

## Mesure d'émission de poussière par la méthode Heubach<sup>1</sup> dans le domaine des additifs utilisés en alimentation animale

Au cours des expérimentations menées sur cette méthode par Tecaliman, le protocole testé lors des premiers essais a été celui conseillé par le constructeur de l'appareil dans le cadre de la réalisation d'essais destinés à rechercher la concentration d'agents actifs dans les poussières.

Notre objectif est différent car il s'agit ici d'obtenir une mesure simple de la concentration en poussières mais pour l'ensemble des additifs utilisés en alimentation animale. Cet objectif différent rend inadéquat le protocole préconisé par le constructeur et une série d'essais a abouti au protocole présenté ci après.

### 1. Principe

Il s'agit de mesurer la concentration de poussière

d'un produit soit la quantité de poussière émise par une quantité donnée d'additifs agitées. Pour la mesure, cette poussière est aspirée par un flux d'air et retenue sur un filtre.

### 2. Appareillage

La mesure est réalisée sur un appareil « Dustmeter » de marque Heubach<sup>1</sup> de modèle II. Cet appareil comprend (Figure 1) :

- un bloc moteur, une pompe à vide et leurs commandes.
- un récipient de génération des poussières en acier spécial, d'un volume de 2.2 litres.

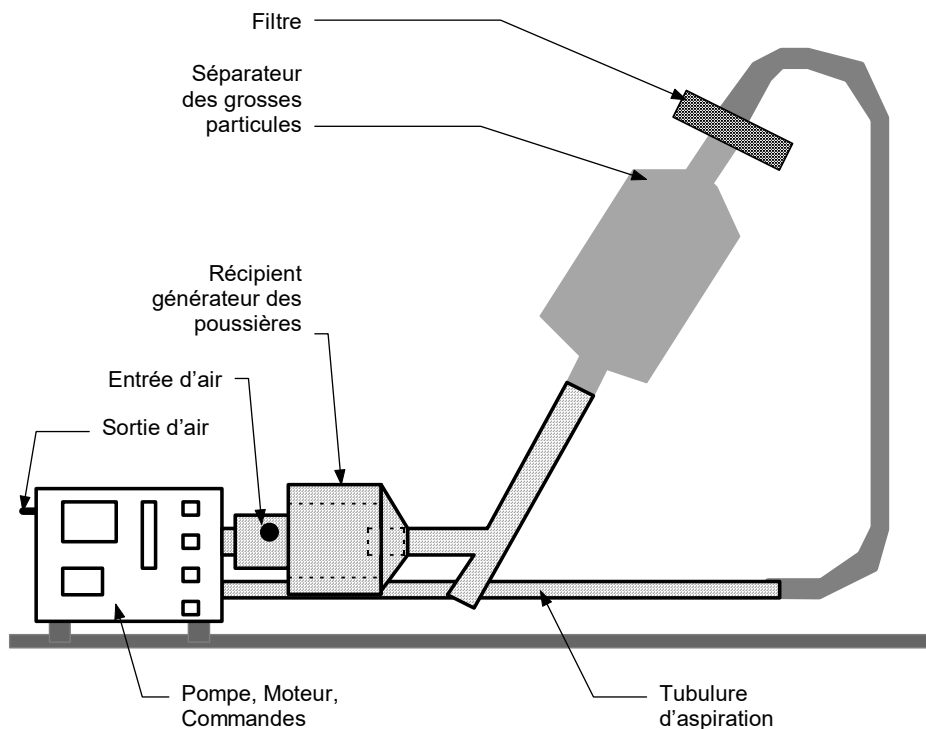


Figure 1 : Schéma de l'appareil (<sup>1</sup> Heubach Engineering GmbH, Heubachstasse 7, D-3394 Langelsheim)

Il renferme trois chicanes formant un angle de 45° par rapport à la paroi. Grâce au moteur, il est susceptible d'être mis en rotation par rapport à son axe. L'arrivée d'air s'effectue par l'axe au moyen de quatre alésages d'un diamètre de 5.2 mm à leurs extrémités extérieures, côté moteur. Ce récipient peut être entièrement ouvert de l'autre côté, à l'aide d'une "porte" fixée par deux fermetures rapides. L'étanchéité de cette porte est assurée par un joint torique.

- une bague encastrée à lèvres avec ressort pour l'étanchéité entre la partie mobile et la partie fixe.
- une partie coudée à 110°. Le tube pénètre de 3 centimètres dans le récipient de génération de poussières.
- un séparateur de grosses particules en verre d'un volume de un litre. Les grosses particules s'y arrêtent sous l'effet du ralentissement de la vitesse de l'air consécutivement à l'élargissement du diamètre et, dans le cas de ce modèle, de l'ascension de l'air.
- les filtres fixés dans un porte filtre.
- la tubulure d'aspiration permettant de fermer le circuit d'air.

A l'intérieur du bloc moteur/pompe, l'air qui arrive par la tubulure d'aspiration, est filtré avant d'entrer dans la pompe à vide. La mesure de débit d'air est réalisée au niveau de la pompe.

Une balance de haute précision (0.0001 g) est également nécessaire pour réaliser les pesées avant et après l'essai.

Deux filtres sont utilisés :

- un filtre en nitrate de cellulose Sartorius de 50 mm de diamètre.
- un filtre en fibre de verre de 5 cm de diamètre. (Labomoderne : LMR/PVF/50 GF92).

### 3. Mode opératoire

Les paramètres de réalisation des essais sont les suivants :

- vitesse de rotation du récipient : 30 tr/mn
- débit d'air : 4 litres/min.
- temps de la mesure : 5 minutes
- deux filtres sont placés dans le porte filtre. Par rapport au sens du transfert de la poussière, cette dernière rencontre en premier, le filtre de cellulose, puis le filtre de verre. Ce dernier a essentiellement une mission de protection de l'appareillage.

La procédure de mesure utilisée est la suivante :

- nettoyage de l'appareil
- pesée de la quantité voulue d'additif :  $m_a(g)$
- introduction de l'additif dans le récipient de génération de poussières

- fermeture du récipient
- Mise en place des filtres dans le porte filtre
- pesée du porte filtre :  $m_1(g)$
- mise en marche de la pompe
- mise en marche du moteur permettant la rotation du récipient générateur de poussières
- arrêt de l'ensemble au terme du temps de mesure
- pesée du porte filtre :  $m_2(g)$

La pesée de l'ensemble du porte filtre permet de limiter les pertes de poussières qui ont lieu si le filtre de cellulose est retiré du porte-filtre.

Après chaque mesure, le filtre de cellulose est changé. Celui en fibre de verre est changé toutes les trois mesures ou moins s'il présente des signes évidents de souillures.

### 4. Interprétation des résultats

Les trois pesées (celles du produit et du filtre) doivent être réalisées avec une grande précision. La différence des deux pesées du porte filtres  $m_2 - m_1$  donne la masse de poussières récoltées.

La concentration est alors exprimée en milligramme de poussière par gramme d'additif à l'aide de la formule :

$$C = \frac{(m_2 - m_1) \times 1000}{m_a}$$

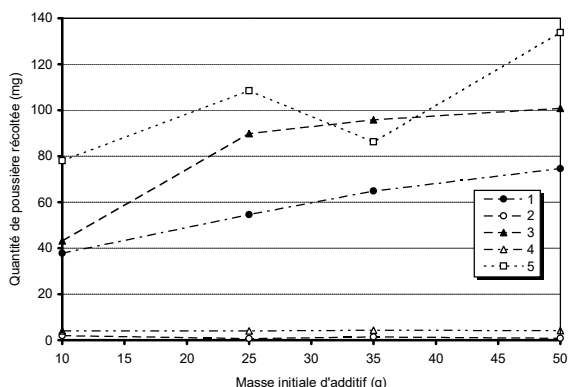
La société Heubach estime que si la masse présente sur le filtre est inférieure au gramme, la mesure est valide. Dans le cas contraire, la mesure doit être réalisée avec deux fois moins de produit. Mais cette remarque est réalisée dans le cadre d'une mesure ultérieure de la concentration d'agent actif dans les poussières collectées.

Dans le contexte de cette mesure de la masse de poussière sur le filtre, le résultat peut s'interpréter de la manière suivante : plus la masse récoltée est importante, plus le produit est susceptible d'émettre des poussières lors de ses manipulations manuelles ou automatiques dans les circuits.

### 5. Masse de la prise d'essai

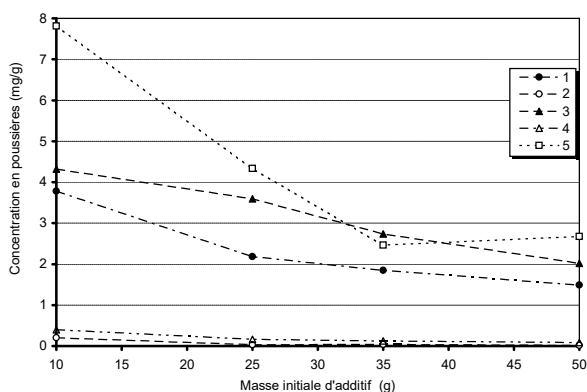
A l'aide de cinq additifs représentatifs, des essais préliminaires ont été réalisés afin de déterminer la quantité optimale d'additif à utiliser entre 10 et 50 g pour obtenir une valeur significative.

La présence d'additifs ayant des concentrations en poussières très variables est une contrainte sur la méthode. En effet, dans le cas d'additifs pauvres en poussières (Figure 2 - produits 2 et 4), l'augmentation de la prise d'essai n'a que très peu d'influence sur la quantité de poussière retrouvée dans le porte filtre. Pour ces additifs, le protocole s'orienterait vers une augmentation de la taille de la prise d'essai pour réduire l'impact des erreurs de pesée.



**Figure 2 : Evolution de la quantité de poussière récoltées en fonction de la quantité initiale de la prise d'essai pour cinq additifs**

Dans le cas des additifs riches en poussières (produits 1, 3, 5), à partir d'une valeur seuil de prise d'essai, la quantité de poussières récoltée augmente moins vite. Il semble qu'au delà d'une certaine quantité de poussières, le filtre se colmate partiellement et ne peut plus retenir la totalité des poussières émises dans le flux d'air. Ces poussières se déposent alors dans la bouteille. On obtient alors une mesure par défaut. La répression des fraudes estime que le type de filtre utilisé est capable de retenir jusqu'à 300 mg de produit. Cette valeur n'est pas dépassée dans ces essais et pourtant la limite du filtre semble avoir été atteinte pour les produits 1, 3 et 5. Par ailleurs, tous ces additifs ne semblent pas atteindre cette valeur seuil de colmatage du filtre pour la même masse initiale, rendant encore plus compliquée la tâche de trouver une masse de référence pour un protocole unique. Toutefois, la hiérarchie des additifs en matière de taux de poussière est respectée quelle que soit la masse de la prise d'essai à l'exception d'un point (prise d'essai de 35 g du produit 5) qui peut être dû à une erreur de mesure.



**Figure 3 : Evolution de la concentration en poussière en fonction de la quantité initiale de la prise d'essai pour cinq additifs**

Une masse de 25 g peut constituer un compromis entre des mesures sur des additifs riches ou pauvres en poussières. Pour cette masse (Figure 3), les additifs riches sont à des niveaux distincts et

aucun de ces additifs n'a atteint sa valeur seuil. Cependant, les deux additifs pauvres en poussières ne sont pas assez distincts et les quantités de poussières récoltées, toujours très faibles, sont soumises à de fortes erreurs de manipulation.

## 6. Qualités intrinsèques

L'évaluation des qualités intrinsèques de la méthode est réalisée sur les résultats exprimés en concentration de poussières. La sensibilité, la précision et la reproductibilité de la méthode est évaluée au moyen d'un plan d'expérience prévoyant la réalisation de mesures sur cinq additifs représentatifs des additifs utilisés en alimentation animale. Ces mesures sont effectuées sur quatre jours distincts non consécutifs et répétées trois fois chaque jour.

Malgré les modifications apportées au protocole du constructeur, le bilan est moyen : bonne sensibilité, mais mauvaise précision (14 %) et reproductibilité douteuse. Cette mauvaise reproductibilité serait essentiellement due aux croisements des additifs 2 et 4, et à la variation de la quantité de poussière émise par le produit 5 selon les jours. Ce qui a une grande influence sur la moyenne générale.

Additifs	1	2	3	4	5
Concentration (mg/g)	2.18	0.03	3.59	1.61	4.42
Groupe	c	d	b	d	a

**Tableau 1 : Résultats de test des qualités intrinsèques de la méthode**

Plusieurs raisons peuvent expliquer ces mauvais bilans. L'objectif de notre étude qui conduit à rechercher une méthode avec un seul protocole qui serait valable sur l'ensemble du domaine des additifs de l'alimentation animale, implique d'accepter des erreurs dans la partie haute ou dans la partie basse de la gamme.

Vu l'écart entre les additifs 1, 3 et 5 d'une part et les additifs 2 et 4 d'autre part, l'hypothèse de la non-homogénéité des variances sur l'ensemble du domaine a pu être vérifiée. Cette constatation permet de douter de la bonne interprétation des résultats de l'analyse de variance.

Afin de corriger cet effet et d'utiliser tout de même les résultats, ces derniers ont été exprimés en logarithme. Les variances deviennent alors un peu plus homogènes.

Les résultats deviennent alors légèrement meilleurs. La précision est améliorée sans atteindre 5 % (11.1 %). La méthode est sensible et reproductible. L'observation de la variation entre les jours permet de constater que les variations observées pour l'additif 2 (pauvre en poussière) deviennent supérieures à celles constatées pour l'additif 5 (riche en poussière) avant la transformation logarithmique. Cette transformation maximise donc les erreurs de pesées qui ont lieu

sur les produits émettant peu de poussières. Le manque de précision de cette méthode, et la variation de la concentration en poussières en fonction de la taille de la prise d'essai rendent cette méthode peu fiable. Toutefois, il n'existe pas de meilleure méthode actuellement pour mesurer directement la quantité de poussières.

## 7. Gamme d'additifs

Un échantillon de 30 additifs représentatifs de la population des additifs utilisés en alimentation animale est répartie de façon assez homogène autour d'une concentration moyenne de poussières de 1013.6 mg/kg (Tableau 2 et Voir i'Tec\_Q2) et de 5.8 si cette population est observée en échelle logarithmique.

	mg/kg	log
Moyenne	1013.6	5.8
Ecart-type	1508.4	1.8
Minimum	6.7	1.9
Maximum	6985.3	8.9
Différence mini/maxi	6978.6	7.0
Médiane	364.7	5.9

Tableau 2 : Statistiques sur la gamme de 30 produits représentatifs

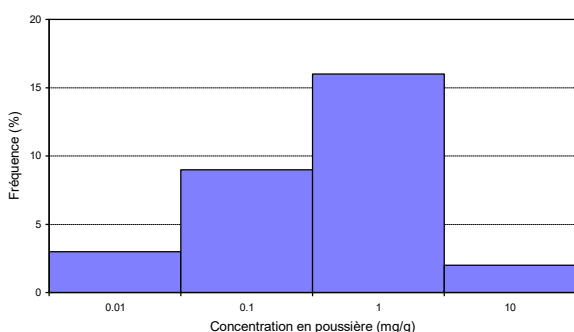


Figure 4 : Histogramme des fréquences

Si cela n'est pas le cas, il y a plus de 1000 degrés entre le minimum et le maximum. Les deux additifs émettant environ 10 mg de poussières par gramme sont deux vitamines (Figure 4).

## 8. Redondance

L'étude des relations avec d'autres mesures de caractéristiques physiques des poudres ne met en évidence qu'une relation avec la mesure granulométrique (diffraction laser). Les produits les plus fins sont donc les plus susceptibles d'émettre de la poussière. Cette mesure granulométrique ne prend cependant pas en compte tous les paramètres puisque la relation n'est pas très forte. Elle sera donc essentiellement exploratoire dans le domaine de la détection des poussières.

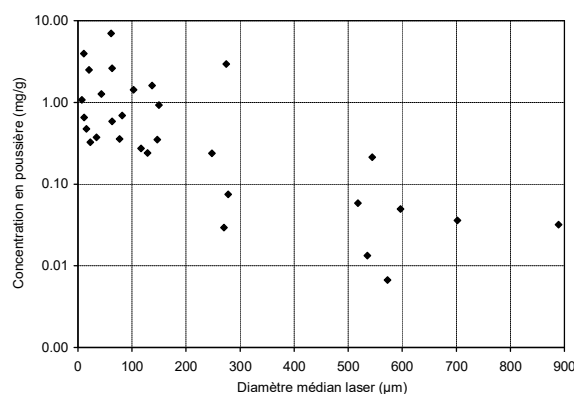


Figure 5 : Relation entre la concentration en poussières (mg/g) et le diamètre médian (µm)

## 9. Conclusions

En premier lieu, il convient de signaler que l'appareil de mesure présente un défaut. En effet, la position du débitmètre rend impossible la détection d'une fuite d'entrée d'air sur le circuit.

En second lieu, la nécessité de nettoyer l'ensemble de l'appareil entre deux mesures, le manque de précision et la délicatesse des manipulations rend, même avec les améliorations apportées, cette méthode difficilement praticable en réception à l'usine.

Toutefois, cette conclusion ne remet pas en cause l'utilisation de cette méthode pour la collecte de poussières destinées à la mesure du taux de principe actif qui y est présent. De plus, cette méthode est la seule qui existe en matière de mesure directe du taux de poussières. Afin de limiter le coût d'un résultat, au moins trois mesures sont réalisées, ce qui ne peut être suffisant pour obtenir des résultats réellement fiables.

## 10. Bibliographie

**Rapport n°9, 1998.** Evaluation de la qualité interne des méthodes de laboratoire de caractérisation des additifs utilisés en alimentation animale - Phase 2a.

**i'Doc\_Q5 1998.** Synthèse du programme sur la prédiction du comportement technologique des additifs en milieu industriel.