner la

vanne papillon qui autorise la chute de l'échantillon (temps 0) et d'enregistrer l'atténuation du signal lumineux. La mesure est réalisée sur 30 secondes à raison d'une valeur relevée tous les 0.003 s. Les valeurs enregistrées n'ont pas d'unité de mesure, elles sont liées à l'atténuation du rayon lumineux traversant le nuage de poussières dans la chambre de mesure.

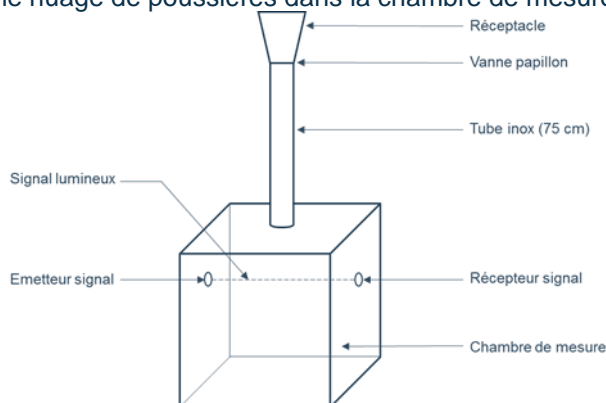


Figure 1 : Schéma de l'appareil

Cette dernière est plutôt étanche à l'émission de poussières. Plus les valeurs sont élevées, plus le nuage de poussières est important. L'observation des enregistrements (Figure 1) met en évidence un pic correspondant à la chute du produit, puis une diminution de la mesure selon la sédimentation plus ou moins rapide des poussières dans la chambre.

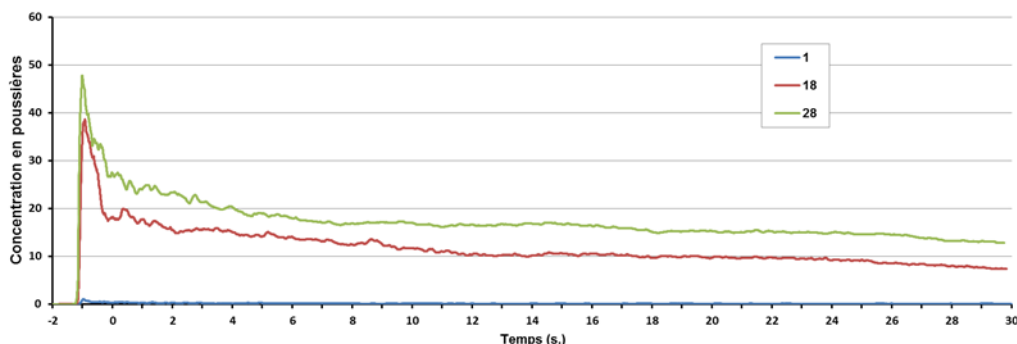


Figure 1 : Enregistrements de 3 produits différents

Plusieurs paramètres sont enregistrés ou calculés par le logiciel : la valeur maximale (Max value), l'aire sous la courbe (Dust Area), les valeurs à 5, 10, 15 s, la

valeur finale (End value) ... Les données brutes sont également exploitables.

### 3. Méthodes

#### 3.1. Etude de l'effet des tailles des échantillons et répétitions

Le but de cette étape est de déterminer l'intérêt des valeurs transmises par l'appareil, la taille des échantillons et le nombre de répétitions nécessaires à l'obtention d'une mesure répétable.

Dans un premier temps, 3 additifs de la gamme des additifs utilisés dans l'étude des années 90 et conservés en chambre froide (rapport n°10), sont utilisés. Ces produits codés 1, 18 et 28, sont choisis sur la base de leurs capacités différentes d'émissions de poussières.

##### 3.1.1. Principe

Les mesures sont réalisées sur 3 prises d'essai pour chacune des 4 masses (25 g, 50 g, 75 g et 100 g). La mesure est réalisée sur 30 s. Dans cette première approche, l'exploitation se fait sur les valeurs calculées toutes les 5 s. Les 36 mesures (3 produits x 4 masses x 3 répétitions) sont réalisées selon un ordre totalement aléatoire.

##### 3.1.2. Résultats

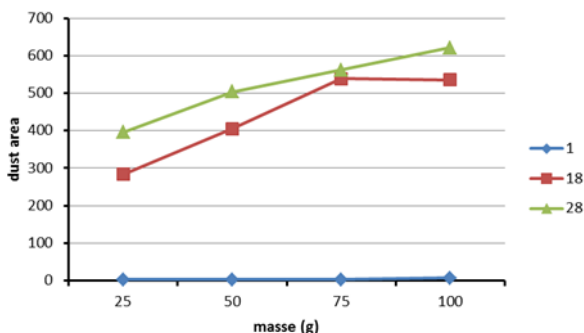


Figure 2 : exemple de l'évolution de la valeur dust area (Dustmon) en fonction de la masse d'échantillon pour 3 produits

Les observations faites permettent de conclure que :

- Selon la masse volumique des produits testés, le volume du réceptacle peut être trop restreint pour l'introduction de 100 g de produit.
- La masse de 75 g ne permet pas de différencier les produits 18 et 28 (Figure 3).
- Quel que soit le critère observé, les valeurs obtenues avec les échantillons de 50 g sont toujours supérieures aux valeurs obtenues sur les échantillons de 25 g mais elles ne sont pas du double. Comme dans le cas de la méthode Heubach, le comportement poussiéreux n'est pas en relation linéaire et proportionnelle avec la masse mise en jeu.

La masse de 50 g apparaît donc plus discriminante que 25 g et est utilisable pour tous les produits. Elle est également utilisable pour la comparaison avec la méthode Heubach. Elle est donc choisie pour la poursuite de l'étude.

Concernant le nombre de mesure par produit, les moyennes et les écart-types obtenus sur la base des répétitions des mesures faites sur les 3 produits sur 50 g sont observés (Tableau 1).

	Echantillon	Moyenne	Ecart-type
Dust Area	1	3.3	2.2
	18	405.0	71.1
	28	504.0	26.7
Max value	1	0.5	0.15
	18	35.7	3.07
	28	35.2	5.85

Tableau 1 : Exemples de moyennes et écart-types de valeurs obtenues pour 50 g

Une variabilité est logiquement observée entre les répétitions. L'analyse statistique montre que la variabilité diminue avec le nombre de répétition. Pour des raisons de durée de réalisation des mesures par jour et de quantité de produit fournis pour la phase suivante de l'étude, le nombre de répétitions choisi pour la suite reste égal à 3.

#### 3.2. Etude des critères de mesure et sélection de 5 produits

##### 3.2.1. Objectifs et principes

Les objectifs de cette étude sont de choisir les différents critères de caractérisation du comportement poussiéreux issus des mesures brutes et de sélectionner 5 produits ayant des comportements différents à partir d'une collection d'additifs actualisée. Ainsi, une « échantillothèque » de 68 additifs utilisés actuellement en alimentation animale a été obtenue auprès de différents prémixeurs. Ils sont testés sur l'appareil selon les conditions déterminées lors de la première étude (50 g, 3 répétitions par produit).

##### 3.2.2. Résultats

Le traitement des différents paramètres exploitables obtenus sur les enregistrements (valeur du pic, aire sous la courbe, valeurs toutes les 5 secondes, etc...) montre que la plupart sont corrélés et donc redondants. L'observation des courbes oriente vers une meilleure discrimination des produits sur la base de l'aire sous la courbe (Nuage de poussières) et la pente obtenue après le pic initial (vitesse de sédimentation). Ces deux critères discriminants et non corrélés sont sélectionnés. Les valeurs proviennent de la moyenne des 3 répétitions réalisées à partir de 3 prises d'essai.

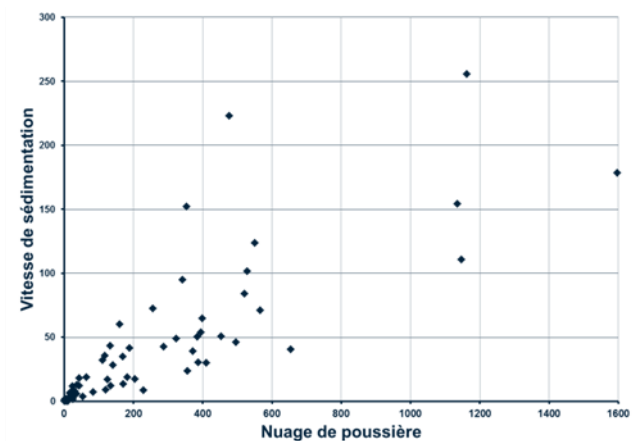


Figure 3 : Répartition des 68 produits de la nouvelle collection selon les moyennes des deux critères retenus

Les critères observés pour la poursuite de l'étude sont (Figure 3) :

- L'importance du nuage de poussières. Ce paramètre correspond à l'aire sous la courbe (Dust Area). Les valeurs des additifs testés sont comprises entre 0.6 et 1597.2

- La vitesse de sédimentation des poussières. Ce paramètre est, en valeur absolue, la différence entre les valeurs obtenues à 15 s et 5 s divisée par 10 (nombre de secondes entre ces 2 temps). Pour faciliter l'interprétation et la mise en forme des données, ce paramètre est multiplié par 100. Les valeurs des additifs testés sont alors comprises entre 0 et 256.

Les valeurs moyennes obtenues pour chaque produit et chaque critère permettent de les classer en quartiles autour de chaque médiane (Tableau 2). L'observation des courbes enregistrées par le logiciel (Figure 5) laisse penser que le critère de la vitesse de sédimentation ne semble pas exploitable dans le cas de produits peu poussiéreux. Si l'exploitation de ces critères est retenue par la suite, il conviendra probablement de déterminer une valeur seuil en dessous de laquelle la vitesse de sédimentation n'est pas à prendre en compte car la courbe serait trop plate.

Nuage de poussières					Vitesse de sédimentation				
Pourcentage de la population totale					Pourcentage de la population totale				
Mini	Médiane			Maxi	Mini	Médiane			Maxi
⇒25%	⇒50%	⇒75%	⇒100%		⇒25%	⇒50%	⇒75%	⇒100%	
0.6	16.4	129.5	375.4	1597.2	0	3	18	49	256

Tableau 1 : Classement des critères en quartiles

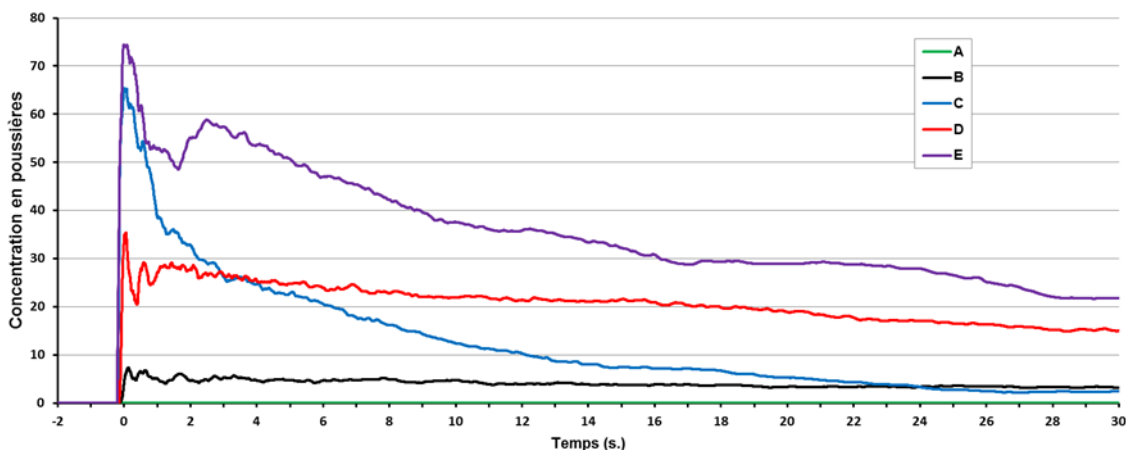


Figure 4 : Exemples d'enregistrements sur les 5 produits sélectionnés

Selon la méthode basée sur ces 2 critères, les produits se répartissent en 10 groupes différents (Tableau 3). Le classement en nombre d'additifs par fraction de quartile montre qu'il peut exister un lien entre l'importance du nuage et la vitesse de sédimentation. Cependant, un certain nombre d'additifs ont un comportement qui s'écarte de cette tendance. (Fractions de quartile comportant 1 ou 4 additifs) et il peut être intéressant de le mettre en évidence.

		Vitesse de sédimentation			
		⇒25%	⇒50%	⇒75%	⇒100%
Nuage de poussières	⇒25%	16	1	0	0
	⇒50%	1	12	4	0
	⇒75%	0	4	9	4
	⇒100%	0	0	4	13

Tableau 2 : Répartition des additifs par quartiles

Le classement des produits effectué ici est relatif à la collection obtenue. Il ne peut être question d'en tirer des conclusions, pour les produits présents dans les quartiles supérieurs, quant à la gêne éventuelle pour les opérateurs ou des risques accrus de transferts inter-lots. Ceci devrait faire l'objet d'autres études.

Une analyse de variance globale est réalisée sur la base de l'ensemble des produits et des 3 répétitions obtenues pour chacun des critères étudiés et permet de distinguer les 68 produits par groupe (Test de Student).

Nuage de poussières 26 groupes

Vitesse de sédimentation 22 groupes

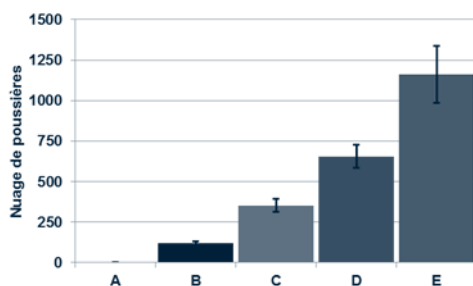
**Tableau 3 : Nombre de groupes significativement différents selon le test de Student**

Le nombre important de groupes obtenus valide le pouvoir discriminant des deux critères observés.

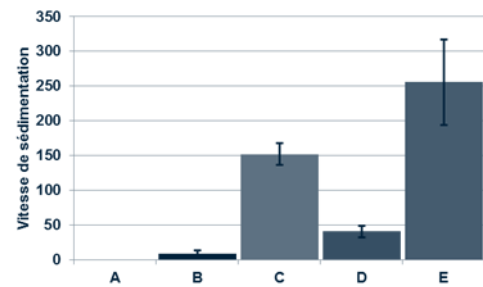
Le choix des 5 produits ciblés pour la poursuite de l'étude (i'Tec\_Q11) est réalisé à partir de cette analyse. Chacun des produits sélectionnés appartient à une classe significativement différente. Ils sont représentés sur les figures et dans les tableaux suivants selon le même code couleur. Les produits non irritants et non toxiques sont privilégiés.

		A	B	C	D	E
Nuage de poussières	Moyenne	0.6	120.3	353.5	654.4	1162.9
	Ecart-type	0.8	8.8	41.4	71.2	175.6
Vitesse de sédimentation	Moyenne	0	9	152	40	256
	Ecart-type	0	4	16	8	62

**Tableau 4 : Caractéristiques des produits sélectionnés**



**Figure 5 : Nuage de poussières des 5 produits sélectionnés**



**Figure 7 : Vitesse de sédimentation des 5 produits sélectionnés**

		Vitesse de sédimentation			
		⇒25%	⇒50%	⇒75%	⇒100%
Nuage de poussières	⇒25%	A			
	⇒50%		B		
	⇒75%			C	
	⇒100%				D E

**Tableau 5 : Classement des produits sélectionnés**

## 4. Conclusion

Cette étude a permis de prendre en main cet appareil et de préciser des éléments importants du protocole d'utilisation :

- Masse de 50 g
- Trois répétitions par produit (cet élément du protocole sera réinterrogé par la suite)
- Critères d'évaluation du comportement poussiéreux : nuage de poussières par l'aire sous la courbe et vitesse de sédimentation par la pente entre 5 et 15 s.

Enfin, les 5 produits sélectionnés serviront à la poursuite de l'étude sur la répétabilité et la reproductibilité de la mesure avec préservation ou non du pouvoir discriminant (i'Tec\_Q11). Une éventuelle corrélation avec les mesures réalisées selon la méthode Heubach sera également étudiée.

## 5. Bibliographie

**i'Tec\_Q5** : Mesure d'émission de poussière par la méthode Heubach dans le domaine des additifs utilisés en alimentation animale

**Rapport n°10, 1998**. Comparaison des méthodes de laboratoire pour la caractérisation des additifs utilisés en alimentation animale sur leurs étendues de mesure, leurs pouvoirs discriminants et leurs redondances - Phase 2b.